

# 顶空 - 气相色谱法测定啤酒中双乙酰和 2,3- 戊二酮含量

GC-170

**摘要：** 本文利用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪结合 HS-10 顶空自动进样器，建立了啤酒中双乙酰及 2,3-戊二酮的检测方法。采用外标法定量，在 10~200 ng/mL 浓度范围内建立标准曲线，线性关系良好，各化合物的相关系数 R 大于 0.999。啤酒样品中均含有这两种化合物，选择某啤酒作为基质样品，对样品进行 6 次平行测试，测定各化合物峰面积的重复性 RSD % 均小于 2.5%。添加混合标准溶液低中高三个浓度，平均回收率 107.8%~118.3% 之间。该方法操作简单，灵敏度高，分析时间短，可用于啤酒中双乙酰及 2,3- 戊二酮的检测。

**关键词：** 气相色谱法 顶空进样 啤酒 双乙酰 2,3- 戊二酮

啤酒发酵过程中可能会生成双乙酰 (2,3- 丁二酮) 及 2,3- 戊二酮 (两者总称为 vicinal diketone: VDK) ，VDK 超过一定浓度时啤酒会产生俗称为黄油糖味的气味。双乙酰的闻味阈值为 8.6 ppb，太过强烈的双乙酰味道会有刺激并令人不适的味道。因此，为了不影响

啤酒的风味，VDK 浓度的控制至关重要。

本文利用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪结合 HS-10 顶空自动进样器，建立了啤酒中双乙酰及 2,3-戊二酮的检测方法。该方法操作简单，灵敏度高，分析时间短，可用于啤酒中双乙酰及 2,3- 戊二酮的检测。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

仪器：Nexis GC-2030 气相色谱仪

进样器：HS-10 顶空自动进样器

### 1.2 试剂

实验用水：Volvic 矿泉水。

### 1.3 分析条件

HS-10 条件：

恒温炉温度：40°C

恒温时间：40 min

样品流路温度：90°C

传输线温度：95°C

Nexis GC-2030 条件：

色谱柱：SH-Rtx-624, (60 m × 0.32 mm × 1.8 μm)

柱温程序：50°C\_5°C/min\_120°C (6 min) 进样口温度：120°C

恒线速度控制：40 cm/s

进样方式：分流进样 (分流比为 5:1) ECD 温度：130°C

### 1.4 样品前处理

啤酒超声脱气，用啤酒稀释标准品至不同浓度，取 5 mL 置于顶空瓶内密封，进行顶空分析，制作标线。取 6 个顶空瓶，分别加入 5 mL 啤酒样品，顶空气相分析，用于重复性考察。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准溶液色谱图

双乙酰和 2,3- 戊二酮的色谱图见图 1，相关化合物信息见表 1。

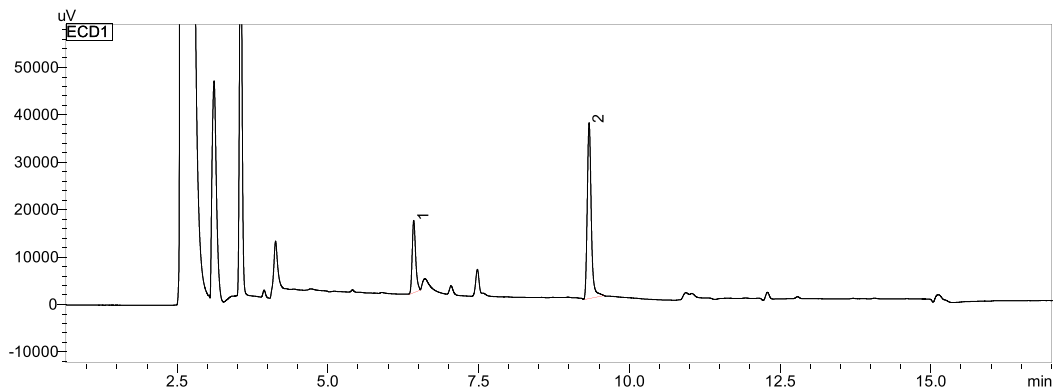


图 1 双乙酰和 2,3- 戊二酮的色谱图

表 1 双乙酰和 2,3- 戊二酮的化合物信息

No.	化合物	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	双乙酰	2,3-Butanedione	431-03-8	6.432
2	2,3- 戊二酮	2,3-Pentanedione	600-14-6	9.340

