

Methanol in Softdrinks

Kontrolle der Kaltentkeimung mit DMDC

Applikation APP-PHM-0004

Allgemeines

Dimethyldicarbonat (DMDC, E242, INS 242) kann entsprechend nationaler Gesetze oder Vorschriften zur Kaltentkeimung von unterschiedlichen Getränken eingesetzt werden. DMDC zerfällt (hydrolysiert) schon nach kurzer Zeit im Getränk vollständig zu Kohlendioxid und Methanol (MeOH). Dabei entstehen aus 250 Teilen DMDC 120 Teile MeOH (Faktor 0.48). Diese Applikation beschreibt eine photometrische Bestimmung des aus DMDC entstandenen Methanols in Getränken. Dabei werden die möglichen Störungen des Tests durch Getränkeinhaltsstoffe (Oxidations- und Reduktionsmittel, z.B. Ascorbinsäure) berücksichtigt.

Methode

Bestimmung des Methanolgehaltes in Softdrinks: Das Enzym Alkoholoxidase katalysiert die Reaktion von Alkohol mit Wasser und Sauerstoff zu Acetaldehyd und Wasserstoffperoxid. Das entstandene Wasserstoffperoxid bildet mit Aminophenazon und einem Benzoesäurederivat, katalysiert durch eine Peroxidase, einen roten chinoiden Farbstoff. Dieser wird im Photometer gemessen. Der pH-Wert der Probe muss zwischen 2 und 6 liegen.

Material

LPV422.99.00001	Spektralphotometer DR 2800 oder
LPV424.99.00001	Spektralphotometer DR 3800 oder
LPV408.99.00001	Spektralphotometer DR 5000 oder
LPV440.99.00011	Spektralphotometer DR 3900 oder
LPV441.99.00011	Spektralphotometer DR 6000
LCK300	Küvettentest Alkohol
LCX300	Methanol (6g/l) oder
	Methanol p.A. 99.8%
LTV073	Thermostat LT20 oder Wasserbad bzw. Temperierschrank 20°C

Bei erstmaliger Verwendung des DR 2800 / DR 3800 / DR 5000 / DR 3900 / DR 6000:

Laden Sie die zusätzliche Auswertung als Applikation Methanol in Softdrinks APP-PHM-0004 aus dem Internet herunter.

- Wählen Sie unter **www.hach-lange.de** **LCK300** und **Dokumente und Software** die Applikation **Methanol in Softdrinks** aus und speichern Sie diese auf ihrem Rechner.
- Öffnen Sie die gezippte Datei mit einem Doppelklick und speichern Sie den für Ihr Photometer benötigten Ordner auf einen USB Stick
- DR 2800 / DR3800 dbhlc
- DR 5000 dbhl
- DR 3900 dbhlm
- DR 6000 dbhlh
- Nehmen Sie den USB Stick und laden Sie die Applikation auf ihr Photometer.
- In der PDF Datei finden Sie die Applikation mit ausführlicher Beschreibung.

Für weitere Information beachten Sie bitte die Bedienungsanleitung des Photometers.

Durchführung der Alkohol-Bestimmung

Proben

Erforderlich

- Probe 1: 50 ml Getränkezubereitung vor DMDC Zugabe
- Probe 2: 50 ml Getränkezubereitung nach Quarantänezeit
- Probe 3: 10 ml von Probe 1 (vor DMDC Zugabe) aufgestockt mit 120 mg/l Methanol

Probenvorbereitung

- Kohlensäurehaltige Proben entgasen (1 Minute unter Rühren)
- 10 ml von Probe 1 mit 0.2 ml Methanol Stammlösung (6 g/l) versetzen (=Probe 3; Ansatz und Test der Stammlösung siehe Anhang)
- Proben 1, 2 und 3 je 1:5 mit destilliertem Wasser verdünnen (1 ml Probe + 4 ml destilliertes Wasser). Der Messbereich beträgt damit 10-150 ppm Methanol (was ursprünglich aus 21 – 310 ppm DMDC entstanden ist).
- Falls die Proben Trübung enthalten jeweils 10 ml mit Membranfiltrationssatz LCW 916 filtrieren

Analysengang

- Wasserbad oder Thermostaten/Temperierschrank auf 20°C einstellen, anschalten und ca. 30 min laufen lassen.
- Drei Küvetten aus LCK300-Packung entnehmen, mit P1, P2 und P3 beschriften

