

啤酒花中 α 酸和 β 酸的快速分析

01-00025-CN

森田 梓

对用户的好处

- ◆ 一次进样，5 分钟内同时分析啤酒花中的 α 酸和 β 酸。
- ◆ 采用 Shim-pack Velox™ 核壳色谱柱，可在低系统压力下进行分析。
- ◆ 使用相同的仪器配置，除 α 酸和 β 酸之外，还可同时分析异 α- 酸。

简介

啤酒原料中的啤酒花含有 α 酸（律草酮类）、β 酸（蛇麻酮类）。α 酸在酿造工序中经异构化，转化为异 α 酸（异律草酮类），是啤酒中的苦味组分。据报道，β 酸虽然与啤酒的苦味程度关系不大，但会影响苦味的平衡。异 α 酸在啤酒以外的应用也备受关注，因其具有预防阿尔茨海默病和改善认知功能退化的效果。

α 酸及 β 酸通常采用 HPLC 进行分析，分析时间常为 30 分钟左右。

本文参考 EBC（欧洲啤酒酿造协会）7.7 及 ASBC（美国酿造化学家协会）Hops-14，介绍了一种通过高效液相色谱仪 Nexera XR 快速同时分析啤酒花中 α 酸和 β 酸的应用案例。此外，还介绍了在啤酒花提取液中添加异 α 酸进行同时分析的案例。

α 酸、β 酸标准溶液的分析

啤酒花中所含的 α 酸、β 酸的结构式如图 1 所示。α 酸、β 酸分别存在 3 个同系物。“国际校准提取物 4”（从 ASBC 或 Labor Veritas 购入）用于配制标准溶液，其组成如表 1 所示。标准溶液配制过程如下：取 0.5 g 溶于甲醇，定容至 100 mL，取出 10 mL，定容至 50 mL，使用 0.22 μm 孔径滤膜过滤即得。标准溶液的色谱图如图 2 所示。由于用于制备标准溶液的试剂本身包含多个同系物，故此处分别对 α 酸、β 酸进行了分组。表 2 为分析条件。此外，本方法分析过程中系统压力最大约为 26 MPa。采用核壳型技术的 Shim-pack Velox 色谱柱作为分析柱，即便使用容易使色谱柱压力升高的甲醇，仍可以低系统压力进行分析。

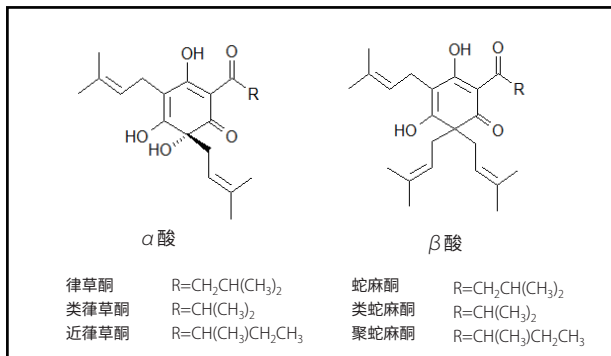


图 1 α 酸、β 酸的结构式

表 1 制备标准溶液的试剂

试剂名称	成分
国际校准提取物 4	类律草酮 10.98 % N+ 近律草酮 31.60 % 总 α 酸 42.58 %
	类蛇麻酮 13.02 % N+ 聚蛇麻酮 13.52 % 总 β 酸 26.54 %

表 2 分析条件

系统	: Nexera XR
色谱柱	: Shim-pack Velox C18 (50 mm × 3.0 mm I.D., 1.8 μm) ^{*1}
流动相 A	: 10 mmol/L (钠) 磷酸盐缓冲液 (pH2.6) + 0.2 mmol/L EDTA · 2Na aq.
流动相 B	: Methanol
流速	: 0.7 mL/min
时间程序	: B 浓度 80% (0 min) - 90% (3 min) - 80% (3.01-5 min)
柱温	: 40°C
进样量	: 2 μL
检测	: UV 314 nm (SPD-M40), 标准池
样品瓶	: 岛津样品瓶, LC, 1.5 mL 透明玻璃 ^{*2}

