

Сурсякова Виктория Викторовна

Старший научный сотрудник,
кандидат химических наук

Sursyakova Viktoria Viktorovna

E-mail: viktorija_vs@list.ru

Бурмакина Галина Вениаминовна

Главный научный сотрудник,
доктор химических наук

Burmakina Galina Veniaminovna

E-mail: bgv@akadem.ru

Рубайло Анатолий Иосифович

Заведующий лабораторией молекулярной спектроскопии и анализа,
доктор химических наук

Rubaylo Anatoly Iosifovich

E-mail: rai@icct.ru

Институт химии и химической технологии СО РАН, Федеральный
исследовательский центр «Красноярский научный центр СО РАН»;

Institute of Chemistry and Chemical Technology SB RAS,
Federal Research Center «Krasnoyarsk Science Center SB RAS»

Курбатов Евгений Валентинович

Старший эксперт,
ЭКЦ ГУ МВД России по Красноярскому краю

Kurbatov Evgeny Valentinovich

Senior Expert, Forensic Center
MIA General Administration for the
Krasnoyarsk Territory

E-mail: ekurbatov4@mvd.ru

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОРГАНИЧЕСКИХ КИСЛОТ В ВИНАХ МЕТОДОМ КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА

Аннотация: Статья иллюстрирует преимущества использования метода капиллярного электрофореза для определения органических кислот (щавелевой, винной, лимонной, яблочной, молочной, янтарной, уксусной) в винах: экспрессность анализа, применение простого по составу фонового электролита,

что обуславливает низкую себестоимость анализа, практически полное отсутствие стадии пробоподготовки.

Abstract: The article shows advantages of using capillary electrophoresis technique for the determination of organic acids in wines (oxalic, tartaric, citric, malic, lactic, succinic, acetic). These advantages are express, using the simple background electrolyte which results in the low cost of analysis, practically total absence of sample treatment.

Ключевые слова: органические кислоты, исследование вин, капиллярный электрофорез.

Keywords: organic acids, the study of wines, capillary electrophoresis.

В последние годы в Российской Федерации отмечается увеличение количества фальсифицированной алкогольной продукции, в том числе вин. Фальсификаты не только наносят материальный ущерб государству, но часто опасны для жизни и здоровья потребителей. Выявление обобщенных показателей, таких как титруемые и летучие кислоты, не всегда позволяет установить подлинность вина. Для более точного результата следует определять один из основных контролируемых показателей – качественное и количественное содержание отдельных органических кислот. Для проведения такого анализа экспертно-криминалистические подразделения МВД России применяют методы газовой хроматографии с масс-селективным детектором¹ и высокоэффективной жидкостной хроматографии², каждый из которых имеет определенные недостатки.

Как показывает экспертная практика ЭКЦ ГУ МВД России по Красноярскому краю³, метод ВЭЖХ не всегда обеспечивает полное разделение компонентов вин. Кроме того, специальные хроматографические колонки ВЭЖХ для работы в низких диапазонах рН, используемые для определения органических кислот, недолговечны (одной хватает на проведение анализа 80–100 образцов вин, после чего происходит деградация фазы) и имеют высокую стоимость.

Метод ГХ-МС требует затратной по времени и трудоемкой пробоподготовки – дериватизации в силильные производные. Пробоподготовка одного образца занимает около часа. Это значительно увеличивает время анализа и не исключает потери искомым органических кислот, что может негативно влиять на точность количественного анализа.

Изучение отечественной и зарубежной литературы показало, что при исследовании вин наиболее перспективным является метод капиллярного электрофореза⁴, отличительные черты которого – простота исполнения, низкая себестоимость и экспрессность анализа, отсутствие термического воздействия на анализируемый образец [2, 3]. ЭКЦ сотрудничает с Красноярским центром

¹ Далее – ГХ-МС.

² Далее – ВЭЖХ.

³ Далее – ЭКЦ.

⁴ Далее также – КЭ.

коллективного пользования СО РАН¹, располагающим системой КЭ с диодно-матричным детектором «Agilent^{3D}CEG1600A» («AgilentTechnologies», USA). Использование указанного оборудования повышает эффективность метода капиллярного электрофореза для определения органических кислот в винах.

Благодаря применению гидродинамического давления в работе использовался простой по составу недорогой фоновый электролит с большим сроком хранения (7,5 мМ м-нитробензойная кислота и 7,5 мМ м-нитробензоат натрия, рН = 3,4) [3]. Экспериментально доказано, что срок его хранения превышает 6 месяцев. В то же время фоновый электролит, применяемый согласно существующей методике, имеет сложный состав и хранится не более 10 суток [1].

