



Application Note AN-D-002

Anioni e cationi nella birra

Snellimento dell'analisi delle bevande con la cromatografia ionica

RIASSUNTO

I metodi di analisi delle bevande devono essere rapidi ed efficaci per soddisfare i molti regolamenti sul controllo di qualità. La qualità ottimale del prodotto è fondamentale per il gusto coerente e altre caratteristiche sensoriali nelle bevande prodotte in serie.

Nel caso della birra, la composizione ionica influenza pesantemente il gusto. Ad esempio, i sali di cloruro di potassio portano a un gusto amaro, astringente e saponoso mentre i solfati di magnesio formano sapori più agrodolci. Pertanto, il controllo analitico di anioni e cationi nella birra è fondamentale per garantire la qualità e soddisfare le esigenze dei consumatori.

I principali anioni nella birra sono determinati con precisione con la cromatografia ionica (IC) e il rilevamento della conduttività soppressa, mentre i cationi sono quantificati con conduttività non soppressa. Grazie a un sistema a due canali, è possibile determinare contemporaneamente cationi e anioni nello stesso campione. Per ridurre le fasi di preparazione manuale, i campioni di birra vengono filtrati automaticamente con l'ultrafiltrazione in linea. Funzionalità come la calibrazione automatica e la diluizione logica del campione semplificano tali analisi delle bevande e garantiscono l'analisi rapida dei campioni nei laboratori ad alta produttività.

ANALISI

Campioni di birra di diversi fornitori (ad es. Warsteiner™) sono stati automaticamente diluiti e filtrati attraverso una membrana da 0,22 µm nella cella di ultrafiltrazione (Figura 1). Le concentrazioni di analita al di fuori dell'intervallo di calibrazione vengono diluite con un fattore di diluizione ottimale e analizzate nuovamente con diluizione logica, una caratteristica del software cromatografico MagIC Net. Pertanto, i risultati rientrano sempre nell'intervallo di calibrazione.

Dopo aver eseguito la preparazione del campione in linea, il campione viene iniettato in due canali analitici che analizzano contemporaneamente cationi e anioni sotto condizioni di **eluizione isocratica** (Tabella 1). La conducibilità è un rivelatore universale e sensibile per

determinare tutti gli ioni rilevanti presenti nel campione di birra. Il software MagIC Net offre una calibrazione affidabile e veloce da un'unica soluzione standard iniettando volumi crescenti sulla colonna di separazione (MiPT – Metrohm intelligent Partial Loop Injection Technique). Ciò evita errori di pipettaggio durante la preparazione standard. Inoltre, i campioni possono essere iniettati con il volume di iniezione più adatto. Insieme alle diluizioni logiche, è possibile analizzare in modo affidabile concentrazioni del campione nell'intervallo 1:10.000. L'elevata precisione dei risultati è ottenuta da un adattamento ottimale per i punti di calibrazione (caratteristica: calibrazione alto-basso).

