



Application Note AN-D-002

Анионы и катионы в пиве

Совершенствуем анализ напитков с помощью ионной хроматографии

В анализе напитков важна скорость, надежность и соответствие множеству регламентов контроля качества. Наилучшее качество продукции — это правильный вкус и другие органолептические свойства напитков массового производства.

Если говорить о пиве, то ионный состав значительно влияет на его вкус. Хлорид натрия приводит к горьковатому, вяжущему и мыльному вкусу, а сульфат натрия — к сладко-кислому. Поэтому так важно контролировать содержание анионов и катионов для гарантии качества и удовлетворения спроса потребителей.

С большой точностью основные анионы анализируются методом ионной хроматографии (ИХ) с кондуктометрическим детектированием и подавлением, катионы — без подавления. Двухканальная система позволяет параллельно определять анионы и катионы из одного образца. Инлайн ультрафильтрация сокращает этапы ручной пробоподготовки и фильтрует образцы автоматически. Подобные методы автоматизации, калибровка и умное разбавление образцов, упрощают и ускоряют анализ напитков особенно в лабораториях с большим количеством проб.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Образцы пива от разных поставщиков (напр., Warsteiner™) были автоматически разбавлены и отфильтрованы через мембрану 0.22 мкм в ячейке Ультрафильтрации (Рис. 1). Пробы, выходящие за пределы диапазона калибровки, были разбавлены и проанализированы с помощью логического разбавления. Это особенность программы MagIC Net. Результаты всегда соответствуют диапазону калибровки.

После автоматической онлайн пробоподготовки образец вводится в два аналитических канала, на которых одновременно в условиях изократического элюирования анализируются катионы и анионы (Табл. 1). Кондуктометрическое детектирование — универсальными и

чувствительный метод определения всех значимых ионов, присутствующих в пиве. С помощью ПО MagIC Net возможна времясберегающая стабильная калибровка из одного стандарта путем ввода возрастающих объемов (Интеллектуальная Технология Частичного Заполнения Петли Metrohm - MiPT). Это позволит избежать ошибок ручного дозирования. Также можно вводить пробы оптимального объема и анализировать образцы в диапазоне концентрации 1:10000. Высокая точность результатов достигается за счет оптимального подбора точек калибровки (калибровка highlow).

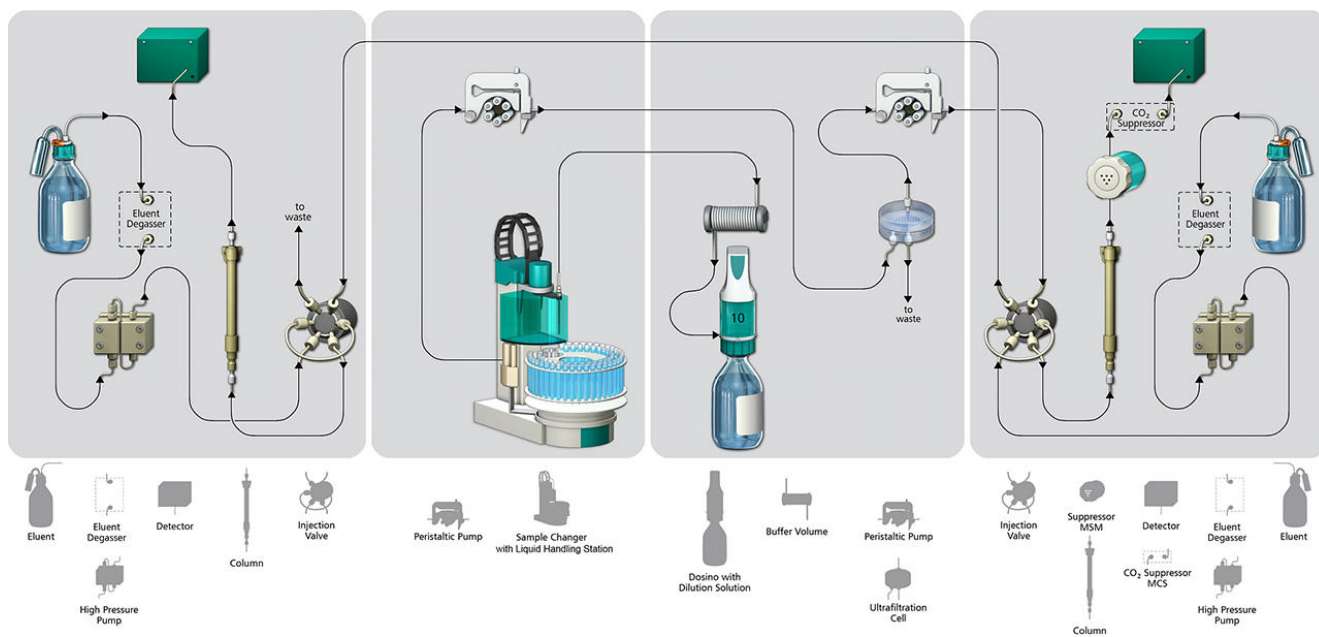


Рисунок 1. Один автоподатчик (включая систему фильтрации и разбавления) подготавливает образец для двух аналитических каналов с целью параллельного определения анионов и катионов из одной пробы. ИХ для катионного анализа представлен слева, ИХ для анионного анализа - справа.

