

Bestimmung der vikinalen Diketone in Bier

Headspace GC-IMS Analyse



Thema

Diacetyl, oder 2,3-Butandion, ist ein Aromastoff, der naturgemäß in vielen Lebensmitteln vorkommt und einen butter-, oder popcorn-ähnlichen Geruch hervorruft. Da Diacetyl ein Nebenprodukt des Fermentationsprozesses von Hefe ist, kann es einen unangenehmen Fehlgeruch verursachen. Das wohl bekannteste Auftreten von Diacetyl ist während des Brauprozesses von Bier, bei der Hefe sein



Abbildung 1: FlavourSpec®

sein zuvor gebildetes Eigenprodukt metabolisiert. Da dieser Prozess zeit- und energieintensiv ist, ist eine regelmäßige Bestimmung von Diacetyl notwendig. Das FlavourSpec® bestimmt die vikinalen Diketone Diacetyl und Pentandion direkt aus dem Gasraum von Bierproben. Hierdurch kann der Workflow auf die Probennahme reduziert werden, Analyse bzw. Quantifizierung, die auf Kalibrationsdaten basieren, laufen vollautomatisch ab.

Experiment

Alle Messungen wurden mit einem FlavourSpec® (GC-IMS der Fa. G.A.S.mbH), das mit einem Autosampler für die Headspace-Analyse ausgerüstet ist, durchgeführt. Zur effizienten GC-Trennung wurde eine beheizte, isotherm betriebene Kapillarsäule (5% Diphenyl - 95% Dimethylpolysiloxan, 60 m x 0.32 µm x 1 µm) eingesetzt. Zur Ionisierung der Gasmoleküle wird eine ³H -Quelle eingesetzt, deren Aktivität von 300 MBq derart gering ist, dass diese in allen EURATOM-Länder unter der Freigrenze liegt und vollständig genehmigungsfrei ist. Die Messungsparameter sind in Tabelle 1 aufgeführt. Zuerst werden die Bier-Proben entgast, um Druckänderungen in den Probenfläschchen durch CO₂-Evaporationen zu verhindern. Dies wird üblicherweise durch Filtern des Bieres mittels Silica-Gel or Ultraschall erreicht. 5 mL der Bierprobe wird in ein 20 mL Headspace-Fläschchen gefüllt und mit magnetischer Kappe verschlossen. Die Probe wird im Agitator 90 Minuten bei 65°C vorbereitet, um alle Precursor von Diacetyl zu konvertieren.

Vorteile des FlavourSpec® für die Analyse:

- Keine Umgangsgenehmigung für radioaktive Quelle erforderlich
- Benötigt kein Helium (Betrieb mit N₂)
- Intuitive Bedienung und schnell zu erlernen
- Einfach zu bedienende Software
- Sehr geringe Wartungskosten
- hohe Reproduzierbarkeit und Genauigkeit

Das FlavourSpec® wird mit einer Kalibrationslösung eines 5%-igen Ethanol-/Wasser Gemisches mit Konzentrationen von 0.01, 0.025, 0.05, 0.1, 0.2, 0.4 und 0.5 mg/L Diacetyl und Pentandion kalibriert.

Datenanalyse

Die Datenanalyse erfolgt durch die sehr bedienerfreundlichen *BeerAnalyzer* – Software der G.A.S. mbH (Abbildung 2).

Die mittels *BeerAnalyzer* erstellte Probenliste kann direkt in das FlavourSpec® zur Umbenennung der Proben eingelesen werden. Nach Messung der Kalibrationslösung wird die Funktion für beide Substanzen automatisch auf Basis des Totalionenstroms der Peakmaxima von Diacetyl und Pentandion mit definierten Area-sets erstellt.

Ist das System kalibriert, können unbekannte Konzentrationen der VDKs in Proben mit Hilfe des *BeerAnalyzers* *bestimmt* werden. Des weiteren kann der Nutzer mit einem Klick eine Berichtsausgabe anstoßen (Abbildung 3).

