

气相色谱法测定啤酒中的乙醇浓度

GC-196

摘要：本文参考 GB 5009.225 《食品安全国家标准 酒和食用酒精中乙醇浓度的测定》（征求意见稿）相关条件，采用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪建立了测定无醇啤酒中乙醇浓度的分析方法，实验结果显示：在 0.02~2% (vol) 的浓度范围内，相关系数为 0.9993；低、中、高浓度的标准品溶液重复分别进样 6 次，乙醇峰面积与内标峰面积比的 RSD% 均小于 4%，表明仪器精密度高；该方法中乙醇的检出限为 0.001% (vol)。结果表明，该方法操作简单、灵敏度高，可用于无醇啤酒中乙醇浓度的测定。

关键词：气相色谱法 无醇啤酒 乙醇

酒精度测定一直是酒类食品安全的一个指标，酒精度的测定有各种方法，包括气相色谱法，酒精计法，密度瓶法等等。

调查显示，年轻人对于正常普通啤酒的需求在逐步减少，更倾向于低酒精度的饮品，各大生产厂家为吸引年轻消费群体，推出了无醇啤酒。为保证食品安全，国家标准 GB 5009.225-2016 也随之开始修订。

GB 5009.225 食品安全国家标准 酒和食用酒精中

乙醇浓度的测定（征求意见稿）于 2021 年九月公布，其中测试方法的适用范围进行了调整，第三法气相色谱法从适用于葡萄酒、果酒及啤酒变更为适用于无醇啤酒。

本文参考 GB 5009.225 《食品安全国家标准 酒和食用酒精中乙醇浓度的测定》（征求意见稿）相关条件，采用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪建立了测定无醇啤酒中乙醇浓度的分析方法，该方法操作简单、灵敏度高，重复性好，可用于无醇啤酒中乙醇浓度的测定。

■ 实验部分

1.1 仪器

仪器：GC-2010 Pro 气相色谱仪

1.2 分析条件

色谱条件：

色谱柱：InertCap wax, (60 m×0.25 mm×0.25 μm)

柱温程序：40°C (5min) _3°C /min_55°C _10°C /min_150°C _
40°C /min _220°C (5min)

FID 温度：250°C

进样体积：0.5 μL

柱流速：1.0 mL/min

进样口温度：200°C

进样方式：分流进样

分流比：50:1

1.3 标准溶液配制

乙醇标准系列工作液：取 7 个 100 mL 容量瓶，分别吸入 0.02、0.05、0.1、0.2、0.5、1 和 2 mL 乙醇，用水定容至刻度，混匀，制得乙醇标准系列工作液，浓度为 0.02、0.05、0.1、0.2、0.5、1.0 和 2.0% (vol)。临用现配。

正丁醇内标工作液：取 1 个 100 mL 容量瓶，吸入 10 mL 正丁醇，用水定容至刻度，混匀。临用现配。

1.4 样品前处理

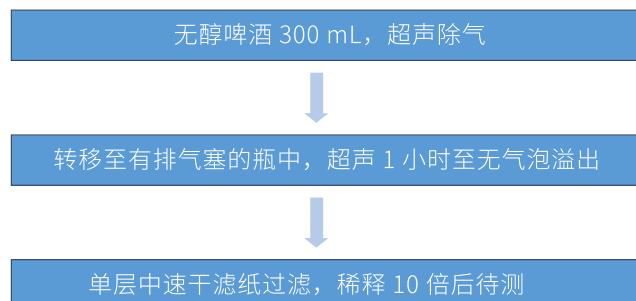


图 1 样品前处理流程图

■ 结果讨论

2.1 标准溶液色谱图

标准溶液色谱图见图 2，相关化合物信息见表 1。

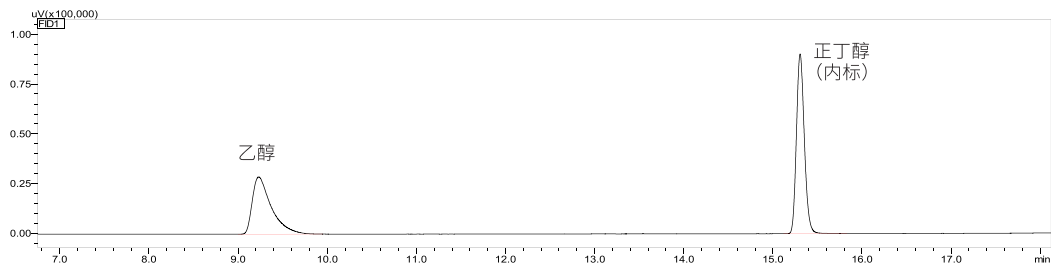


图 2 色谱图 (乙醇浓度为 0.5% (vol))

