

应用顶空—毛细柱气相色谱法测定啤酒中双乙酰、戊二酮

应用

作者

白云霏^[1] 王浩^[2] 那顺^[2]

^[1]中国农业大学食品科学与营养工程学院;

^[2]安捷伦科技中国有限公司

说明

双乙酰（丁二酮）、2,3-戊二酮是啤酒发酵过程的自然副产物。发酵工艺控制不当或微生物受到污染时，都将导致啤酒 2,3-戊二酮含量的增高，并使啤酒产生令人讨厌的“馊饭味”，将可能导致再生或倒酒，从而成为不符合国标的废品。测量这两种物质的含量有助于控制完全和适当的发酵。本实验通过顶空气相色谱 (HS-GC) 技术，通过电子捕获检测器 (μ ECD) 检测双乙酰和戊二酮含量，方法灵敏度、重复性、定量线性均达到良好效果，基质适应性广，测定准确性能够得到很好的保证。



Agilent Technologies

仪器

安捷伦 7890A 气相色谱仪、电子捕获检测器 (μ ECD)、安捷伦 7697A 顶空自动进样器 (111 位样品盘)。

试剂

标准品 (双乙酰、2,3-戊二酮) 由燕京啤酒集团技术中心提供、各级浓度标准物质采用 4% 乙醇配制 (色谱级乙醇、milli Q 超纯水系统制实验用水)

顶空条件

| | |
|---------|-------------------------------------|
| 顶空瓶及上样量 | 20 ml 顶空瓶; 5 ml/min |
| 加热箱 | 50 °C |
| 平衡时间 | 30 min |
| 定量环温度 | 100 °C |
| 萃取模式 | 单次萃取 |
| 传输管线 | Silcotek 熔融石英毛细管, 内径 530 μ m |

| | |
|-------|------------------|
| 传输线温度 | 110 °C |
| 加压 | 15 psi, 保持 1 min |
| 进样量 | 1 ml |
| 进样时间 | 0.1 min |

色谱条件

| | |
|-------|--|
| 色谱柱 | J&W 125-5065 DB-5 60 m*0.53 mm*5 μ m |
| 进样口设置 | 分流 1:1 120 °C |
| 载气 | 高纯氮气 (>99.999%) |
| 衬管部件号 | 18740-80200 (HS 专用) |
| 柱流量 | 恒流 10 ml/min |
| 柱温程序 | 45 °C 2 min \rightarrow 150 °C (10 °C/min) |
| 检测器设置 | μ ECD 150 °C |
| 尾吹 | 高纯氮气 30 ml/min |
| 采集频率 | 50 Hz/0.004 min |

标准品及啤酒样品中双乙酰、戊二酮色谱图

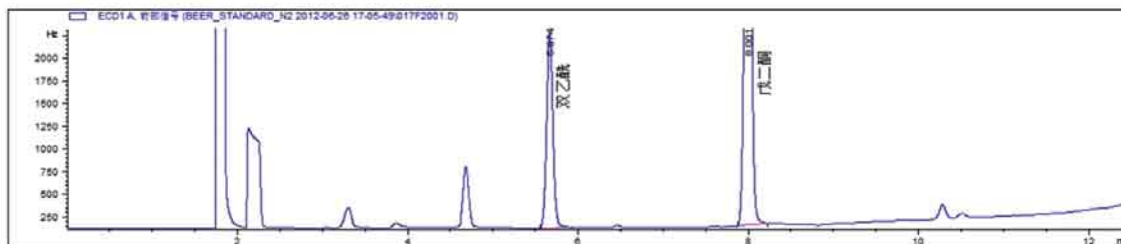


图 1. 标准品色谱图

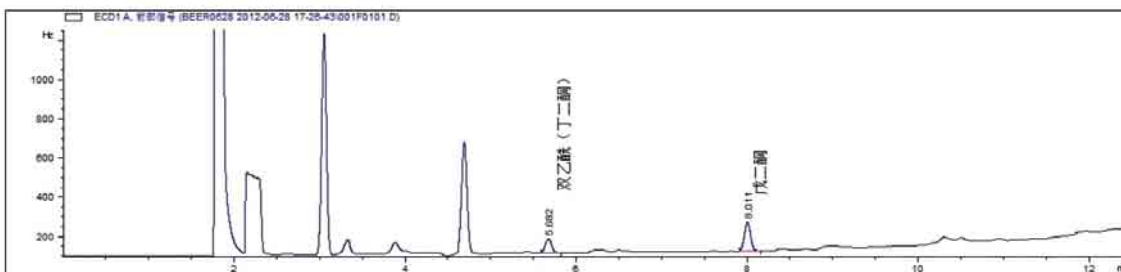


图 2. 啤酒样品中双乙酰、戊二酮色谱图

方法的精密度

以啤酒样品为代表进行方法精密度分析 (n=6), 重复测定色谱图如下:

