

Szeszesital vizsgálati módszerek

KOTTÁSZ JÓZSEF

technikai munkatárs

HORÁK LUJZA

Budapest Főváros Vegyészeti és Élelmiszervizsgáló Intézete

Finomszesz és szeszesitalok aldehydtartalmának meghatározása fotométerrel

Szeszesitalok (finomszeszek) aldehydtartalmát általában acetaldehydtartalomban fejezzük ki.

Az acetaldehydtartalom vizsgálatára az általános aldehydreakciók mellett (1) legtöbbször a Windisch-féle színreakciót használjuk (2). Windisch szerint, ha a vizsgálandó alkoholos-vizes oldat 20 ml-ét 5 ml frissen készített 2%-os vizes metafenilénchlorhidrát oldattal elegyítjük, sárga (töményebb oldatnál barna) színeződés lép fel. A színintenzitás maximuma mintegy 30 perc elteltével mutatkozik. A reakció érzékenységi határa 1:200 000. Ebből a kvalitatív reakcióból A. Beythien egy kvantitatív kolorimetriás módszert dolgozott ki (3), mely szerint a fenti reakció mellett egy 0,5%-os vizes acetaldehyd „törzsoldattal” minden alkalommal friss „összehasonlító oldatsorozatot” készít, s a kialakult színek erősségéből állapítja meg az acetaldehydtartalmat. Az MSZ 1632 Finomszesz szabvány 4.05 pontja is ezt a módszert írja elő azon változtatással, hogy nem acetaldehyd „törzsoldattal” készíti a színösszehasonlító oldatsorozatot, hanem Tropeolin 00 (Merck) felhasználásával (4).

Szükséges vegyszerek :

Metafeniléndiamin-chlorhidrát,

Aktív szén,

Tropeolin 00 (Merck)

Vizsgálat :

Metafeniléndiamin-chlorhidrátból frissen készítünk 10%-os vizes oldatot, amelynek szintelennek kell lennie. Ha színeződést mutat, akkor aktív szénnel szintelenítjük. E szintelen oldatból 10 ml-t a vizsgálandó szesz 10 ml-ével kémcsőben összekeverünk és a bekövetkező színeződést 20 perc múlva ugyanolyan széles kémcsővekben tartott összehasonlító oldatok színével hasonlítjuk össze.

Az összehasonlító oldatok készítése:

0,1 g Tropeolin 00-t 500 ml desztillált vízben oldunk. A 24 órán belül nem oldódó rész leülepedése után a tiszta oldatot dekantáljuk. Ez a törzsoldat, amelyet sötétben kell eltartani. E törzsoldatból desztillált vízzel történő hígítással az 1. táblázat szerinti összehasonlító oldatokat készítjük.

A fenti kolorimetriás módszer pontos eredményeket ad; a Tropeolin törzsoldat és a nagyobb koncentrációjú összehasonlító vizes oldatok stabilizátor nélkül is hónapokig eltarthatók. Nem mondhatók azonban ez a kisebb koncentrációknál, ahol már színintenzitásbeli csökkenés következhetik be, különösen, ha az oldatokat nem óvjuk fényhatástól, s így a nyert eredmények bizonytalanná válhatnak (1. 3. táblázat), illetve megnyugtató eredményeket csak akkor kaphatunk, ha a kis koncentrációjú oldatokat frissen készítjük.

Vizsgálatokat végeztünk tehát az aldehydtartalom fotométeres kiértékelésére. E célból a fenti oldatsorozatot, illetve az oldatsorozat egyes tagjainak színintenzitását Pulfrich-féle fotométerrel és „Labor” 53—11 típusú szelencellás, egyfényelemes fotométerrel vizsgáltuk.

