

ANÁLISIS DE TRAZAS DE AZUFRE Y AZUFRE TOTAL EN EL CO₂ DE BEBIDAS CARBONATADAS

- Especies de Azufre y Azufre Total en un único análisis
- Resultados en menos de 10 minutos
- Alta sensibilidad, excelente linealidad
- No hay interferencia con la matriz de CO₂

Palabras clave:

Trazas de azufre, bebidas carbonatadas, CO₂, SCD, Quimioluminiscencia

INTRODUCCIÓN

Las directrices establecidas para la industria de la alimentación y bebidas sobre las impurezas de azufre en el dióxido de carbono cada vez son más estrictas.

La ISBT (Sociedad Internacional de Tecnólogos de Bebidas) apunta un contenido máximo de 100 ppb para las especies individuales, tales como COS e hidrogenosulfuro en bebidas carbonatadas. Al mismo tiempo, indica que el azufre total no puede exceder de 100 ppb. Estos límites exigen que los laboratorios tengan la capacidad de medir 20 ppb o menos, tanto para el límite de especies individuales de azufre como para el azufre total. Cumplir con este doble requisito generalmente requiere tener dos soluciones analíticas en el laboratorio.

AC ha desarrollado una solución única que combina el análisis de azufre total y el de especies individuales, en un único, cómodo y rápido análisis de 10 minutos, a los niveles de detección especificados, ahorrando espacio y proporcionado resultados precisos.

DESCRIPCIÓN DEL SISTEMA

La muestra se introduce en el sistema a través de una válvula de inyección de gases inerte Hastelloy C. Con el fin de minimizar la superficie de adsorción de las especies de azufre - en particular de H₂S - el sistema está configurado con materiales especiales desactivados al azufre. Las válvulas de doble inyección alternan la inyección a las diferentes columnas, ambas conectadas a un detector.

Los componentes de interés se detectan por Detección de Quimioluminiscencia de Azufre (SCD). El SCD es muy sensible y selectivo para el azufre y no se ve afectado por la presencia de la matriz de CO₂. Además, la detección por quimioluminiscencia tiene una linealidad y equimolaridad excelentes comparada con la de otros detectores específicos de azufre.

Las especies de azufre y el azufre total se pueden analizar en menos de 10 minutos en un sólo análisis. La figura 1 muestra el cromatograma a nivel de ppm. Son detectados los siguientes componentes: H₂S, COS, MeSH, EtSH, DMS y CS₂. Se pueden añadir el SO₂ y otros componentes, pero no se muestran aquí.

El sistema se puede utilizar en modo de análisis de 2 minutos para el azufre total apareciendo únicamente el pico de azufre total, en modo combinado (véase la Figura 1 y 2) o simplemente en modo para especies de azufre (Figura 3). El tiempo de análisis de estos dos últimos modos es menor a 10 minutos.

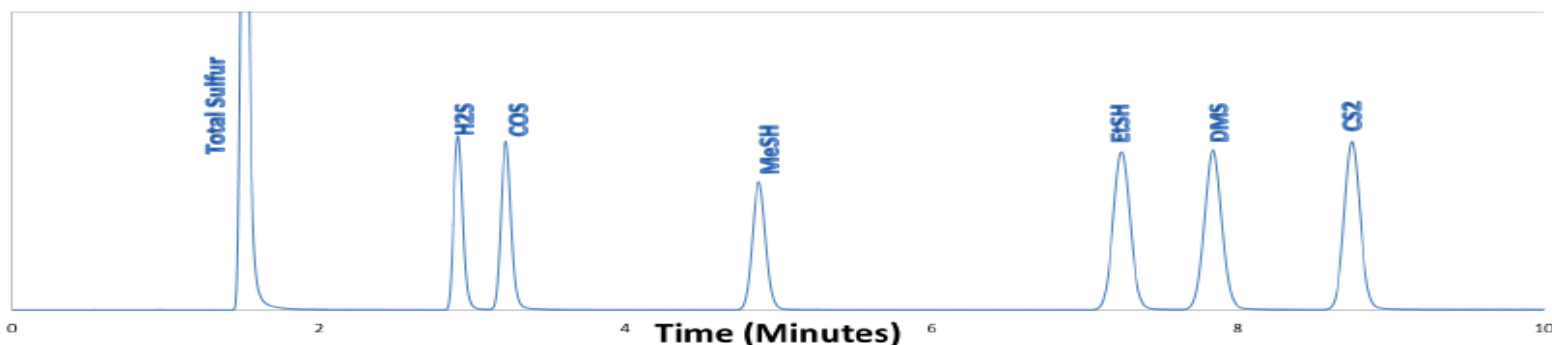


Figura 1. Azufre Total y especies de azufre en 1 análisis. Mezcla de especies de azufre de 5-10 ppm mol de cada especie.