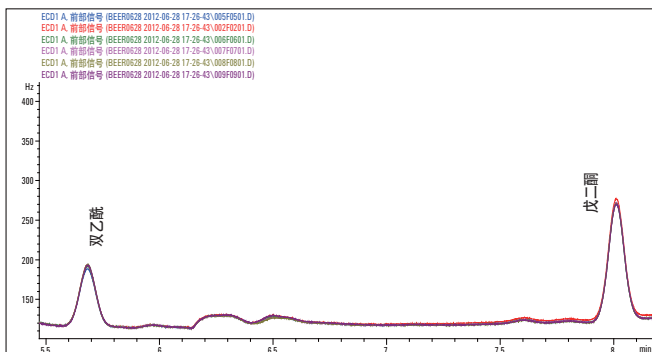


图 3. 啤酒样品中双乙酰、戊二酮重复测定色谱图

表 1. 峰面积重复性

| | 双乙酰 | 戊二酮 |
|---------|-------|-------|
| 1 | 595.4 | 879.8 |
| 2 | 578.6 | 858.2 |
| 3 | 583.3 | 869.7 |
| 4 | 569.9 | 869.5 |
| 5 | 556.9 | 850.3 |
| 6 | 563.6 | 857.7 |
| RSD (%) | 2.4 | 1.2 |

表 2. 保留时间重复性

| | 双乙酰 (min) | 戊二酮 (min) |
|---------|-----------|-----------|
| 1 | 5.682 | 8.011 |
| 2 | 5.683 | 8.011 |
| 3 | 5.683 | 8.011 |
| 4 | 5.683 | 8.011 |
| 5 | 5.684 | 8.011 |
| 6 | 5.684 | 8.012 |
| RSD (%) | 0.01 | <0.01 |

方法线性

采用双乙酰、戊二酮混标配制成 0、25、50、100、200、500 µg/L 标准溶液, 根据标准系列浓度和对应的峰面积采取外标法绘制双乙酰、戊二酮标准工作曲线, 达到良好线性, 能满足准确定量的要求, 如下图:

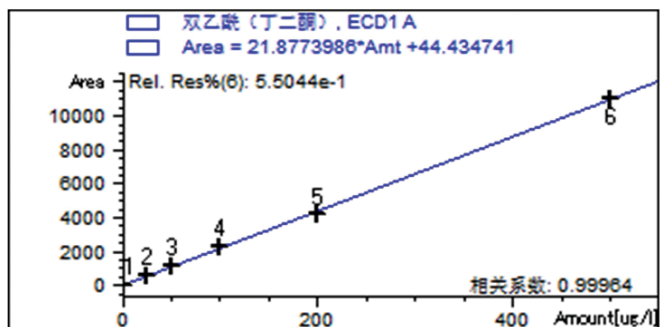


图 4. 双乙酰校正曲线

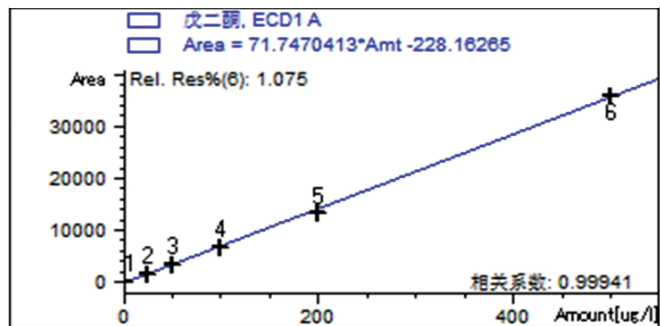


图 5. 戊二酮校正曲线

不同啤酒样品中双乙酰、戊二酮含量

选取市售啤酒样品若干进行双乙酰和戊二酮测试, 测定结果取三次均值, 如下表:

表 3. 市售部分啤酒样品中双乙酰、戊二酮含量

| | 双乙酰 ($\mu\text{g/L}$) | 戊二酮 ($\mu\text{g/L}$) |
|-------|-------------------------|-------------------------|
| 啤酒样 1 | 12.98 | 11.65 |
| 啤酒样 2 | 14.83 | 10.89 |
| 啤酒样 3 | 24.32 | 14.03 |
| 啤酒样 4 | 40.80 | 19.82 |
| 啤酒样 5 | 7.85 | 6.41 |
| 啤酒样 6 | 20.00 | 15.63 |
| 啤酒样 7 | 17.61 | 9.92 |

不同厂家及产品种类的啤酒中双乙酰含量从约 7 $\mu\text{g/L}$ 到 40 $\mu\text{g/L}$ 不等、戊二酮含量从约 6 $\mu\text{g/L}$ 到 20 $\mu\text{g/L}$ 不等，可见双乙酰、戊二酮含量与产品生产工艺条件及产品种类等因素密切相关，具体每种啤酒样品中二者含量都可以用本方法准确定量。

结论

方法实验和样品测试证明，采用安捷伦 7697A 顶空自动进样器+7890A 气相色谱系统能够简便、准确、精密地完成啤酒中双乙酰及戊二酮含量的测定，方法线性良好，完全能保证样品中目标物测定，满足相关研究单位检测任务及企业产品质量控制要求。

市售啤酒样品由于不同生产厂家、产品种类、工艺技术等条件，有不同的双乙酰及戊二酮含量，每种啤酒样品中二者含量都可以用本方法准确定量，为其含量差距产生原因、发酵过程中变化及对产品品质控制中影响的研究提供基础。

www.agilent.com/chem

安捷伦对本资料中出现的错误，以及由于提供或使用本资料所造成的相关损失不承担责任。

本资料中涉及的信息、说明和性能指标，如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技公司，2012
2012 年 10 月 23 日中国印刷
5991-1563CHCN