*1 P/N : 227-32008-01, *2 P/N : 227-34001-01

流动相 A: 将磷酸二氢钠二水合物 5 mmol (0.78 g) 和磷酸 (85%, 14.7 mol/L) 5 mmol (0.34 mL) 和 EDTA · 2Na 0.074 g 溶解在 1 L 的去离子水中。

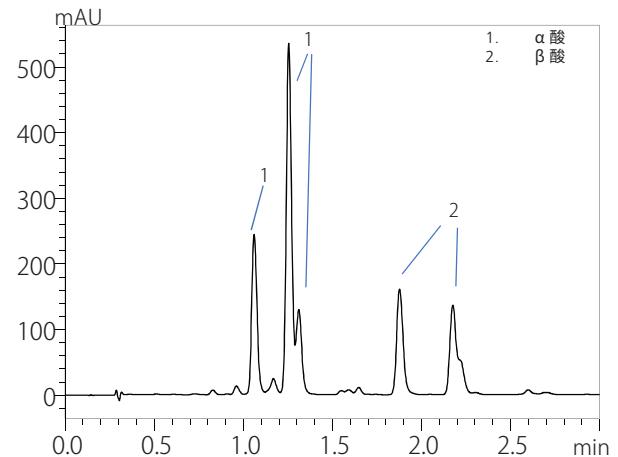


图 2 标准溶液的色谱图

啤酒花中 α 酸及 β 酸的分析

对 2 种市售啤酒花颗粒进行了溶剂提取和分析。预处理方法如图 3 所示，色谱图如图 4 和 5 所示。

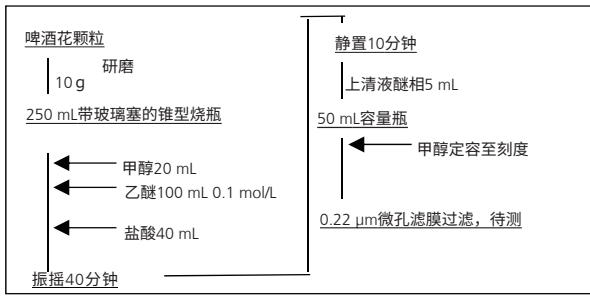


图3 预处理方法

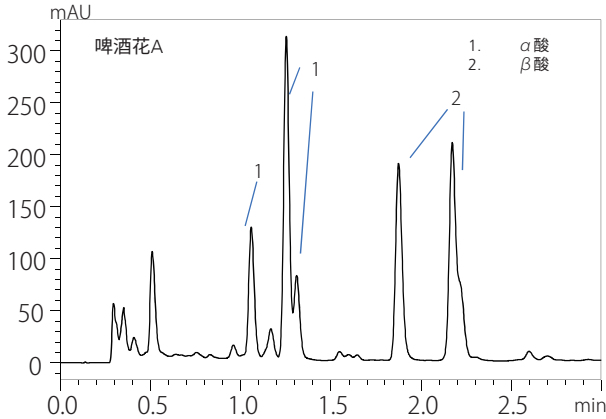


图4 啤酒花 A 的色谱图

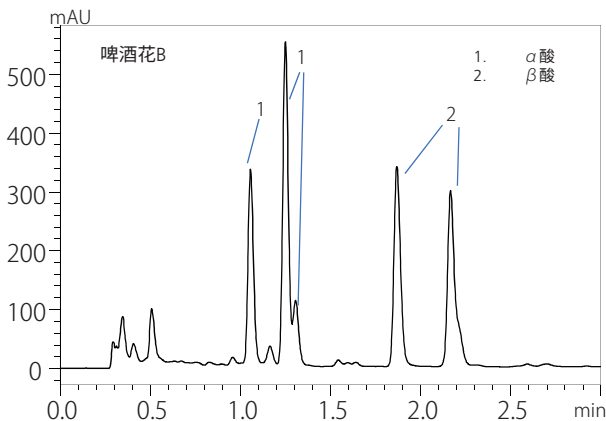


图5 啤酒花 B 的色谱图

$$C_i = (DF \times M_{CS} \times C_{iC} \times A_i) / (M_s \times A_{iC})$$

其中：
 C_i = 样品中组分*i*的浓度，用质量百分比表达
 DF = 稀释因子，对于啤酒花和啤酒花粉未制品， $DF = 2$
 M_{CS} = 标准品的质量，单位为g
 C_{iC} = 标准品中组分*i*的浓度，用质量百分比表达
 A_i = 样品中组分*i*的峰面积（平均值）
 M_s = 样品质量，以g为单位
 A_{iC} = 标准品中组分*i*的峰面积（平均值）

