

气相色谱法在啤酒分析中的应用

刘炯光, 赵亮, 袁辉

(甘肃轻工业科学研究所, 甘肃 兰州 730000)

摘要: 采用气相色谱法可对啤酒中的高级醇、酯类、羰基化合物及含硫化合物等挥发性物质进行检测, 既可研究啤酒的感官品质, 也可用于指导生产, 优化啤酒工艺。应用气相色谱法对啤酒中挥发性物质检测的前处理方法主要有顶空进样、蒸馏、有机溶剂萃取3种。针对啤酒酒中不同的挥发性物质可选择PEG柱和氢火焰离子化检测器(FID)法进行检测; 还可内标法和外标法对啤酒中的不挥发组分进行定量检测分析。(孙悟)

关键词: 气相色谱法; 啤酒; 分析; 应用

中图分类号: O657.71; TS262.5; TS261.7 **文献标识码:** B **文章编号:** 1001-9286(2006)03-0100-02

Application of Gas Chromatography in Beer Analysis

LIU Jiong-guan, ZHAO Liang and YUAN Hui

(Gansu Provincial Light Industry Scientific Research Institute, Lanzhou, Gansu 730000, China)

Abstract: Volatile substances in beer such as higher alcohol, esters, carbonyl compound and sulfur compound etc. were measured by gas chromatography, the data of which could be used for beer quality analysis, beer production guidance, and beer technology optimization. The pretreatment of volatile substance by gas chromatography mainly included headspace sample injection, distillation, and organic solvent extraction. In view of different volatile substance in beer, PEG column and FID (hydrogen flame ionization detector) were selected in the measurement. Besides, quantitation analysis of involatile compositions in beer could be done by internal standard method or by external standard method. (Tran. by YUE Yang)

Key words: gas chromatography; beer; analysis; application

啤酒风味物质主要来源于3个方面: 大麦芽及其他谷物原料、酒花及酵母发酵作用。存在于麦芽及酒花中的啤酒风味物质大都不具有挥发性, 而在酵母发酵过程中产生的啤酒风味物质中有很大一部分具有挥发性。如高级醇、酯类、羰基化合物及含硫化合物等。对这些挥发性物质进行检测, 既可作为研究啤酒感官品质的手段之一, 也可用于指导生产, 优化啤酒工艺, 以生产出适合消费者口味的产品。

随着气相色谱技术的发展与普及, 以较低的费用对啤酒中挥发性物质进行检测成为可能。利用气相色谱技术对啤酒中各种挥发性物质进行分离与检测本身并不难, 主要问题是: 由于啤酒中存在大量不具有挥发性的物质, 一般来讲不能直接进样; 其次, 对于啤酒中含量相对较少的挥发性成分, 不进行富集, 难以检出、定量。因此, 如何对啤酒样品进行前处理, 就成为气相色谱法在啤酒分析中应用的关键。在此主要针对啤酒中的低沸点

有机化合物进行讨论。

1 样品处理

应用气相色谱法对啤酒中挥发性物质进行检测的前处理, 主要方法有顶空进样、蒸馏、有机溶剂萃取3种。这3种方法各有利弊, 各实验室应根据分析要求和各自条件酌情采用。另外, 为消除二氧化碳对检测结果的影响, 取样前可以采用反复注流、快速过滤等方法除去啤酒中的二氧化碳^[1]。

1.1 顶空进样

具有挥发性的物质在某种溶液中的挥发能力可以用蒸汽压表示。在温度一定的条件下, 将溶解有一定量挥发性组分的液体存放于一定体积的密闭容器中, 放置足够长的时间后, 由于这一组分的蒸汽压是定值, 因此其在液面上的浓度一定, 并与其在溶液中的浓度成正比。据此, 只要吸取液面上的组分进行分析, 就可以测出其在溶液中的浓度。这一方法的误差来源至少有以下几

收稿日期: 2005-11-30

作者简介: 刘炯光(1965-), 男, 甘肃兰州人, 大专, 工程师, 发表论文多篇。

方面:由于挥发性物质的蒸汽压与环境温度及溶剂性质有关,除了控制温度,在检测过程中,待测组分是溶解在啤酒中的,啤酒就相当于溶剂;而配制标准溶液时,不可能以啤酒为溶剂,最多以麦汁为溶剂。这样就会因为同一组分在两种溶剂中的蒸汽压不同而产生误差。其次,由于是取液面以上的蒸汽,要保证每次取样量都一致有一定的难度。再次,啤酒中的挥发性组分,其含量本来就很少,挥发到空气中的就更少,如果直接进样,必须保证有足够大的进样量;否则样品中含量相对较少的组分将难以检出,即使检出也难以定量。为了更好地进行分析,顶空进样已由静态顶空进样发展到顶空自动进样以及吹扫-捕集等多种方式。

