

Application News

No. G316

气相色谱法

使用 Nexis™ GC-2030 对啤酒中的双乙酰及 2,3- 戊二酮的分析

啤酒的异味中存在双乙酰及 2,3- 戊二酮（总称为 vicinal diketone:VDK）。VDK 在发酵过程中生成，超过一定浓度时啤酒会产生俗称为黄油糖味的气味。因此，为了不影响啤酒的风味，VDK 浓度的控制至关重要。对市场上出售的 2 种啤酒中 VDK 的定量以及主发酵后的 VDK 变化量进行了确认，本文中将对对此作出介绍。

A. Hashimoto, Y. Takemori

试剂准备、定量方法

用水稀释双乙酰、2,3- 戊二酮，制备成浓度 25 ppb、50 ppb、100 ppb(v/v) 的标准溶液。将 2,3- 己二酮作为内标，添加浓度为 50 ppb(v/v)。取 5 mL 密封进顶空瓶内，进行顶空分析，制作标线。在非脱气啤酒样品中，同上述加入内标溶液，取 5 mL 密封进顶空瓶内，为测定包括前体在内的 VDK 总量，在 60°C 下加热 90 分钟，冷却后^{*1}置于样品托盘上进行顶空分析，利用制作的标线进行定量。

*1 通过加热前体会形成 VDK，因此作为预处理在分析前放入烤箱进行加热。

仪器配置和分析条件

仪器配置及分析条件如表 1 所示。

表 1 设备配置和分析条件

| | |
|---------------------------------|---|
| HS-20 | |
| Mode | : 定量环 |
| Oven Temperature | : 40 °C |
| Sample Line Temperature | : 90 °C |
| Transfer Line Temperature | : 95 °C |
| Vial Pressure | : 150 kPa |
| Vial Heat-retention Time | : 40 min |
| Vial Pressurization Time | : 1 min |
| Vial Pressurization | : 0.1 min |
| Equilibrating Time | |
| Loading Time | : 0.5 min |
| Loading Pressurization Time | : 0.1 min |
| Injection Time | : 0.5 min |
| Needle Flush Time | : 5 min |
| Nexis GC-2030 / ECD-2010 Exceed | |
| Injection Mode | : 分流 |
| Split Ratio | : 1 : 20 |
| Carrier Gas | : He |
| Carrier Gas Control | : 恒线速度 40 cm/sec) |
| Column | : SH-Rtx™-624 (60 m × 0.32 mm I.D., 1.80 μm) |
| Column Temp | : 50 °C - 5 °C/min - 120 °C (6 min) |
| Detector Temp | : 130 °C |
| ECD current | : 2.5 nA |
| Detector Gas | : N ₂ 15 mL/min |