- Schraubdeckel abnehmen, verwerfen und DosiCap aufschrauben.
- Inhalt des DosiCaps durch 4-5 maliges Umschwenken lösen. Nicht heftig schütteln, da der Ansatz stark schäumt!
- Das DosiCap wieder abschrauben und jeweils 0,2 ml der vorbereiteten Proben zupipettieren. Küvette wieder mit dem DosiCap verschließen.
- Den Inhalt der Küvette durch 4-5 maliges Umschwenken mischen. Wiederum nicht schütteln, da der Ansatz stark schäumt!
- Küvetten sofort in das Wasserbad/ den Thermostaten / den Temperierschrank stellen.
- Stoppuhr auf 45 min stellen und starten.
- Am Messgerät den Anwendertest DMDC anwählen
- Nach 45 Minuten unmittelbar vor der Messung mit der Nullküvette aus der Packung nullen.
- Testküvetten aus dem Wasserbad/Thermostaten/ Temperierschrank entnehmen, gut säubern und messen.

Auswertung

Das Ergebnis wird nach Messen von P3 direkt in **ml/hl DMDC** angezeigt.
Die zusätzliche Anzeige **% Ausbeute** dient nur zur Beurteilung der Anwendbarkeit des Verfahrens für die spezielle Getränkeprobe und sollte zwischen 80% und 120% liegen.



LANGE

UNITED FOR WATER QUALITY

Anhang:

Stammlösung Methanol, 6 g/l

Es wird eine Stammlösung aus 99.8% Methanol in destilliertem Wasser hergestellt.

- Einen 100 ml Messkolben mit ca. 80 ml destilliertem Wasser befüllen, auf eine Waage stellen und auf 0 tarieren.
- Genau 0.600 g Methanol (99.8%) mittels einer Pipette zugeben.
- Anschließend den Messkolben mit destilliertem Wasser auf 100 ml auffüllen.

Test der Methanol-Stammlösung

- 0.200 ml der Methanol-Stammlösung (6 g/l) in einen 50 ml Messkolben geben und mit destilliertem Wasser bis zur Markierung auffüllen.
- Den Küvettestest LCK300 anhand der Arbeitsvorschrift ausführen mit 0.2 ml aus der Verdünnung als Probe.
- Nach der Reaktionszeit von 45 Minuten den Anwendertest Methanol am Photometer auswählen.
- Das Gerät mit der Nullküvette nullen und anschließend die Testküvette mit der verdünnten Stammlösung messen. Das Ergebnis muss $24 \pm 2 \text{ mg/l}$ betragen.

Beispiel aus der Praxis:

Getestet wurden eine Apfelsaftschorle, eine Waldfruchtschorle und ein Wellnessgetränk.

Kalkulation DMDC MeOH	Milde Apfelschorle	Apfel-Waldfrucht	Wellness Getränk
Fruchtsaftgehalt	60%	55%	3%
Zusätze	Zitronensaft Kohlensäure natürliches Aroma	Zitronensaft Kohlensäure natürliches Aroma	Zitronensaft Kohlensäure natürliches Aroma diverse Zucker Mate-Extrakt Citronensäure Ascorbinsäure Grüntee-Extrakt Vitaminmischung
Farbe	gelb	rot	hellgelb
MeOH Wiederfindung:	100,5%	93,7%	-1,4%
DMDC bedingter MeOH-Gehalt der Probe	113,5 mg/l	113,3 mg/l	Nicht anwendbar
C Zusatz zur Abfüllung:	20,6 ml/hl	20,34 ml/hl	22,55 ml/hl
Theoretischer DMDC bedingter MeOH-Gehalt der Probe	ca. 120 mg/l	ca. 120 mg/l	ca. 130 mg/l
Analyse vergleichbarer Proben mittels Dampfdruckgaschromatographie brachten folgende Ergebnisse: (MeOH Mittelwert)	110 mg/l	99 mg/l	wurde nicht bestimmt

Ergebnis:

- Diese Methode zur Bestimmung der Methanolkonzentration kann für die Fruchtsaftschorlen aber nicht für das Wellnessgetränk verwendet werden, da die Zusatzstoffe des Wellnessgetränkes die Bestimmung stören.
- Der ermittelte Methanolgehalt der Fruchtsaftschorlen mit dieser Methode stimmt innerhalb tolerierbarer Grenzen ($\pm 10\%$) mit den Werten aus der Dampfdruckgaschromatographie überein.
- Die mit dieser Methode bestimmte DMDC bedingte Methanolkonzentration der Fruchtsaftschorlen stimmt innerhalb tolerierbarer Grenzen ($\pm 10\%$) mit den theoretisch erwarteten Konzentrationen überein.

Entsorgungshinweise

Die Entsorgung muss in Übereinstimmung mit den örtlichen und nationalen gesetzlichen Bestimmungen erfolgen.



LANGE

UNITED FOR WATER QUALITY