FlavourSpec®		
	Polarität IMS	Negativ
	T1 (IMS)	60 °C
	T2 (DB-5, 60 m)	50 °C
	T3 (Injektor)	60 °C
	T4 (Transferleitung)	50 °C
	E1 (Drift-Gas Flußrate)	150 mL/min Stickstoff 5.0
	E2 (Träger-Gas Flußrate)	5 mL/min Stickstoff 5.0
	Laufzeit	20 min
	Averaging	12
Agitator		
	Inkubationstemperatur	65 °C
	Inkubationszeit	90 min

Tabelle 1: Analyse-Parameter

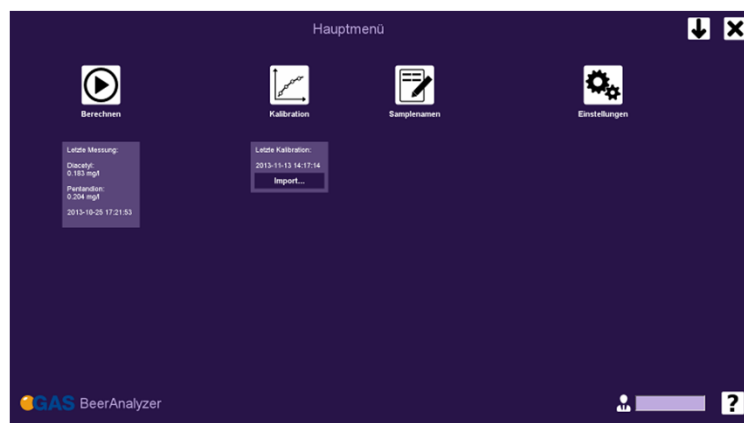


Abbildung 2: *BeerAnalyzer*-Software der G.A.S. mbH

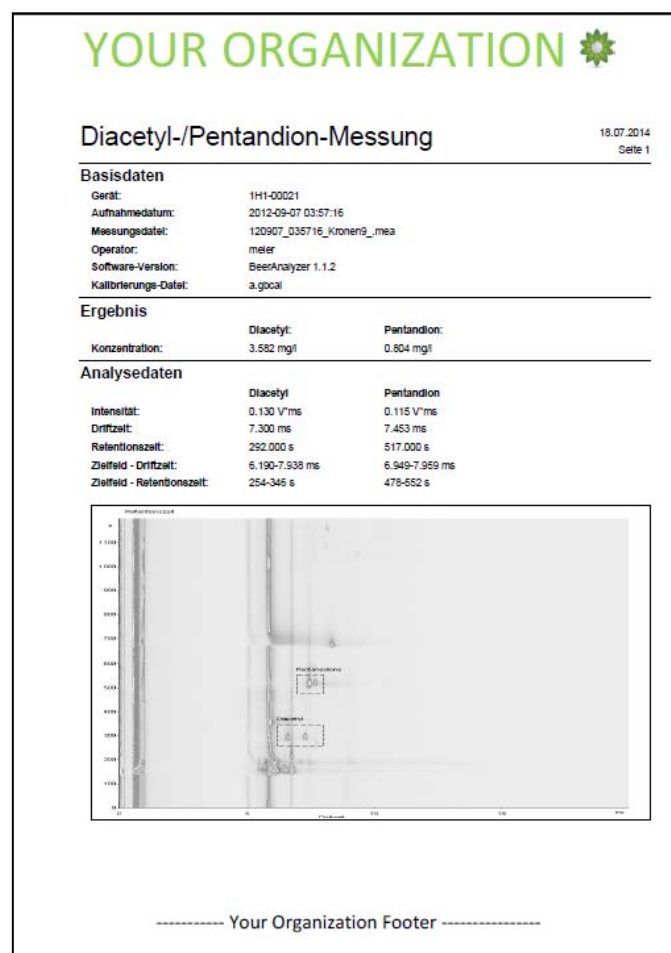


Abbildung 3: *BeerAnalyzer*-Bericht mit Messergebnissen und allen relevanten Messparametern

Ergebnisse

Ein typisches einer Messung von Diacetyl und Pentandion zeigt Abbildung 4. Die Peakposition von Pentandion fungiert als Marker zur Bestimmung des Bereichs für Diacetyl.

Die mit dem *BeerAnalyzer* kalkulierten Kalibrationskurven zeigt Abbildung 5 für den Konzentrationsbereich von 0.01 mg/L bis 0.5 mg/L. Die Standardabweichung beträgt 5 %.

Vergleichsmessungen von Bierproben aus Gär tanks zu einem herkömmlichen Gaschromatographen mit ECD-Detektor (ECD = Electronic Capture Detector) werden in Abbildung 6 dargestellt. Die Ergebnisse zeigt die sehr gute Übereinstimmung beider Analytik-Systeme.