1.1.1 静态顶空进样与顶空自动进样

取样 100 g 于 200 mL 的样品瓶中,在 60 °C 水浴中密闭保温 1 h。在同一温度下抽取顶空蒸汽作为样品手动进样。此为静态顶空进样,如果将样品瓶与自动进样装置相连,就可实现顶空自动进样。显然,后者比前者在进样量的控制上更为准确,且样品更具有代表性。

1.1.2 吹扫-捕集

这一方法的优点是能对顶空蒸汽中的待测组分进行有效浓缩,并用于色谱分析。其过程包括:①试样的稳定,取一定量的样品于样品瓶中,在一定的温度下保持一定时间,以使待测组分在气液两相间达到平衡;②吹扫,用惰性气体将顶空蒸汽吹扫至冷阱中;③吸附与解吸,待测组分在冷阱中被冷却、吸附完毕后,冷阱被快速加热而使待测组分解吸出来;④进样,解吸后的样品被送到 GC 进样口进样。

1.2 有机溶剂萃取

从理论上讲,用有机溶剂萃取啤酒中的挥发性有机物质用于气相色谱分析是可行的,且这种方法能对样品中的待测组分进行富集。笔者也做了一些实验,用三氯化碳或石油醚作为溶剂对啤酒样品进行多级萃取,以萃取液进行气相色谱分析。三氯化碳的萃取效果不及石油醚。用石油醚萃取液进行气相色谱分析,可定性出乙醛、甲醇、正丙醇、异丁醇、乙酸乙酯、丁酸乙酯等组分。但用两者都未能定性出异戊醇。这一方法存在的问题是,由于啤酒成分过于复杂,使用这一方法时两相分层不明显,要得到理想的有机相比较困难,且操作繁琐。另外,有机溶剂本身具有很强的挥发性,在繁琐的操作过程中

必有待测组分及溶剂的损失。如果萃取使用的是分析纯有机溶剂,多次进样后,其中所含杂质对色谱柱可能造成一定程度的污染,而使检测无法继续。因此,对这一方法的可行性还应做进一步的研究。

1.3 蒸馏

称取酒样 100 g 于 500 mL 蒸馏瓶中,加水 50 mL 和数粒玻璃珠,装好冷凝器,以 100 mL 容量瓶接收蒸馏液,收集馏出液 95 mL。放置至室温后定容,作为色谱分析用样品。这种方法的优点是操作比较简单;缺点是某些组分会有损失,特别是沸点较高的组分,损失会更大。但对于沸点较低的醇类、酯类及羰基化合物来说,这种方法基本上可以接受。

2 色谱柱

色谱柱的选择是由样品中待测组分的类型和性质决定的。啤酒中能影响其品质的挥发性物质主要有高级醇、酯类、羰基化合物、酚类及含硫化合物等。其中,高级醇在啤酒中含量较多的是异戊醇、异丁醇等。酯类在啤酒中含量较多的是乙酸乙酯、乙酸异戊酯等。羰基化合物在啤酒中比较重要的是乙醛和双乙酰^[2]。对这 3 类物质的分离可选择 PEG 柱。

3 检测器

由于在此研究的是低沸点有机化合物,它们都具有可燃性,因此可以用氢火焰离子化检测器(FID)。

4 定量方法

可以用内标法或外标法对啤酒中的不挥发组分进行定量。用外标法定量时应保证每次进样的准确性。用内标法定量时,则应慎重选择内标物质。必须保证所选用的内标物是啤酒中不存在或含量甚微的物质,且其出峰时间不能与啤酒中其他组分峰有重叠。在对醇、酯的测定中可使用正丁醇为内标物^[3]。

参考文献:

- [1] GB 4928, 啤酒试验方法[S].
- [2] 戴仁泽. 啤酒发酵进展[M]. 北京:轻工业出版社, 1985. 128-149.
- [3] 苗延林. 气相色谱法测定啤酒中的高级醇等物质[J]. 中国酿造, 2000, (1): 23-24.
- [4] 凯利 H, 巴德 E. 魏同成译. 活性炭及其工业应用[M]. 北京:中国环境科学出版社, 1990.
- [5] 程抱奎. 开发酒糟资源节省饲料用粮[J]. 粮食与饲料工业, 1999, (3): 30-31.
- [6] 寇运同, 胡永松, 王忠彦. 固态法白酒酒糟研究利用的评述[J]. 酿酒科技, 1994, (5): 64-67.
- [7] 李玥, 陈正行. 稻壳制备活性炭的研究[J]. 粮油加工与食品机械, 2004, (3): 15-19.
- [8] 李湘洲. 棉秆制活性炭的研究[J]. 林产工业, 2004, (4): 35-37.
- [9] 戴伟娣, 常侠, 童雅娟, 高一苇, 施荫锐, 蒋剑春. 活性炭的液相吸附评价与单宁酸值的测定[J]. 林产化工通讯, 2004, (5): 10-13.

(上接第 99 页)