

Die Analyse alkoholischer Getränke mit Gaschromatographie - Teil 3: Schwefelverbindungen

In den vorangegangenen Newslettern über die Analyse von alkoholischen Getränken haben wir uns mit der Bestimmung von [Alkoholen und Aldehyden](#) sowie [Säuren, Estern und Aromastoffen](#) beschäftigt.

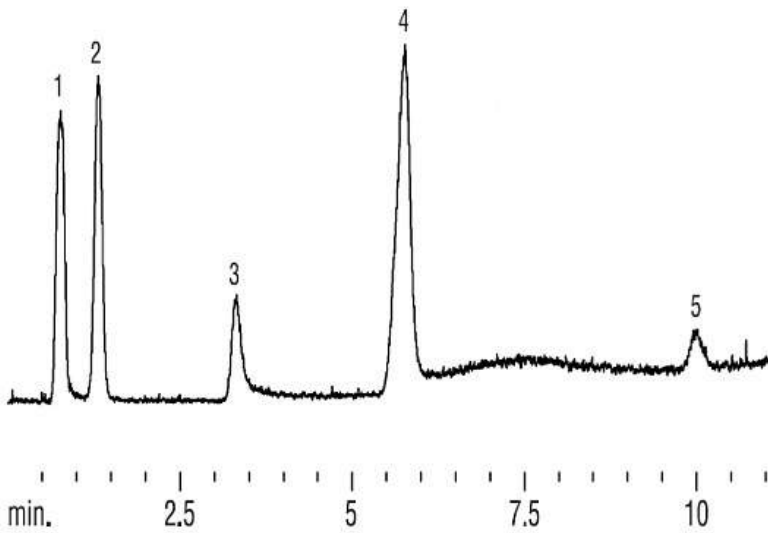
Im dritten und letzten Teil dieser Reihe möchten wir nun noch auf Verunreinigungen alkoholischer Getränke in Form von Schwefelverbindungen eingehen.

- Schwefelverbindungen, die im Spurenbereich während des Fermentationsprozesses gebildet werden, können die Produktqualität alkoholischer Getränke deutlich vermindern, da bereits Mengen im ppb-Bereich für einen befremdlichen Geruch oder Geschmack sorgen.
- ➔ Die folgende Tabelle gibt einen Überblick flüchtiger schwefeliger Verbindungen wie sie beispielsweise in Bier vorkommen können:

Table 1		
Volatile sulfur-containing compounds found in beer at ppm to ppb levels.		
hydrogen sulfide	ethyl mercaptan	dimethyl disulfide
isopropyl mercaptan	t-butyl mercaptan	isobutyl mercaptan
carbonyl sulfide	sulfur dioxide	carbon disulfide
methyl ethyl sulfide	sec-butyl mercaptan	n-butyl mercaptan
methyl mercaptan	dimethyl sulfide	t-amyl mercaptan
n-propyl mercaptan	diethyl sulfide	

- Für die Analyse von Verunreinigungen dieser Art hat Restek eine spezialisierte Säule entwickelt: die **Rt-XL Sulfur** ist eine mikrogepackte Säule, die aufgrund ihres modifizierten Divinylbenzol-Polymers eine Temperaturstabilität bis 300°C bei geringem Bluten hat. Die besondere Selektivität der Phase erlaubt die exzellente Trennung von Schwefelwasserstoff, Carbonylsulfid und Schwefeldioxid.
- Die präzise Bestimmung reaktiver Schwefelverbindung im Spurenbereich erfordert ein hoch inertes chromatografisches System. Aus diesem Grund ist sowohl die Oberfläche der Metallkapillare, auf die das Polymer der Rt-XL Sulfur aufgebracht wird, als auch die Verschraubungen für die Installation mit Resteks patentierter Sulfinert[®]-Beschichtung deaktiviert.
- Die **Sulfinert-Technologie** wurde von Restek entwickelt, um Metallkapillaren ähnlich inert wie Fused Silica-Kapillaren zu machen. In einem CVD-Prozess wird amorphes Silizium auf alle gängigen Oberflächen aufgetragen. In einem zweiten Schritt werden auf die Oberfläche Kohlenwasserstoffketten gebunden, wodurch diese sehr hydrophob und inert wird. Die Gasphasenbeschichtung garantiert eine homogene Belegung auch bei sehr komplexen Geometrien. Dadurch können auch weitere Bestandteile des Systems – z. B. Komponenten der Probeaufgabe – deaktiviert werden, so dass ein verlustfreier Transfer der Analyten auf die Säule sichergestellt ist.

- In unserer Beispielapplikation wurde eine Bierprobe mittels Headspace über ein Valco-6-Wege-Ventil mit einer 1 ml Probenschleife auf die Säule aufgebracht. Das gesamte Zubehör für den Probentransfer – d. h. Vials, Leitungen, Ventil und Probenschleife – wurde dafür mit der Sulfinert-Beschichtung deaktiviert, so dass eine Detektion von Schwefeldioxid und anderen Schwefelverbindungen im ppb-Bereich möglich war.



GC_FF00491

1. Hydrogen sulfide
2. Carbonyl sulfide
3. Methyl mercaptan
4. Ethyl mercaptan and/or dimethyl sulfide
5. Dimethyl disulfide

1m, 0.75mm ID Sulfinert® tubing

Rt-XLSulfur™ 100/120 mesh (Art. Nr. 19806)

Conc.: sulfur standard @ 20ppb each in CO₂

Inj.: 1cc sample loop, 6-port Valco® valve

Carrier gas: Helium

Flow rate: 10mL/min. @ ambient temp.

Oven temp.: 60°C to 260°C @ 15°C/min. (hold 5 min.)

Det. sensitivity: SCD, attn. x 1

Det. temp.: 800°C

**Haben Sie Fragen zu dieser Problematik oder benötigen Sie weitere Informationen dazu?
Kontaktieren Sie uns!**

Dr. Dörte Lohrberg, Tel. 06172/2797-60, Email doerte.lohrberg@restekgmbh.de