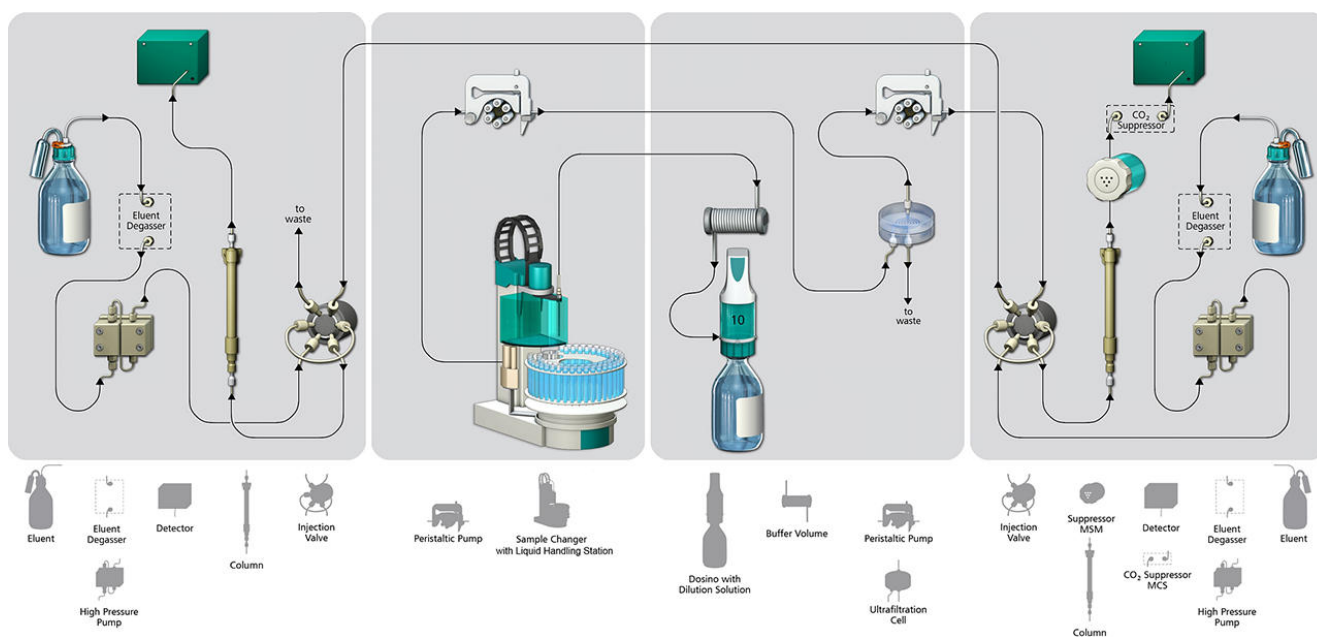


Figure 1. Un autocampionatore (comprese le apparecchiature di filtrazione e diluizione) prepara il campione per due canali di analisi in modo tale che anioni e cationi vengano determinati in parallelo dallo stesso campione. L'IC per l'analisi dei cationi viene visualizzato sul lato sinistro e l'IC utilizzato per l'analisi degli anioni è mostrato sul lato destro.

Tabella 1. Condizioni di misura per la determinazione di anioni e cationi nella birra con cromatografia ionica.

Metodo parametro	Anioni	Cationi
Colonna	Metrosep A Supp 10 - 100/4.0	Metroset C 6 - 150/4.0
Eluente	4 mmol Na ₂ CO ₃ + 6,0 mmol/l NaHCO ₃ + 5,0 µmol/L NaClO ₄	2,3 mmol HNO ₃ + 1,7 mmol/l acido dipicolinico
Portata	0,7 ml/min	0,9 ml/min
Temperatura	30°C	35°C
Iniezione	20 µL	20 µL
Rilevamento	Soppresso conducibilità	Non soppresso conducibilità

RISULTATI

Il potassio è stato identificato come un catione principale in tutti i campioni di birra, mentre la concentrazione di altri cationi (ad es. Na⁺, Ca²⁺, e Mg²⁺) era inferiore a 100 mg/L (**figura 2**). I risultati rivelano l'effetto di K⁺ nella birra, in quanto conferisce un gusto amaro e astringente. Altri ioni come l'ammonio (eluendo tra Na⁺ e K⁺) può anche essere

determinato.

Cloruro, fosfato, nitrato e solfato erano i principali anioni rilevati nella birra (**figura 2**). Il solfito, un comune conservante, può essere determinato insieme ad altri anioni nella stessa corsa (tempo di ritenzione di circa 11 minuti).

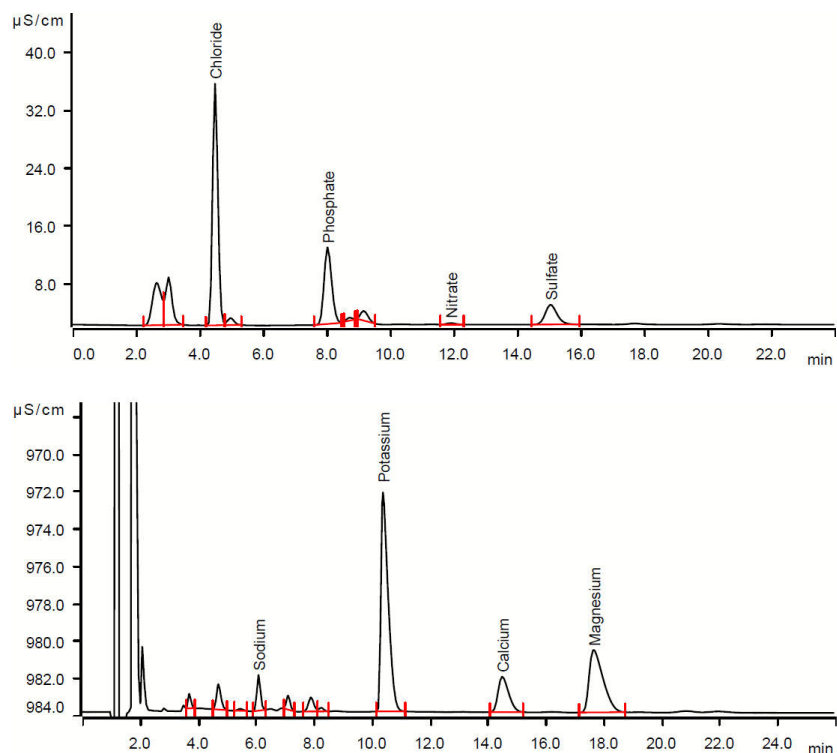


Figure 2. Analisi di un campione di Warsteiner Pils (diluizione 10 volte) contenente cloruro (229 mg/L), fosfato (352 mg/L), nitrato (5 mg/L) e solfato (60 mg/L) come anioni principali (in alto) e sodio (13 mg/L), potassio (365 mg/L), calcio (53 mg/L) e magnesio (56 mg/L) come cationi principali (in basso).