Таблица 1. Условия проведения разделения и детектирования анионов и катионов в пиве с помощью ионной хроматографии.

| Параметры метода | Анионы | Катионы |
|------------------|---|--|
| Колонка | Metrosep A Supp 10 - 100/4.0 | Metrosep C 6 - 150/4.0 |
| Элюент | 4 ммоль Na_2CO_3 + 6.0 ммоль/л NaHCO_3 + 5.0 мкмоль/л NaClO_4 | 2.3 ммоль HNO_3 + 1.7 ммоль/л дипиколиновая кислота |
| Поток | 0.7 мл/мин | 0.9 мл/мин |
| Температура | 30 °C | 35 °C |
| Объем | 20 мкл | 20 мкл |
| Детектирование | Кондуктометрическое с подавлением | Кондуктометрическое без подавления |

РЕЗУЛЬТАТЫ

Мы установили, что калий является основным катионом во всех образцах пива. Концентрации других катионов (Na^+ , Ca^{2+} , и Mg^{2+}) ниже 100 мг/л (Рис. 2). Результаты отображают, что K^+ придает пиву горький и терпкий вкус. Можно также определить и другие ионы, например, аммония.

В качестве основных анионов в пиве присутствуют Cl^- , PO_4^{3-} , NO_3^- , и SO_4^{2-} (Рис. 2). Сульфит (распространенный консервант) может быть определен совместно с другими анионами (время удерживания 11 мин).

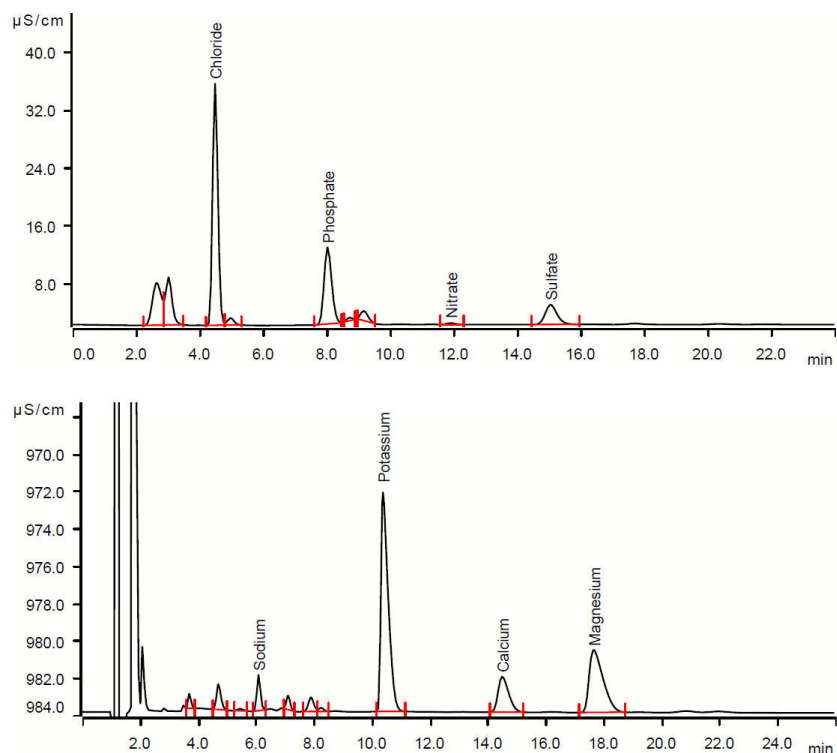


Рисунок 2. Анализ образца пива Warsteiner Pils (10-кратное разбавление), содержащего в качестве основных анионов (верхняя хроматограмма): хлориды (229 мг/л), фосфаты (352 мг/л), нитраты (5 мг/л), и сульфаты (60 мг/л); и качестве основных катионов: натрий (13 мг/л), калий (365 мг/л), кальций (53 мг/л), и магний (56 мг/л) (нижняя хроматограмма).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Ионная хроматография — это надежный в эксплуатации и эффективный аналитический метод мониторинга производства пива и контроля качества. Образцы напитка автоматически разбавляются и фильтруются непосредственно перед анализом для защиты аналитической

системы. Все важнейшие анионы и катионы определяются одновременно в одном цикле. Метод логического разбавления дополнительно сохраняет драгоценное время и снижает ручные операции.