Oldatszám	100 ml oldat összetétele		Aldehyd-tartalom g/l
	deszillált víz ml	törzsoldat ml	
1	54,56	45,44	0,78
2	66,67	33,33	0,63
3	79,18	20,82	0,47
4	88,27	11,73	0,31
5	95,69	4,31	0,16
6	97,19	2,81	0,12
7	97,85	2,15	0,09
8	98,43	1,57	0,08
9	98,87	1,13	0,06
10	99,21	0,79	0,05
11	99,61	0,39	0,03
12	99,86	0,14	0,02

A Pulfrich-féle fotométerrel végzett vizsgálatoknál S 43-as színszűrőt használtunk. A vizsgálati eredményeket a 2 táblázat szemlélteti. A kiértékelés megkönnyítésére az extinkciós értékek logaritmusait grafikusán az 1. ábra tartalmazza.

Az alábbi 3. táblázat a 10-es és 12-es összehasonlító oldat színintenzitás-csökkenését mutatja, Pulfrich-féle fotométerrel S 43-as színszűrővel, 5 cm átmérőjű küvétával.

Vizsgálatokat végeztünk a „Labor” 53—11 típusú készülékkel is, „kék” színszűrő használata mellett, 3 cm átmérőjű küvétával. A 4. táblázat

Tropolin oldatsorozat vizsgálata Pulfrich fotométerrel 2. táblázat

Oldatszám	Küvetta átmérő cm	Extinkció		log ϵ
		átlagérték *	2 cm-es küvétára számítva, ϵ	
12	5	58	23,2	1,3655
11	5	160	64,0	1,8062
10	5	328	121,0	2,0828
9	5	512	204,8	2,3113
8	5	772	309,0	2,4900
7	5	1053	420,2	2,6234
6	5	1322	528,8	2,7233
5	2	733	733,0	2,8651
4	2	1679	1679,0	3,2245
3	1	1208	3020,0	3,4800
2	0,5	1198	4792,0	3,6805
1	0,5	1623	6492,0	3,8132

*Az extinkciós értékek 10 leolvasás középértékei.

Vizes tropeolin oldatok színintenzitás-csökkenése, Pulfrich-féle fotométerrel

Oldatszám	Tárolási idő napokban	Extinkció átlagérték, ϵ^*
2	1	1198 ($\frac{1}{2}$ cm átm. küvetta)
2	10	1198 ($\frac{1}{2}$ cm átm. küvetta)
2	20	1198 ($\frac{1}{2}$ cm átm. küvetta)
2	30	1198 ($\frac{1}{2}$ cm átm. küvetta)
4	1	1679 ($\frac{1}{2}$ cm átm. küvetta)
4	10	1679 ($\frac{1}{2}$ cm átm. küvetta)
4	20	1679 ($\frac{1}{2}$ cm átm. küvetta)
4	30	1659 ($\frac{1}{2}$ cm átm. küvetta)
10	1	328 (5 cm átm. küvetta)
10	10	328 (5 cm átm. küvetta)
10	20	320 (5 cm átm. küvetta)
10	30	300 (5 cm átm. küvetta)
12	1	58 (5 cm átm. küvetta)
12	10	58 (5 cm átm. küvetta)
12	20	54 (5 cm átm. küvetta)
12	30	48 (5 cm átm. küvetta)

*Az extinkciós értékek 10 leolvasás középértékei.

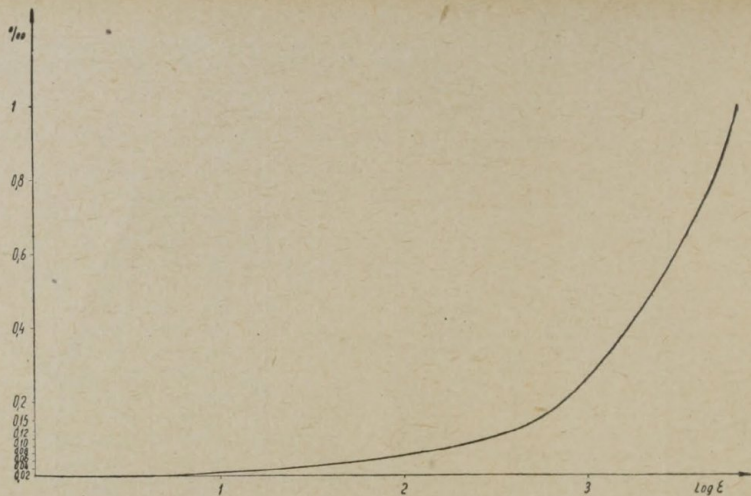
Tropoeolin oldatsorozat vizsgálata „Labor” 53—11 típusú fotométerrel

