**Лабораторна робота № 3**

**оцінка якості алкогольних напоїв методом газової хроматографії**

**Мета роботи:** ознайомитись з роботою газового хроматографу з мас-селективним детектором; провести оцінку якості алкогольного напою за наявністю метанолу та сивушних масел.

# Загальні відомості

# Сфера застосування. В цій методиці встановлено порядок проведення визначення за показниками якості (ідентифікація, визначення кількісного вмісту речовини, що аналізують, контроль технологічних домішок (напівпродуктів, побічних продуктів, продуктів розкладу) в зразках алкогольних напоїв методом газової хроматографії з мас-селективним детектором (ГХ-МС) Вибір способу детектування залежить від аналітичної задачі (тобто типу, кількості аналіту, що потрібно визначити, особливості матриці, а також чи стоїть задача ідентифікації невідомих речовин).

# Нормативні посилання. У цій стандартній робочій методиці приведені посилання на наступні нормативні документи:

2.2.28. Газова хроматографія // Державна Фармакопея України / Державне підприємство «Науково-експертний фармакопейний центр» – 1-е вид. – Доповнення 2. – Харків: Державне підприємство «Науково-експертний фармакопейний центр», 2008. – с. 60-62

ДФУ, 5.3. N. Статистичний аналіз результатів хімічного експерименту// Державна Фармакопея України / Державне підприємство «Науково-експертний фармакопейний центр» – 1-е вид. – Харків:РІРЕГ, 2001. – Доповнення 1. – 2004. – с. 187-214

ДФУ 2.2.N.2. Валідація аналітичних методик і випробувань // Державна Фармакопея України / Державне підприємство «Науково-експертний фармакопейний центр» – 1-е вид. – Доповнення 2. – Харків: Державне підприємство «Науково-експертний фармакопейний центр», 2008. – с. 85-94Аналитическая нормативная документация / нормативная документация (АНД/НД).

# Матеріали, обладнання та реактиви

## Обладнання

Газовий хроматограф Agilent, модель 7890A GC System, виробництва Agilent Technology, США с масспектрометричним детектором с турбомолекулярним насосом, 5975C Inert MSD. Загальна схема газового хроматографа представлена на рис. 1.



1 – блок регулювання та подачі газів; 2 – блок вводу проби; 3 – термостат колонок; 4 – хроматографічна колонка; 5 – детектор; 6 – керуючий блоки та блоки для обробки.

**Рис. 1** Загальна схема газового хроматографа

Принцип роботи газового хроматографа полягає в наступному: від джерела (на схемі не зазначено) газ-носій потрапляє в блок регулювання, де встановлюється його витрата або тиск. Далі газ-носій потрапляє в термостатуючий блок вводу проби та далі в хроматографічну колонку, де і відбувається розділення проби на окремі компоненти проби, що аналізують. Призначення блоку вводу проб максимально швидко перевести рідкі та тверді проби в газоподібний стан, при цьому необхідно забезпечити незмінність хімічного складу. Розділені в хроматографічній колонці компоненти послідовно потрапляють в детектор, який проводить виявлення змін у складі газового суміші та генерує електричний сигнал, який оброблюється спеціальним блоком.

## Матеріали, посуд та реактиви

Мікрошприц на 10 мкл, віали.

#

# Хід роботи

## 1. Підготовка до роботи

Перед початком роботи перевірити і підготувати до роботи газовий хроматограф:

* встановити необхідну колонку;
* увімкнути хроматограф та комп’ютер, запустити програмне забезпечення;
* встановити необхідний режим роботи та вивести хроматографічну систему в робочий режим.

**Умови хроматографування**

* Колонка J&W Varian CP7723CP-WAX 52CP (матеріал (заповнюється студентом самостійно), розмір: 50 m x 250 µm x 0.2 µm, максимальна температура: 250 °C, нерухома фаза (заповнюється студентом самостійно)*.*
* Газ-носій: гелій для хроматографії;
* Лінійна швидкість газу-носія – 1.0 мл/хв.
* Поділ потоку – 1:100.
* Програмування печі: 35 °C на протязі 1 хв

15 °C/хв до 75 °C та витримати на протязі 6 хв

30 °C/хв до 200 °C.

* Час аналізу – 13.833 хв.
* Об’єм зразку та проби – 1 мл (вноситься в віалу).
* 1 мкл (об’єм інжекції).

## 2. Проведення аналізу

* Досліджувані зразки та зразки порівняння помістити в віали пристрою для автоматичного введення проб.
* Послідовність виконання аналізу зразків встановлюють порядком розташування віал в автосамплері.
* Вводити проби послідовно чи одиничними ін’єкціями та реєструвати результати хроматографування.
* Для перевірки збіжності сигналів виконувати повторні введення проби.
* Визначають площу, час виходу піків компонентів, що аналізують.
* Роздрукувати отримані хроматографи: провести ідентифікацію компонентів (використовуючи мас-спектри та час утримування) та розрахувати кількісний склад зразку, що аналізують.
* Зробити висновок о якості продукту харчування, що аналізують.
* Після закінчення роботи прилад вимкнути.

При оцінці якості алкогольного напою контролюють компоненти, що наведено в таблиці 1. Набір необхідних характеристик для проведення массспектрометричної ідентифікації та визначення наведено в таблиці 1. Останню колонку з набором ”іонів-осколків” компоненту, що визначають, необхідно заповнити самостійно.

**Таблиця 1.***Набір характеристик компонентів*

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **Назва компоненту, що підлягає ідентифікації** | **Молярна маса, г/**[**моль**](https://ru.wikipedia.org/wiki/%D0%9C%D0%BE%D0%BB%D1%8C) | **Т. кип. °C** |  [**CAS**](https://ru.wikipedia.org/wiki/%D0%A0%D0%B5%D0%B3%D0%B8%D1%81%D1%82%D1%80%D0%B0%D1%86%D0%B8%D0%BE%D0%BD%D0%BD%D1%8B%D0%B9_%D0%BD%D0%BE%D0%BC%D0%B5%D1%80_CAS) | **m/z** |
| Етанол | 46,069 | 78,4 | [64-17-5](https://chem.nlm.nih.gov/chemidplus/rn/64-17-5) |  |
| Метанол | 32,04 | 64,7  | 67-56-1 |  |
| 1-Пентанол | 88,148 | 138,0 | 71-41-0 |  |
| 3-Метил-1-бутанол (ізоаміловий спирт) | 88,148 | 132,0 | 123-51-3 |  |
| 2-Метилпропанол-1 (ізобутиловий спирт, ізобутанол) | 74,12 | 108 | [78-83-1](https://chem.nlm.nih.gov/chemidplus/rn/78-83-1) |  |
| Пропіловий спирт (пропан-1-ол, 1-пропанол) | 60,09 | 97,4 °C | [71-23-8](https://chem.nlm.nih.gov/chemidplus/rn/71-23-8) |  |