图6 样品含量计算公式

按照图3所示的预处理流程平行处理6次样品，按照图6的计算公式计算样品含量。在振荡步骤前加标，加标浓度为标准溶液浓度的1/10。结果如表3所示。样品含量和加标回收率为6次平行实验的平均值。

Nexera、Shim-pack Velox 是岛津制作所株式会社在日本及其他国家的商标。

表1 制备标准溶液的试剂

样品	样品含量 (%)		样品含量的相对标准偏差 (%RSD)		加标回收率 (%)		加标回收率的相对标准偏差 (%RSD)	
	α酸	β酸	α酸	β酸	α酸	β酸	α酸	β酸
啤酒花 A	5.1	14.3	1.4	1.2	98	90	1.1	1.0
啤酒花 B	9.5	24.0	1.4	1.3	102	97	2.4	2.4

■ 异α酸、α酸、β酸的同时分析

在啤酒花 A 萃取液（按图3预处理流程处理）中添加异α酸 200 mg/L，上机分析。异α酸标准溶液的配制请参考应用报告 L590。参照表2的条件，采用双波长模式，检测波长除 314 nm 外，增加 270 nm。梯度时间程序变更为 B Conc.60%(0 min)-100%(3min)-60%(3.01-5 min)。色谱图如图7和图8所示。异α酸的加标回收率为 99.7%，方法准确度高。

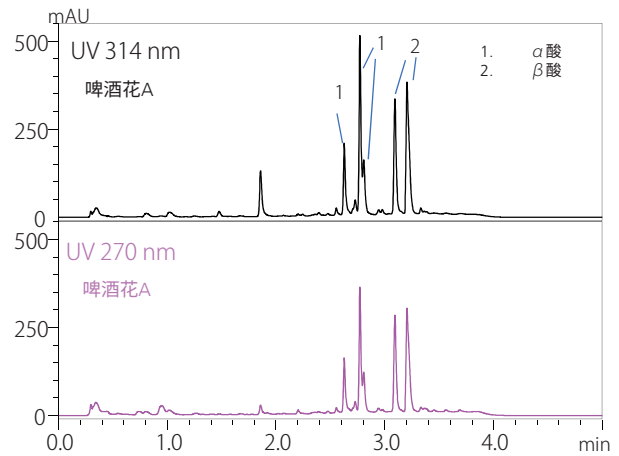


图7 啤酒花 A 的色谱图（未添加异α-酸）

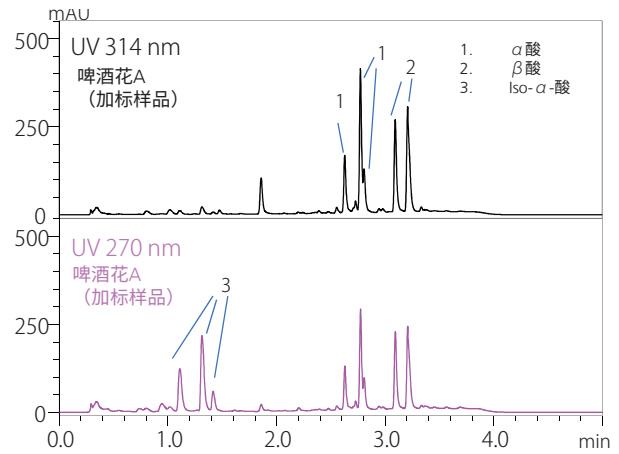


图8 啤酒花 A 的色谱图（添加异α-酸）

■ 结论

本文介绍了采用 Nexera XR 快速同时分析啤酒花中α酸和β酸的应用案例。参考 EBC 和 ASBC，从啤酒花颗粒中萃取了α酸和β酸，并进行了定量检测。此外，可通过变更梯度时间程序和追加检测波长，在分析α酸及β酸的同时，分析异α-酸。

岛津应用云



参考文献

- 1) American Society of Brewing Chemists, ASBC Methods of Analysis, Hops-14
- 2) European Brewery Convention, EBC ANALYTICA, 7.7

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。



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

第一版发行日：2021年3月