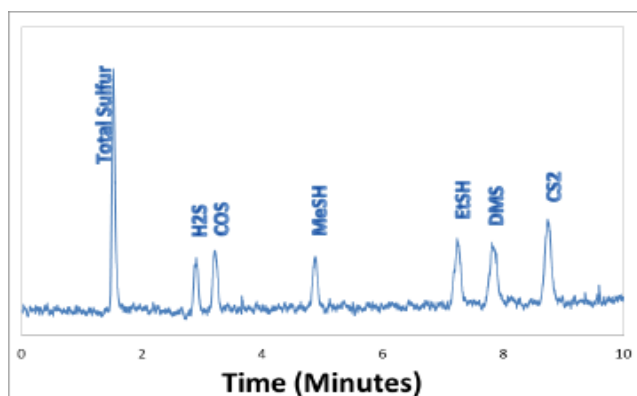


Figura 2. Cromatograma típico de análisis combinado de azufre total y de especies de azufre en CO₂ en el rango de trabajo (20-50 ppb de cada especie, 270 ppb en total)

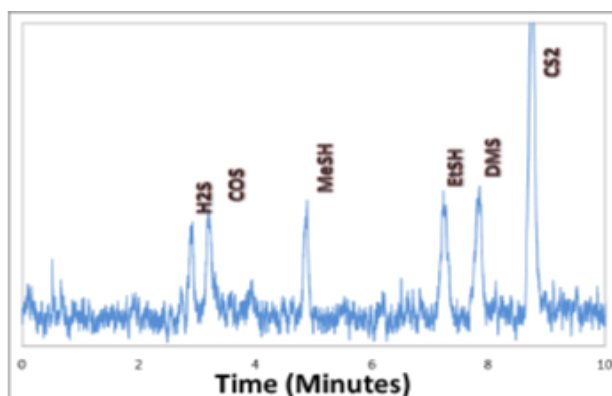


Figura 3. Cromatograma típico de análisis de especies de azufre en CO₂ (nivel de 5-10 mol ppb, excepto el CS₂)

RESULTADOS

Las figuras 2 y 3 muestran el rango de calibración de trabajo (Fig. 2) y aproximadamente el límite de detección (Fig. 3). Véase que en la figura 3 el modo de azufre total está apagado y sólo se reportan las distintas especies individuales.

Linealidad

Tanto para especies como para azufre total tiene un rango dinámico lineal mayor de 3 órdenes de magnitud.

Calibración

Para una precisión óptima en la calibración, opcionalmente el sistema se puede configurar con un dispositivo de permeación integrado. Este dispositivo integrado no ocupa espacio en el laboratorio y es más flexible para generar diferentes niveles de calibración para distintos componentes. Además, generalmente crea mezclas de calibración con mayor precisión para los valores de interés.

También evita tener que buscar los cilindros con baja concentración en componentes de azufre en CO₂ que a menudo son poco fiables.

Equimolaridad

La Tabla 1 presenta los datos de equimolaridad del sistema. Como puede verse, el SCD demuestra una equimolaridad excelente que no se ve perturbada por la elución de CO₂ o la programación del horno.

	Conc. (ppm Mole)	Equimolarity Relative Bias (%)
H ₂ S	7.1	9.0
COS	7.0	-1.5
MeSH	7.0	0.6
EtSH	10.9	-0.9
DMS	10.9	-4.7
CS ₂	5.3	-2.5

Tabla 1. Datos de equimolaridad del sistema.

Precisión

Los datos de precisión se presentan en la tabla 2 y en la figura 4. Incluso a niveles bajos de ppb los valores de RSD se encuentran dentro del 10%, resultado excelente teniendo en cuenta la naturaleza de los componentes.

Como cabe esperar, el azufre total medido como un solo pico tiene mayor precisión (<1%) que el azufre total medido como suma de las especies individuales (4%). La ausencia de las múltiples variaciones de integración en el nivel bajo de ppb da lugar a una mayor precisión de azufre total medido como un solo pico.