### 2.2 标准曲线

使用超声脱气后啤酒作为溶剂配制标准混合溶液，标准储备液稀释至 10、25、50、100、150 和 200 ng/mL 浓度系列。分别准确吸取 5mL 各标准溶液至顶空瓶中，立即盖上瓶盖摇匀后，上机分析。以峰面积为纵坐标，浓度 (ng/mL) 为横坐标，绘制标准曲线，部分目标化合物标准曲线如图 2 所示，各组分标准曲线线性范围和相关系数如表 2 所示。

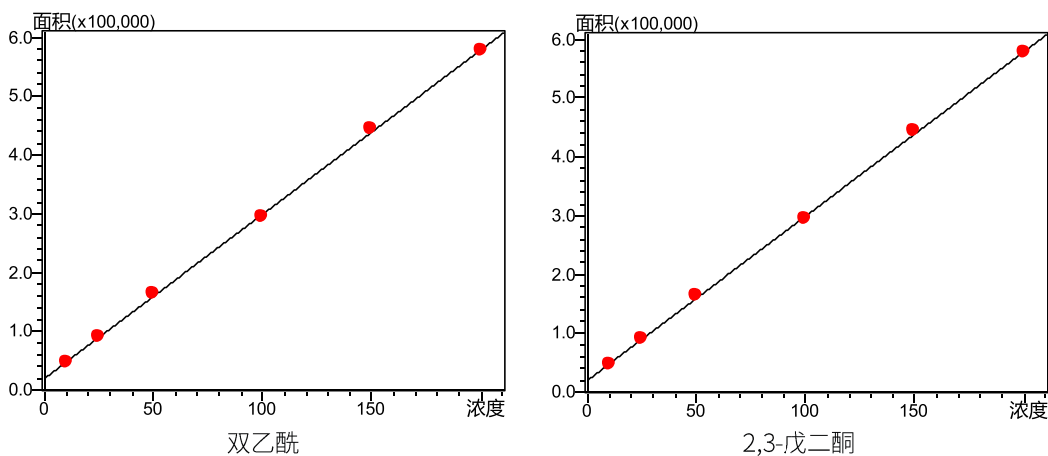


图 2 双乙酰和 2,3- 戊二酮的标准曲线

表 2 浓度范围、相关系数

No.	化合物	浓度范围 (ng/mL)	相关系数
1	双乙酰	10~200	0.999
2	2,3- 戊二酮	10~200	0.999

### 2.3 实际样品重复性和加标回收实验

对某啤酒样品中的双乙酰及 2,3- 戊二酮进行 6 次平行测定, 结果表明双乙酰及 2,3- 戊二酮峰面积 RSD% 均小于 2.5%; 保留时间 RSD% 均小于 0.01%, 啤酒样品谱图结果如下图 3 所示, 重复性结果如图 4、5 所示。

以该样品为基质样品, 添加混合标准溶液, 添加浓度 20、50 和 150 ng/mL 三个浓度, 考察加标回收情况。实验结果表明各组分的加标回收率在 107.8%~118.3% 之间, 结果如下图表 3 所示。