Internal reference: AW IC BE6-0113-092015

Internal reference: AW IC BE6-0113-092015

CONTACT

Metrohm RUS
ул. Садовники д.3А
115487 Москва

info@metrohm.ru

КОМПЛЕКТАЦИЯ

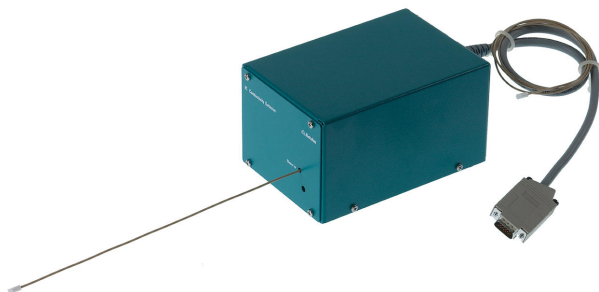


930 Compact IC Flex Oven/SeS/PP/Deg

The 930 Compact IC Flex Oven/SeS/PP/Deg is the intelligent Compact IC instrument with **column oven**, **sequential suppression**, **peristaltic pump** for suppressor regeneration and built-in **degasser**. The instrument can be used with any separation and detection methods.

Typical areas of application:

- Anion or cation determinations with sequential suppression and conductivity detection



IC Conductivity Detector

Compact and intelligent high performance conductivity detector for intelligent IC instruments. Outstanding temperature stability, the complete signal processing within the protected detector block and the latest generation of DSP – Digital Signal Processing – guarantee the highest precision of the measurement. No change of measuring ranges (not even automatic ones) is required, due to the dynamic working range.



Metrosep A Supp 10 - 100/4.0

The Metrosep A Supp 10 - 100/4.0 separation column is based on a high-capacity polystyrene-divinylbenzene copolymer with a particle size of only 4.6 μm . This column is characterized by high plate numbers and high selectivity. Sulfite and sulfate thus can be reliably separated in the eluent without the addition of organic modifiers. These characteristics are supplemented by great flexibility with respect to column temperature, flow and the composition of the eluent.

Its robust construction, excellent price-performance ratio and very good separating efficiencies, in conjunction with moderate chromatography times, make the Metrosep A Supp 10 - 100/4.0 a universally applicable anion separation column.



Metrosep C 6 - 150/4.0

The high-capacity C 6 material makes the Metrosep C 6 - 150/4.0 separation column the optimum solution for separating standard cations with high differences in concentration in conjunction with reasonable retention times. Drinking water with low ammonium contents can be determined with this column.



858 Professional Sample Processor

The 858 Professional Sample Processor processes samples from 500 μL to 500 mL. The sample transfer takes place either by means of a peristaltic pump on the 850 Professional IC system or with an 800 Dosino.



941 Eluent Production Module

The 941 Eluent Production Module enables the automatic production of an eluent. It enables continuous working without manual intervention and guarantees stable retention times. It can be combined with all Metrohm IC instruments and is monitored by MagIC Net.



800 Dosino

The 800 Dosino is a drive with write/read hardware for intelligent Dosing Units. With fixed cable (length 150 cm).



MSM Rotor A

Suppressor rotor for all IC instruments with MSM (Metrohm Suppressor Module)



IC equipment: Inline dilution

Accessory set for Inline Dilution. For use with the 858 Professional Sample Processor, 800 Dosino and 741 Magnetic Stirrer.



MagIC Net 4.0 Professional: 1 license

Professional PC program for controlling all intelligent Professional IC systems, Compact IC systems and their peripherals, all detectors and various Auto samplers, 800 Dosino, 771 Compact Interface, etc. The software permits checks, data acquisition, data evaluation and data monitoring as well as report generation of ion chromatographic analyses.

Graphical user interface for routine operations, extensive database programs, method development, configuration and manual system control; very flexible user management, powerful database operations, extensive data export functions, individually configurable report generator, control and monitoring of all system components and the chromatography results.

MagIC Net Professional complies fully with FDA Regulation 21 CFR Part 11 as well as GLP.

MagIC Net is available in 16 dialog languages: German, English, Chinese, Traditional Chinese, French, Italian, Spanish, Portuguese, Bulgarian, Czech, Hungarian, Japanese, Korean, Russian, Slovakian, Polish

1 license

The installation and documents are supplied on a USB flash drive.