

气相色谱测定啤酒中 β -苯乙醇和乙酸



唐朝艳

重庆啤酒技术中心 400039

啤酒中的 β -苯乙醇是表征主酵温度的重要指标,可以用它监测发酵温度是否正常。乙酸是啤酒酸败的主要指标。本文就 β -苯乙醇和乙酸测定方法进行了探讨和验证,希望同行批评指正。

1 仪器与试剂

Agilent6890N 气相色谱仪;玻璃蒸馏装置; β -苯乙醇(色谱纯);乙酸(色谱纯);2-乙基丁酸(色谱纯)。

2 实验部分

2.1 色谱条件

分流/不分流进样口 250℃;分流比 5:1;
色谱柱:HP-INNOWAX 柱,Length=30m,I.D.=53 μ m,Film=1.0 μ m;
升温程序:50℃起始保持 1min,5℃/min 升至 190℃保持 1min,10℃/min 升至 230℃;
柱流量:5mL/min;
载气:高纯 N₂;
检测器:FID 氢火焰离子化检测器 250℃;
进样量:1.0 μ L;
方法:内标法。

2.2 样品处理

量取啤酒 50.0mL,加水 65mL,直火蒸馏,蒸馏时间控制在 30min 以上,收集馏出液 100mL,备用。

2.3 组分定性:采用加标定性法

1)吸取 1.0 μ L 馏出液,进样。
2)吸取 10mL 馏出液,分别加入内标 2-乙基丁酸使用液, β -苯乙醇使用液、乙酸使用液、混匀,进样。

3)观察各峰的变化,以保留时间定性。

(图 1)为混合标准溶液的色谱图。

2.4 标准曲线制作

1)内标溶液的配制:要求内标峰的大小与被测物质峰的大小相当。

称取适量 2-乙基丁酸,用乙醇溶解并定容,稀释至适当的浓度。

收稿日期:2008-10-30

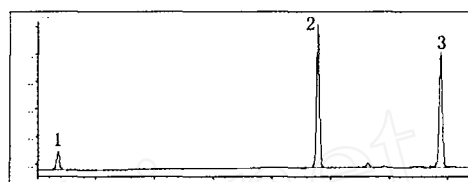


图 1 1、乙酸 2、2-乙基丁酸 3、 β -苯乙醇

2)乙酸、 β -苯乙醇混合标准溶液的配制:

精密称取适量的乙酸、 β -苯乙醇,用乙醇溶解并定容。然后稀释成若干个浓度梯度。

3 结果分析

1)系统适应性:从(图 1)可以看出,三种物质完全达到了基线分离,分离效果非常好。

2)精密密度实验:取啤酒蒸馏液,进样 5 次,结果如下(表 1)。

表 1

项目	次数	1	2	3	4	5	SD	RSD(%)
乙酸		36.24	37.54	36.54	37.12	36.79	0.5120	1.39
β -苯乙醇		28.52	31.32	29.15	30.21	31.10	1.2136	4.04

乙酸的 RSD 为 1.39%, β -苯乙醇的 RSD 为 4.04%,从(表 1)数据可以看出,两种物质的精密密度都比较高。

3)回收率实验:为保证两种物质的回收率,要求蒸馏时间必须大于 30min。

表 2

项目	加标前浓度 (mg/L)	加标量 (mg/L)	加标后实测浓度 (mg/L)	回收率 (%)
乙酸	23.3440	74.424	92.5872	92.91
β -苯乙醇	22.5579	59.766	79.2882	94.92

从(表 2)数据看出,乙酸、 β -苯乙醇的加标回收率都大于 90%,该方法可以应用到实验室常规检测。

4 结论

本实验方法的系统适应性好、数据精密度高、加标回收率高,若实验室条件允许,完全可以开展此项检测。