CONCLUSIONE

La cromatografia ionica è una tecnica analitica robusta e diretta per monitorare la produzione di birra e controllarne la qualità. I campioni di bevande vengono diluiti e filtrati automaticamente prima dell'analisi per proteggere il sistema analitico. Tutti gli

anioni e i cationi essenziali vengono quantificati simultaneamente in un'analisi. Funzionalità come la diluizione logica fanno ulteriormente risparmiare tempo e riducono il lavoro manuale.

Internal reference: AW IC BE6-0113-092015

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE

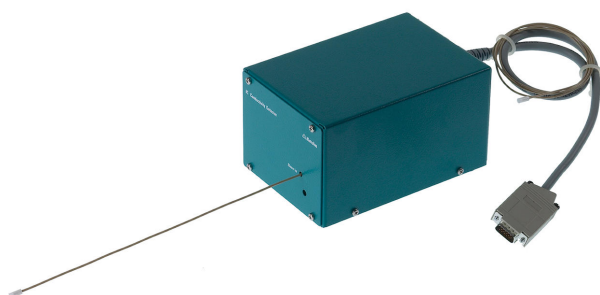


930 Compact IC Flex Oven/SeS/PP/Deg

Il 930 Compact IC Flex Oven/SeS/PP/Deg è l'intelligente strumento Compact-IC con **forno della colonna, soppressione sequenziale e pompa peristaltica** per la rigenerazione del soppressore, nonché **Degasser** incorporato. Lo strumento può essere impiegato con qualsiasi metodo di separazione e di rilevamento.

Campi d'impiego tipici:

- Determinazione di anioni o cationi con soppressione sequenziale e rilevamento della conduttività



IC Conductivity Detector

Rilevatore della conducibilità ad alte prestazioni compatto e intelligente per gli strumenti IC intelligenti. Eccellente stabilità di temperatura, la completa elaborazione del segnale all'interno del blocco del rivelatore protetto e DSP – Digital Signal Processing – di ultima generazione garantiscono la massima precisione della misura. Grazie al range dinamico di lavoro non sono necessari cambiamenti (anche non automatici) del range di misura.



Metrosep A Supp 10 - 100/4,0

La colonna di separazione Metrosep A Supp 10 - 100/4,0 è basata su un copolimero di polistirene/divinilbenzene ad alta capacità con una grandezza delle particelle di soli 4,6 μm . Questa colonna si contraddistingue per l'elevato numero di piatti e l'elevata selettività. Pertanto i solfiti e i solfati possono essere separati in modo sicuro senza l'aggiunta di modificanti organici all'eluente. A queste proprietà si aggiunge l'elevata flessibilità in termini di temperatura della colonna, portata e composizione dell'eluente.

La struttura robusta, l'eccellente rapporto prezzo-prestazioni e le ottime prestazioni di separazione, combinati con moderati tempi di analisi cromatografica, rendono la Metrosep A Supp 10 - 100/4,0 una colonna di separazione anionica microbore per tutti i tipi di applicazione.



Metrosep C 6 - 150/4,0

L'alta capacità del materiale C 6 rende la colonna di separazione Metrosep C 6 - 150/4,0 la soluzione ottimale per la separazione di cationi standard con elevate differenze di concentrazione in tempi di reazione ragionevoli. Con questa colonna è possibile determinare le acque potabili a basso contenuto di ammonio.



858 Professional Sample Processor

L'858 Professional Sample Processor per il trattamento di campioni con volumi compresi tra 500 µL e 500 mL. Il trasferimento del campione avviene o attraverso la pompa peristaltica del sistema 850 Professional IC o tramite un 800 Dosino.



941 Eluent Production Module

Il 941 Eluent Production Module consente la produzione automatica di un eluente. Consente il funzionamento continuo senza intervento manuale e garantisce tempi di ritenzione stabili. È compatibile con tutti gli strumenti Metrohm IC e viene controllato da Magic Net.



800 Dosino

800 Dosino è un drive con hardware di scrittura/lettura per Unità di dosaggio intelligenti. Con cavo fisso (150 cm).



Rotore MSM A

Rotore del soppressore per tutti gli strumenti IC con MSM



Equipaggiamento IC: diluizione in linea

Kit di accessori per diluizione in linea. Per l'utilizzo con l'858 Professional Sample Processor, l'800 Dosino e il 741 Magnetic Stirrer.