Oldatszám	Extinkció, $\epsilon +$	$\log \epsilon$
1	58,5	1,7672
2	55,0	1,7402
3	49,3	1,6928
4	50,0	1,6021
5	27,0	1,4314
6	22,5	1,3522
7	17,0	1,2304
8	14,5	1,1614
9	9,5	0,9294
10	7,0	0,8451
11	2,6	0,4200
12	2,5	0,3979

*Az extinkciós értékek 10 leolvasás középértékei.

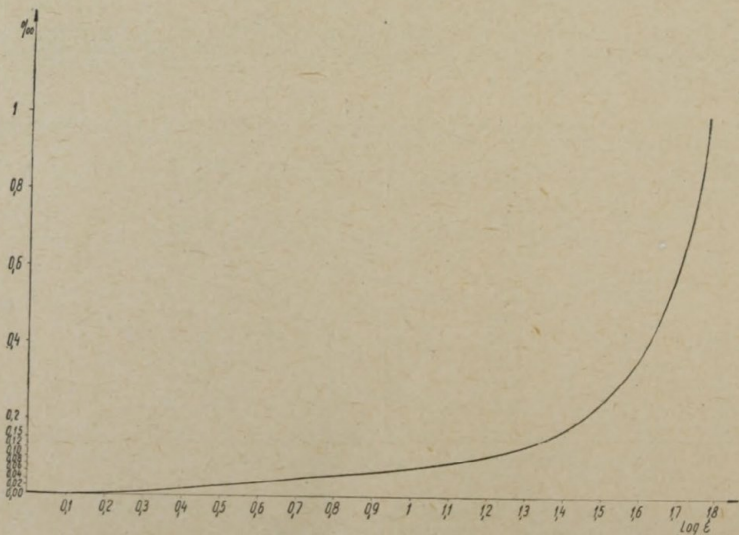
ezeket az eredményeket tünteti fel, míg a 2. ábra e táblázat extinkciós értékeinek logaritmusait ábrázolja grafikusán.

A fenti 2. és 4. táblázat, illetve az 1. és 2. ábra grafikonjainak segítségével a vizsgált minták aldehyd tartalma könnyen kiértékelhető. A fotométeres



1. ábra.

Tropeolin oldalsorozat vizsgálata Pulfrich fotométerrel.



2. ábra.

Tropeolin oldatsorozat vizsgálata „Labor“ 53—11 típusú fotométerrel.

módszer a könnyebb reprodukálhatóság mellett különösen sorozatvizsgálatoknál jelentős vizsgálati időmegtakarítást is eredményez.

*Finomszesz és szeszestalok furfuroлтartalmának meghatározása
jotométerrel*

A furfuroлтartalom meghatározása előtt kolorimetrikus elővizsgálatot végzünk :

Mintegy 10 ml párlatot és 10 ml furfuroлoldatot (az oldat 3,0 mg furfuroлт tartalmaz 1 liter 30 tf %-os alkoholban oldva) 10 csepp szintelen (frissen desztillált) anilinnel és 3 csepp sósavval (fs : 1,126) elegyítünk. 15 perc eltelte után a két oldat színeződését (vöröses) összehasonlítjuk.

Ha a párlat

1. szintelen maradt, úgy nem tartalmaz furfuroлт;
2. gyengébb színeződést, vagy az összehasonlító oldattal azonos, szint mutat, akkor 0,01 g furfuroлт tartalmaz 1 l abs. alkoholban;
3. az összehasonlító oldatnál erősebben színeződött el, úgy a furfuroлт-tartalmat meg kell határozni.