表 1 化合物信息

No.	化合物	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	乙醇	Ethanol	64-17-5	9.332
2	正丁醇 (内标)	1-Butanol	71-36-3	15.384

2.2 标准曲线

分别取乙醇标准系列工作液 10 mL 于不同的容量瓶中，各加 0.5 mL 正丁醇内标工作液，混匀后，分别取 1 mL 于自动进样小瓶中，上机分析。以峰面积比为纵坐标，浓度比为横坐标，绘制标准曲线，并以最低点浓度的 3 倍信噪比计算方法检测限，目标化合物标准曲线如图 3 所示，标准曲线线性范围和相关系数如表 2 所示。

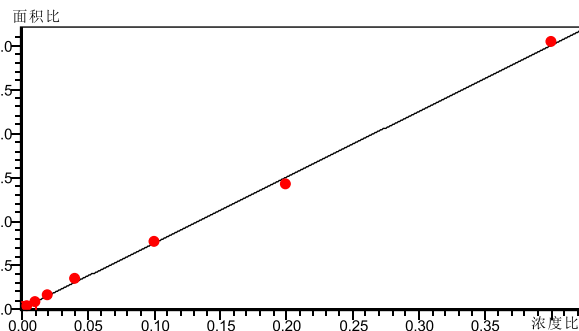


图 3 乙醇标准曲线

表 2 浓度范围、相关系数和方法检出限

No.	化合物	浓度范围 (% (vol))	相关系数	检测限 (% (vol))
1	乙醇	0.02~2	0.9993	0.001

2.3 重复性

按照 1.3 分析条件，取低、中、高三个浓度水平标准溶液，重复进样 6 次，考察仪器重复性，测定结果见表 3。从表 3 结果可以看出，在不同浓度下乙醇与正丁醇的峰面积比的 RSD% 均小于 4%，表明 GC-2010 Pro 气相色谱仪具有良好的重复性。

表 3 标样峰面积比重复性结果 (n=6)

标样浓度	0.05% (vol)	0.2% (vol)	2% (vol)
面积比 RSD %	3.88	0.22	0.17

2.4 加标回收实验

对两个不同品牌的啤酒样品中的乙醇浓度进行测定，#2 样品谱图结果如下图 4 所示。结果列于下表 4。

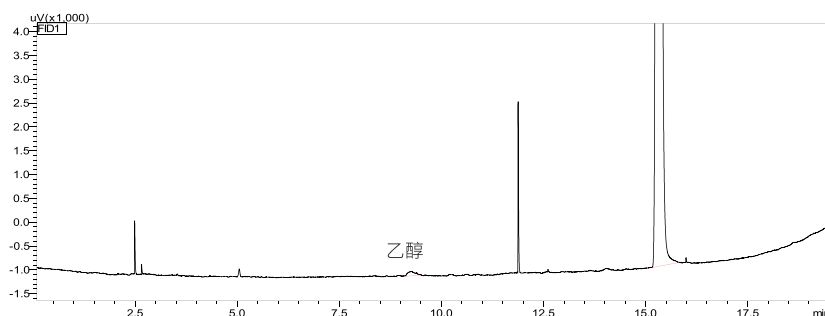


图 4 #2 无醇啤酒样品图谱

表 4 啤酒样品中乙醇浓度 (% (vol))

啤酒样品	乙醇浓度
#1 (无醇啤酒)	N.D.
#2 (无醇啤酒)	0.01

注：N.D. 为未检出。

以 #1 样品为空白样品，添加标准溶液，添加浓度 0.05%、0.1 和 2.0% (vol) 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 92.7%~101.3% 之间，结果如下图表 5 所示。

表 5 样品三个浓度加标回收率结果

化合物	0.05% (vol) 平均回收率 %	0.1% (vol) 平均回收率 %	2.0% (vol) 平均回收率 %
乙醇	99.5	101.2	96.3
	94.8	101.7	96.7
	95.1	99.9	96.1
RSD%	2.73	0.92	0.32

■ 结论

本方法参考 GB 5009.225《食品安全国家标准 酒和食用酒精中乙醇浓度的测定》（征求意见稿）相关条件，采用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪建立了测定无醇啤酒中乙醇浓度的分析方法，实验结果显示：在 0.02~2% (vol) 的浓度范围内，相关系数均为 0.9993；低、中、高浓度的标准品溶液重复分别进样 6 次，乙醇峰面积与内标峰面积比的 RSD% 均小于 4.0%，表明仪器精密度高；该方法中乙醇的检出限为 0.001% (vol)。实验结果表明该方法操作简单、灵敏度高、重复性好，可用于无醇啤酒中乙醇浓度的测定。

岛津应用云

