

# Bestemmelse af fusel i spiritus

efter GC-intern standard princippet

Kenneth Buchwald Johansen

November 2008

TEMA: LEVNEDSMIDLER II

3LABA0808

## 1 Formål

Bestemmelse af indholdet af fuselolier efter GC-intern standard princippet.

## 2 Princip og metode

Som standard bruges der 1-propanol, isobutanol, isoamylalkohol samt 1-butanol som intern standard. Standarden fremstilles ved at tilsætte et stof ad gangen i 99,9% ethanol. Efter hver tilsætning køres opløsningen på GC'en, så hvert enkelt stofs retentionstid kan identificeres på chromatogrammet.

Prøven, som her er Cognac, køres på GC'en uden at tilsætte IS, da man så kan se, om Cognacen indeholder 1-butanol i forvejen. Prøven tilsættes derefter IS og der laves dobbeltbestemmelse af indhold og koncentrationer.

## 3 Resultater

Først beregnes koncentrationerne i standarden. Der tilsættes  $50\mu\text{L}$  af hvert stof til en målekolbe på  $50\text{mL}$ , dvs.  $1\mu\text{L}/\text{mL}$  stof. Ved hjælp af stoffernes densitet, kan koncentrationerne bestemmes (idet  $m = V \cdot \rho$ ) (bemærk desuden at isobutanol er det samme som 2-methyl-1-propanol):

$$\begin{aligned}c_{1\text{-propanol}} &= 1 \frac{\mu\text{L}}{\text{mL}} \cdot 10^{-3} \frac{\text{mL}}{\mu\text{L}} \cdot 0,805 \frac{\text{g}}{\text{mL}} \\ &= 0,805 \cdot 10^{-3} \frac{\text{g}}{\text{mL}} \cdot \frac{1000 \frac{\text{mg}}{\text{g}}}{10^{-3} \frac{\text{L}}{\text{mL}}} = 805 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\end{aligned}$$

$$c_{1\text{-butanol}} = 1 \frac{\mu\text{L}}{\text{mL}} \cdot 10^{-3} \frac{\text{mL}}{\mu\text{L}} \cdot 0,810 \frac{\text{g}}{\text{mL}} = 810 \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

$$c_{\text{isobutanol}} = 1 \frac{\mu\text{L}}{\text{mL}} \cdot 10^{-3} \frac{\text{mL}}{\mu\text{L}} \cdot 0,802 \frac{\text{g}}{\text{mL}} = 802 \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

$$c_{\text{isoamylalkohol}} = 1 \frac{\mu\text{L}}{\text{mL}} \cdot 10^{-3} \frac{\text{mL}}{\mu\text{L}} \cdot 0,809 \frac{\text{g}}{\text{mL}} = 809 \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

Der beregnes relative responsfaktorer

$$f_{\text{rel}}(1\text{-propanol}) = \frac{c_x}{c_{\text{IS}}} \cdot \frac{A_{\text{IS}}}{A_x} = \frac{805}{810} \cdot \frac{45576,80}{39968,70} = 1,133$$

$$f_{\text{rel}}(\text{isobutanol}) = \frac{802}{810} \cdot \frac{45576,80}{41956,80} = 1,076$$

$$f_{\text{rel}}(\text{isoamylalkohol}) = \frac{809}{810} \cdot \frac{45576,80}{49354,20} = 0,9223$$

Prøven køres på GC'en og det konstateres, at den ikke indeholder 1-butanol, som altså kan godt kan bruges som IS.

Ved hjælp af en absolut tolerance på 0,03min og en relativ tolerance på 0,5%, benyttes retentionstiderne til at identificere, hvilke fuselolier, olien indeholder.

## 4 Kommentarer