



Идентификация компонентов аромата бренди методом хромато-масс-спектрометрии

Аннотация

Исследование компонентов, характеризующих аромат бренди, основано на проведении жидкостно-жидкостной экстракции дихлорметаном и последующий анализ экстракта на газовом хроматографе с масс-спектрометрическим детектором. Данный метод позволил идентифицировать около 60 компонентов бренди.

Введение

Анализ компонентов аромата крепких алкогольных напитков является одним из показателей качества продукции. Основными компонентами, определяющими вкус и аромат, являются этиловые эфиры, высшие спирты, ацетаты высших спиртов, жирные кислоты, фурановые соединения и т.д.

При анализе ароматов пищевых продуктов наиболее широко используют следующие методы подготовки пробы: парофазный анализ, жидкостно-жидкостная экстракция и твердофазная микроэкстракция. Однако в случае анализа аромата бренди исследуемые компоненты имеют высокие коэффициенты распределения и их концентрация в газовой фазе часто бывает недостаточной для проведения парофазного анализа. По этой причине для исследования аромата бренди предпочтительными методами пробоподготовки являются жидкостно-жидкостная экстракция или твердофазная микроэкстракция.

В настоящей работе в качестве метода пробоподготовки была выбрана жидкостно-жидкостная экстракция. Наилучшее извлечение основных компонентов из крепких алкогольных напитков обеспечивает дихлорметан, поэтому он был использован в качестве растворителя.

В качестве образца для анализа был взят бренди Ararat 5 (Yerevan Brandy Company).

Оборудование и материалы

- Газовый хроматограф Хроматэк-Кристалл 5000
- Детектор – МСД
- Колонка CR-5 (30 м × 0.25 мм × 0.25 мкм)

Режим анализа

Газ-носитель

Гелий, постоянный поток 1 мл/мин

Температура колонки

Изотерма 1: 50 °С 3 мин 8.5 °С/мин

Изотерма 2: 250 °С 10 мин

Испаритель

Режим ввода пробы С делением 1:10

Температура испарителя 250 °С

Детектор МСД

Режим сканирования 50 – 350 а.е.м.

Температура источника ионов 200 °С

Температура переходной линии 250 °С

Экспериментальная часть

Образец бренди объемом 20 см³ помещали в делительную воронку, добавляли 4 см³ дихлорметана и встряхивали в течение 10 мин. После разделения фаз органический слой сливали, высушивали сульфатом натрия и упаривали в токе азота до объема 1 см³.

Результаты и их обсуждение

На рисунке 1 показана хроматограмма анализа бренди. Используемая колонка не позволяет разделять легкие спирты, альдегиды и эфиры, поэтому данные компоненты элюируются вместе с растворителем и не показаны на хроматограмме.

В исследуемом бренди содержится относительно большое количество этиловых эфиров жирных кислот (от гексановой до гексадекановой кислот), а также фенолэтиловый спирт, которые в основном характеризуют запах продукта.

Вследствие выдержки бренди в дубовых бочках в образце были обнаружены следующие маркерные компоненты, свидетельствующие о подлинности продукта: ванилин, сиреневый альдегид, кониферилловый альдегид и синаповый альдегид. Отношение содержания сиреневого альдегида и ванилина в бренди составляет 2.35, что является подтверждением оригинальности.