El valor calculado en los dos modos de análisis se obtuvo de forma idéntica.

	Conc. (ppb Mole)	RSD (%) (n=11)
Total Sulfur	241	0.9
H2S	36	6.2
COS	35	8.4
MeSH	35	8.4
EtSH	55	5.3
DMS	55	6.6
CS2	27	4.9
Σ Sulfur	241	4.1

Tabla 2: Precisión a niveles de trabajo (30-50 ppb por cada especie)

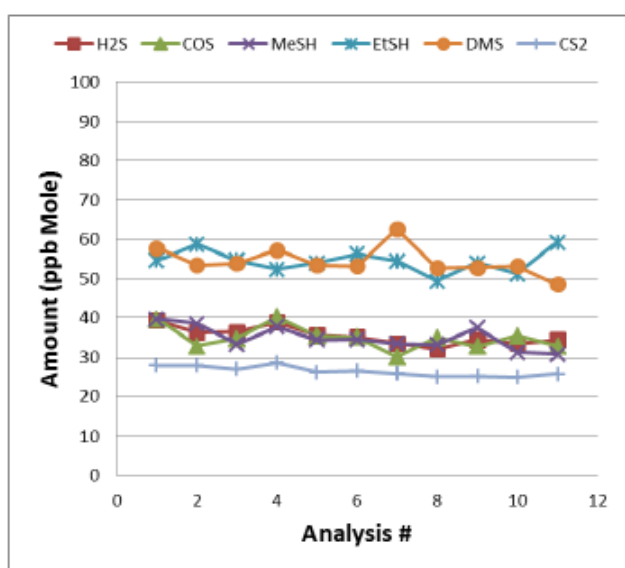


Figura 4: Precisión a niveles de trabajo (30-50 ppb por cada especie)

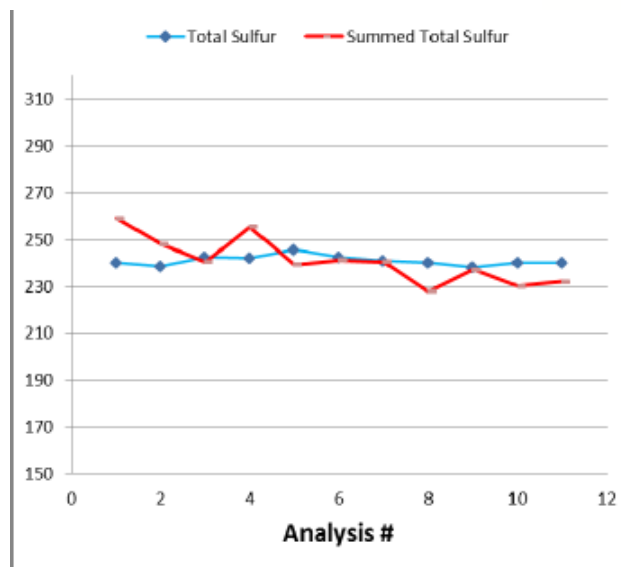


Figura 5: Precisión para Azufre Total analizado como un solo pico (azul) frente a Σ Azufre Total (rojo)

CONCLUSIÓN

Solución única para el análisis combinado de las especies de azufre en bebidas carbonatadas. A diferencia de cualquier otro sistema, la solución de AC se puede configurar para proporcionar datos de azufre total y especies en una sólo análisis de 10 minutos o bien obtener el valor de azufre total en sólo 2 minutos. Los resultados señalan que la sensibilidad, equimolaridad, precisión y exactitud del sistema lo convierten en una solución rápida y de fácil manejo para el control de calidad de las bebidas carbonatadas en todo el mundo.

Typical LDL (3*N)	Below 20 ppb Mole speciated S Below 20 ppb Mole Total S
Linear Range	10 ³
Matrix	Beverage Grade CO ₂
Precision	Below 10% RSD
Analysis Time	10 min – Total + Speciated Sulfur 2 min – Total Sulfur

Tabla 3. Análisis para las especificaciones de Especies de Azufre & Azufre Total

PARA MÁS INFORMACIÓN:



GALLPE-AC
Soluciones y Servicios Profesionales, S.L.

Apartado 287
28400 Collado Villalba (Madrid)
Tel.: 91 849 90 18 • Fax: 91 849 90 24
www.gallpe.com • info@gallpe.com