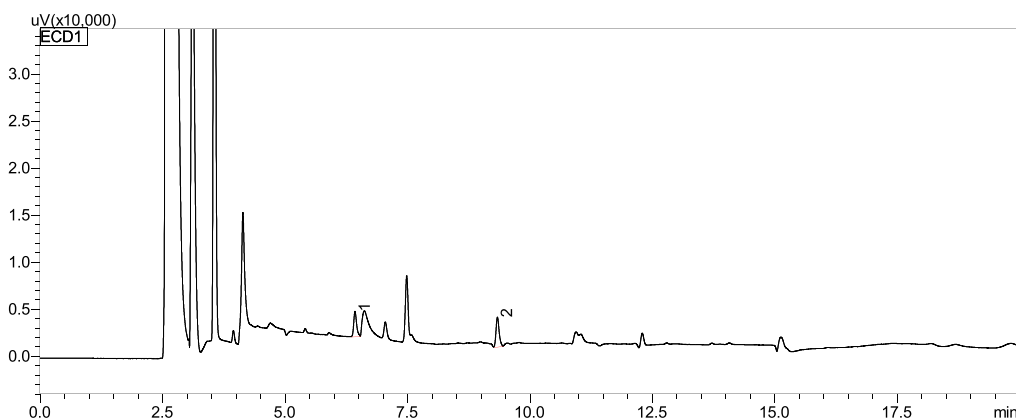


图 3 啤酒样品谱图

□ <> 定量结果视图 ID# 1 双乙酰						
Data#	数据文件名	样品类型	级别号	保留时间	面积	高度
1	啤酒RE-1. god	未知	0	6.434	10,635	2,658
2	啤酒RE-2. god	未知	0	6.435	10,366	2,552
3	啤酒RE-3. god	未知	0	6.435	10,870	2,698
4	啤酒RE-4. god	未知	0	6.435	10,416	2,562
5	啤酒RE-5. god	未知	0	6.435	10,861	2,655
6	啤酒RE-6. god	未知	0	6.435	10,786	2,659
	平均			6.435	10,656	2,631
	%RSD			0.004952	2.086362	2.250273
	最大			6.435	10,870	2,698
	最小			6.434	10,366	2,552
	标准偏差			0.000319	222.315811	59.197220

图 4 啤酒中双乙酰保留时间和峰面积重复性

定量结果视图 ID# 2 2,3-戊二酮

Data#	数据文件名	样品类型	级别号	保留时间	面积	高度
1	啤酒RE-1.gcd	未知	0	9.344	13,576	3,114
2	啤酒RE-2.gcd	未知	0	9.344	12,979	2,994
3	啤酒RE-3.gcd	未知	0	9.344	13,491	3,095
4	啤酒RE-4.gcd	未知	0	9.344	13,035	2,997
5	啤酒RE-5.gcd	未知	0	9.344	13,332	3,066
6	啤酒RE-6.gcd	未知	0	9.345	13,391	3,066
	平均			9.344	13,301	3,055
	%RSD			0.003567	1.828537	1.631449
	最大			9.345	13,576	3,114
	最小			9.344	12,979	2,994
	标准偏差			0.000333	243.208287	49.842821

图5 啤酒中 2,3- 戊二酮保留时间和峰面积重复性

表3 实际样品、三个浓度加标回收率结果

No.	化合物	20 ng/ml 回收率 %	50 ng/ml 回收率 %	150 ng/ml 回收率 %
1	双乙酰	112.3	112.0	108.2
2	2,3- 戊二酮	118.3	113.5	107.8

## ■ 结论

本文利用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪结合 HS-10 顶空自动进样器，建立了啤酒中双乙酰及 2,3- 戊二酮的检测方法。采用外标法定量，在 10~200ng/mL 浓度范围内建立标准曲线，线性关系良好，各化合物的相关系数 R 大于 0.999。啤酒样品中均含有这两种化合物，选择某啤酒作为基质样品，对样品进行 6 次平行测试，各化合物峰面积的重复性 RSD % 均小于 2.5%。添加混合标准溶液低中高三个浓度，平均回收率 107.8%~118.3% 之间，该方法操作简单，灵敏度高，分析时间短，可用于啤酒中双乙酰及 2,3- 戊二酮的检测。

岛津应用云