Хроматограммы

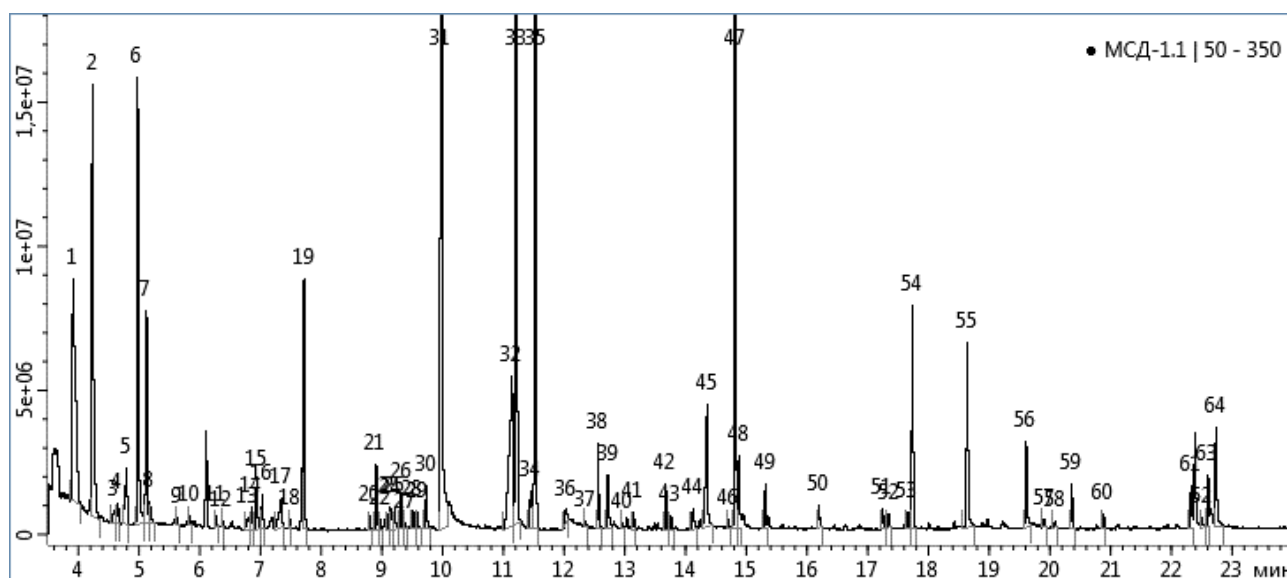


Рисунок 1 – Хроматограмма анализа бренди

- | | |
|--|---|
| 1 Methyl dimethoxyacetate | 33 Succinic acid diethyl ester |
| 2 Furfural | 34 α -Terpineol |
| 3 2-Methylbutanoic acid ethyl ester | 35 Octanoic acid ethyl ester |
| 4 Isovaleric acid ethyl ester | 36 5-Hydroxymethylfurfural |
| 5 Isobutanal diethyl acetal | 37 Benzeneacetic acid ethyl ester |
| 6 1-Hexanol | 38 Phenethyl acetate |
| 7 Isoamyl acetate | 39 Hydroxybutanedioic acid diethyl ester |
| 8 2-Methylbutyl acetate | 40 4-Ethylguaiaicol |
| 9 Valeric acid ethyl ester | 41 cis-Whiskey lactone |
| 10 2-Acetylfurane | 42 trans-Whiskey lactone |
| 11 Glycolaldehyde diethyl acetal | 43 Succinic acid butyl ethyl ester |
| 12 3-Hydroxybutyric acid ethyl ester | 44 2,6-Dimethoxyphenol |
| 13 Isovaleraldehyde diethyl acetal | 45 Decanoic acid |
| 14 Benzaldehyde | 46 Damascenone |
| 15 5-Methylfurfural | 47 Decanoic acid ethyl ester |
| 16 2-Hydroxy-3- methylbutanoic acid ethyl ester | 48 Vanillin |
| 17 Hexanoic acid | 49 Succinic acid ethyl isopentyl ester |
| 18 3-Ethoxypropionic acid ethyl ester | 50 2-Carboxymethyl-3-n- hexylmaleic acid anhydride |
| 19 Hexanoic acid ethyl ester | 51 Dodecanoic acid |
| 20 2-Furoic acid ethyl ester | 52 4-(2,3-Dimethyl-2-butenyl) -5,6-dihydro-2H-pyran-2-one |
| 21 2-Hydroxy-4- methylpentanoic acid ethyl ester | 53 Vanillic acid ethyl ester |
| 22 Levulinic acid ethyl ester | 54 Dodecanoic acid ethyl ester |
| 23 Isoamyl lactate | 55 Syringic aldehyde |
| 24 Malonic acid diethyl ester | 56 Coniferyl aldehyde |
| 25 cis-Linalool oxide | 57 Tetradecanoic acid |
| 26 3-Ethoxypropionaldehyde diethyl acetal | 58 Desaspidinol |
| 27 Furyl hydroxymethyl ketone | 59 Tetradecanoic acid ethyl ester |
| 28 trans-Linalool oxide | 60 3,4,5- Trimethoxyphenylacetic acid |
| 29 Diethoxyacetic acid ethyl ester | 61 Hexadecanoic acid |
| 30 Linalool | 62 9-Hexadecenoic acid ethyl ester |
| 31 Phenylethyl Alcohol | 63 Sinapic aldehyde |
| 32 Octanoic acid | 64 Hexadecanoic acid ethyl ester |

Заключение

Использование газового хроматографа с масс-спектрометрическим детектором позволяет проводить идентификацию основных компонентов аромата бренди, исследовать влияние технологии производства на качество продукта, а также выявлять подлинность крепких алкогольных напитков.