A fenti reakció alapján az MSZ 1632 Finomszesz szabvány 4.04 pontja a következőképpen határozza meg a furfuroлт-tartalmat :

Szükséges vegyszerek :

- 96%-os aldehydmentes alkohol,
- anilin, szintelen, frissen desztillált
- ecetsav, analitikai tisztaságú,
- safranin (Merck) vagy Amarant (Echtrot D)

Vizsgálat :

10 ml szeszt 1 ml ecetsavval (jégecettel) és 0,5 ml anilinnel elegyítünk. Furfuroлт jelenlétében pirosas színeződés keletkezik. 5 perc eltelte után a szint az összehasonlító oldatok színével hasonlítjuk össze (1. 5. táblázat).

Az összehasonlító oldatok készítése :

0,10 g safranint, vagy 0,11 g Amarant-ot 500 ml desztillált vízben oldunk. E törzsoldatból 10%-os alkohollal történő hígítással a következő összehasonlító oldatokat készítjük :

Safranin összehasonlító oldatsorozat

5. táblázat

Oldatszám	100 ml oldat összetétele		Furfuroлт tartalom g/l
	10 %-os alkohol ml	Törzsoldat, ml	
1	97,00	3,00	0,010
2	97,66	2,34	0,008
3	98,43	1,57	0,006
4	99,09	0,91	0,004
5	99,55	0,45	0,002

Az összehasonlító oldatsorozat használatánál ugyanazok a nehézségek (színintenzitás-csökkenés) merülnek fel, mint amelyeket fentebb az aldehyd-tartalom meghatározásánál leírtunk : a kis koncentrációjú összehasonlító oldatok különösen fényhatásra színintenzitás-csökkenést szenvednek, s így a kolorimetriás kiértékelésnél hamis eredményekre juthatunk (1. 7. táblázat).

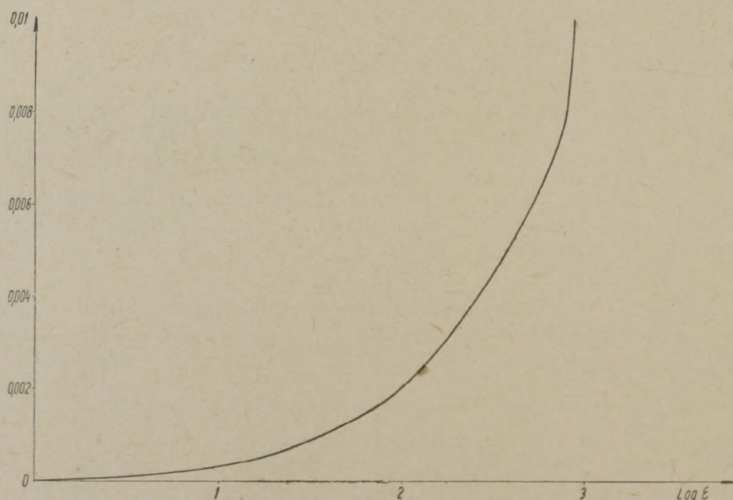
A fentiek kiküszöbölésére a színösszehasonlító oldatokat ugyancsak Pulfrich-féle fotométerrel és „Labor” 53—11 típusú fotométerrel vizsgáltuk. A Pulfrich-féle fotométerrel végzett vizsgálatoknál S 53-as színszűrőt és 5 cm átmérőjű küvetát használtunk. Az így nyert extinkciós értékeket 2 cm-es küvetákra számítottunk át (6. táblázat), (ϵ). A kiértékelés megkönnyítésére pedig az ϵ értékek logaritmusait grafikusán ábrázoltuk (3. ábra).

6. táblázat

Szafrafin oldatsorozat vizsgálata Pulfrich fotométerrel

Oldatszám	Küvetta átmérő cm	Extinkció		log ϵ
		átlagérték, *	2 cm-es küvetára számítva	
5	5	243	97,2	1,9877
4	5	623	249,2	2,3966
3	5	1240	296,0	2,6953
2	2	644	644,0	2,8089
1	2	814	814,0	2,9106

*Az extinkciós értékek 10 leolvasás középértékei.



3. ábra.

Szafrafin oldatsorozat vizsgálata Pulfrich fotométerrel.