Применяемая методика является экспрессной, анализ одного образца занимает около 10 минут. При этом пробоподготовка сводится к фильтрованию и разбавлению образца исследуемого вина дистиллированной водой. В ходе проведения исследований подобраны оптимальные условия для разделения органических кислот: щавелевой, винной, лимонной, яблочной, молочной, янтарной, уксусной. Дополнительно установлено, что при этих условиях неорганические анионы не мешают определению анионов искомым органических кислот (рис. 1).

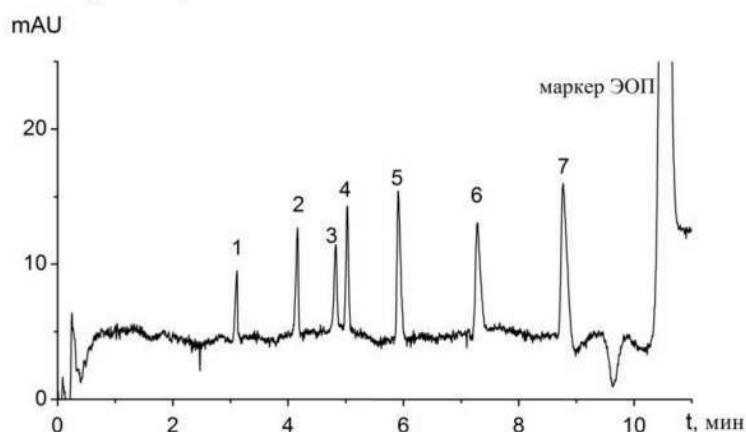


Рис. 1. Электрофореграмма модельной смеси органических кислот. Пики анионов кислот: 1 – щавелевая; 2 – винная; 3 – лимонная; 4 – яблочная; 5 – молочная; 6 – янтарная; 7 – уксусная ($C_{\text{кислот}} = 100 \text{ мг/л}$)

С применением метода капиллярного электрофореза проведен анализ реальных образцов вин, поступивших в ЭКЦ, в результате чего установлено количественное содержание искомым органических кислот с точностью $\pm 0,1 \text{ мг/л}$. Электрофореграмма одного из образцов вина представлена на рис. 2.

¹ Далее – КРЦКП СО РАН.

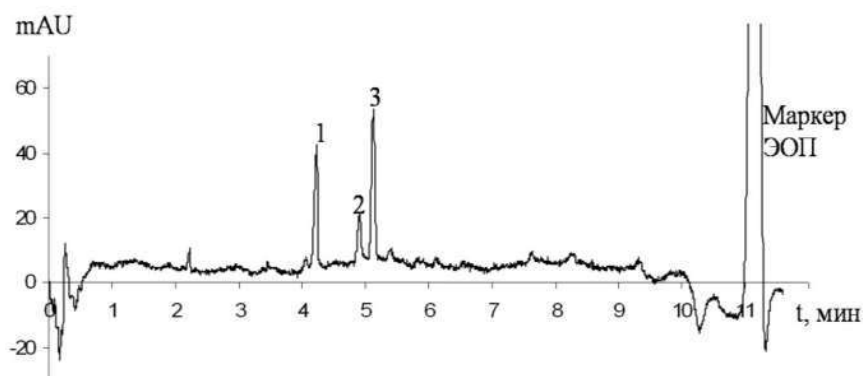


Рис. 2. Электрофореграмма «Портвейна 777», произведенного ЗАО «Нарткалинский пищекомбинат «Вега» (Россия), разбавленного в 5 раз дистиллированной водой. Пики: 1 – винная кислота ($2,4 \pm 0,2$ мг/л); 2 – лимонная кислота ($0,7 \pm 0,1$ мг/л); 3 – яблочная кислота ($1,2 \pm 0,1$ мг/л). В скобках указано расчетное содержание кислот в неразбавленном образце вина

Таким образом, определение содержания органических кислот в винах методом капиллярного электрофореза имеет такие преимущества, как экспрессность анализа, использование простого по составу фонового электролита, что обуславливает низкую себестоимость анализа, практически полное отсутствие стадии пробоподготовки.

Список литературы

1. ГОСТ 52841–2007. Продукция винодельческая. Определение органических кислот методом капиллярного электрофореза. – М.: Стандартинформ, 2007.
2. Руководство по капиллярному электрофорезу / Под ред. А.М. Волощука. – М.: Научный совет РАН по хроматографии, 1996.
3. Сурсякова В.В., Попова О.В., Бурмакина Г.В., Рубайло А.И. Новая методика определения органических кислот в винах методом капиллярного электрофореза // Журнал Сибирского федерального университета. – 2011. – Т. 4 – № 4. – С. 393–400.