标准溶液的色谱图与标准曲线

图 1 为标准试样的色谱图，图 2 为标准曲线。

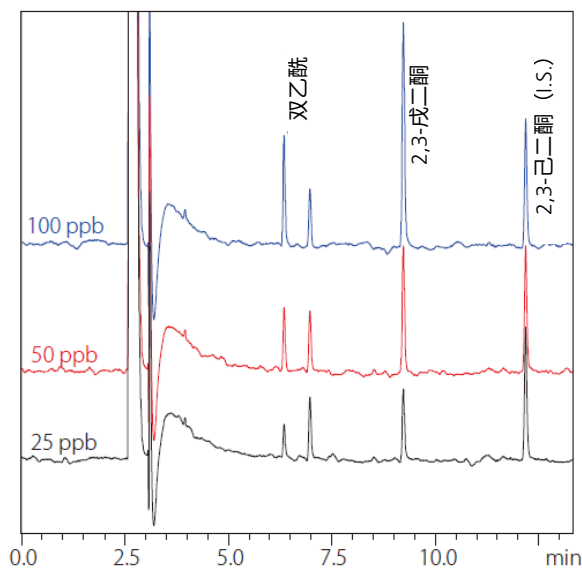


图 1 标准溶液的色谱图

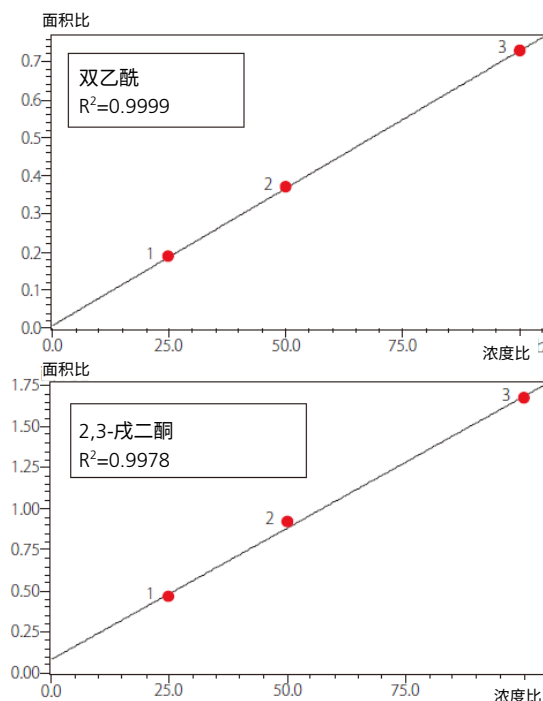


图 2 标准曲线

■ 2 种市售啤酒样品的 VDK 定量结果

表 2 为 2 种市售啤酒样品的 VDK 定量结果，图 3 为代表性色谱图。

表 2 2 种品牌的啤酒中 VDK 的定量结果

| 啤酒 | 双乙酰 | 2,3- 戊二酮 |
|----|----------|----------|
| A | 18.2 ppb | 1.8 ppb |
| B | 39.7 ppb | 7.1 ppb |

■ 主发酵后 VDK 量的变化

主发酵结束后，经过双乙酰还原过程（用酵母消耗 VDK 的工序），进入成熟过程。双乙酰还原过程中啤酒内 VDK 的定量结果如表 3 所示，图 4 为色谱图。

随着主发酵后的时间增长，VDK 的峰值减少。由此发现，酵母消耗双乙酰，进行了双乙酰还原。

进而，成熟工序完成后，对装瓶前啤酒中的 VDK 含量进行了测定，结果如下表所示。

表 3 主发酵后的啤酒中 VDK 定量结果

| 主发酵结束后的时间 | 双乙酰 | 2,3- 戊二酮 |
|-----------|-----------|----------|
| 4 天 | 208.9 ppb | 32.1 ppb |
| 5 天 | 130.6 ppb | 18.6 ppb |
| 6 天 | 101.7 ppb | 12.0 ppb |
| 装瓶前 | 39.7 ppb | 7.1 ppb |

■ 结论

对影响啤酒风味的 VDK 的评价主要是通过感官进行评价。

而用气相色谱法的顶空法进行分析时，不需要脱气或浓缩等特殊预处理，就能够简单地定量分析到较低的浓度。

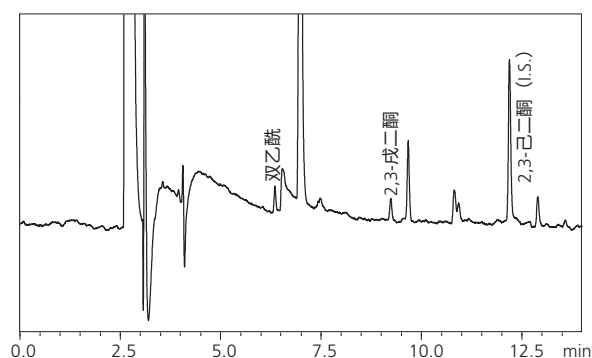


图 3 啤酒样品的色谱图

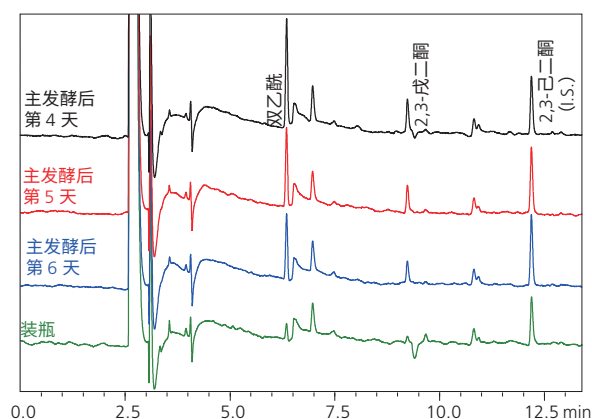


图 4 主发酵后及装瓶前的啤酒样品的色谱图



图 5 Nexis™ GC-2030 + HS-20 的外观

<参考文献>

铃木成宗：用野生酵母制造出世界第一的啤酒，新潮社（2019）

<谢词>

感谢二轩茶屋饼角屋有限公司本店（伊势角屋麦酒）铃木成宗社长、佐佐木基岐先生对本测定的协助。

Nexis 是岛津制作所株式会社在日本及其他国家的商标。

Rtx 是 Restek Corporation 在美国及其他国家的商标或注册商标。

岛津应用云



岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话： 800-810-0439
400-650-0439

免责声明：

※本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；
※本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2019 年 10 月