Akár az aldehdtartalom meghatározásánál (l. fent), itt a furfurol-tartalom meghatározásánál is méréseket végeztünk a „Labor” 53—11 típusú fotométerrel is, „sárga” színszűrővel, 3 cm átmérőjű küvetákkal. Az eredményeket az alábbi 8 táblázat szemlélteti, míg az extinkciós értékek logaritmusainak grafikonját a 4. ábra tünteti fel.

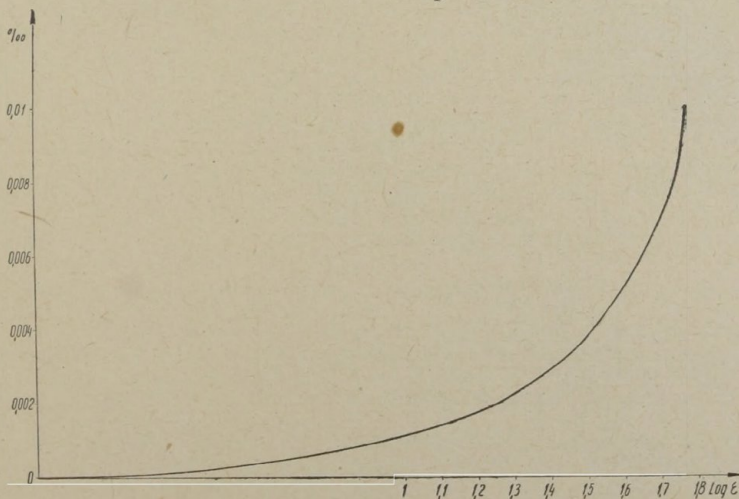
Oldatszám	Tárolási idő napokban	Extinkció átlagérték, ϵ^*
2	1	644 (2 cm átm. kűvetta)
2	10	648 (2 cm átm. kűvetta)
2	20	644 (2 cm átm. kűvetta)
2	30	645 (2 cm átm. kűvetta)
5	1	243 (5 cm átm. kűvetta)
5	10	233 (5 cm átm. kűvetta)
5	20	238 (5 cm átm. kűvetta)
5	30	210 (5 cm átm. kűvetta)

*Az extinkciós értékek 10 leolvasás középértékei.

Szafrafin oldatsorozat vizsgálata „Labor” 53—11 típusú fotométerrel 8. táblázat

Oldatszám	Extinkció, ϵ^*	$\log \epsilon$
1	57,5	1,7597
2	54,0	1,7324
3	44,9	1,6522
4	32,5	1,5119
5	18,0	1,2553

*Az extinkciós értékek 10 leolvasás középértékei.



4. ábra.

Szafrafin oldatsorozat vizsgálata „Labor” 53—11 típusú fotométerrel.

A fenti 6. és 8. táblázat, illetve a 3. és 4. ábra grafikonjainak segítségével a furfuroltartalom könnyen kiértékelhető. Sorozatvizsgálatoknál az aldehidtartalom meghatározáshoz hasonlóan jelentős vizsgálati idő megtakarítás mutatkozik.

IRODALOM:

- (1) Bömer A., — Juckenack A., — és Tillmans J.: Handbuch der Lebensmittelchemie II. 1024—48
- (2) Windisch, W.: Zeitschr. Spiritusind. 9, 519, 1886.; Chem. Ztg. 11, Rep. 24, 1887; Zeitschr. analyt. Chem. 27. 514, 1888.
- (3) Beythien, A.: Zeitschr. f. Lebens. Unt. 48, 169, 1924.
- (4) MSZ 1632. Finomszesz.

UNTERSUCHUNGSMETHODEN GEISTIGER GETRÄNKE

— J. Kottász

Die zur kolorimetrischen Bestimmung des Aldehyd- und Furfurolgehaltes von Feinsprit und geistigen Getränken dienenden farbvergleichenden Farblösungen (Tropäolin bzw. Safranin) sind im Falle geringer Konzentrationen des Farbmaterials lichtempfindlich und neigen zur Verminderung der Farbintensität. Mit Hilfe des Pulfrich Photometers bzw. des einphotozelligen Photometers Labor, Typ 53—11 können Tabellen bzw. Graphikone konstruiert werden, welche die rasche Auswertung des Aldehyd- und Furfurolgehaltes ermöglichen.