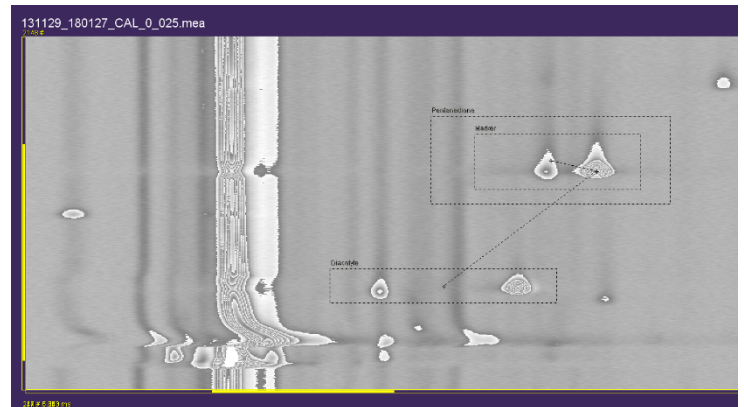


Abbildung 4: GC-IMS Chromatogramm einer Biermessung

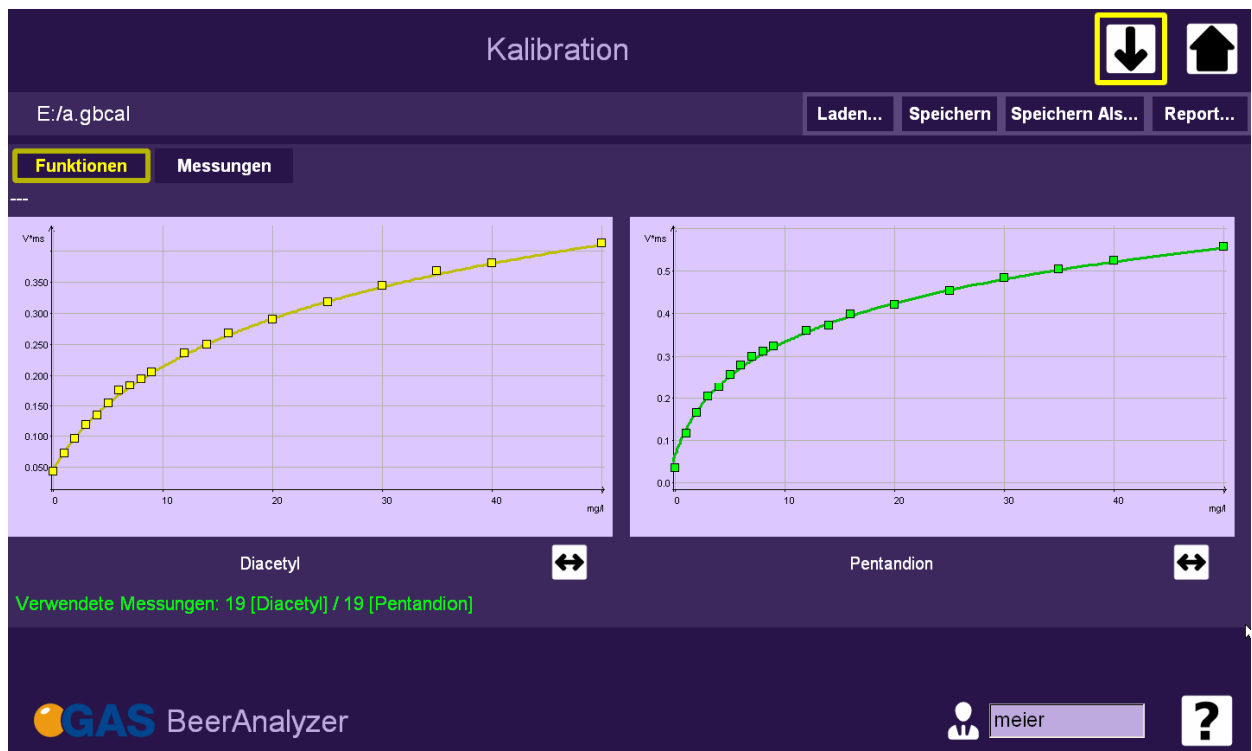


Abbildung 5: Kalibrationskurven von Diacetyl und Pentandion (mittels *BeerAnalyzer*)

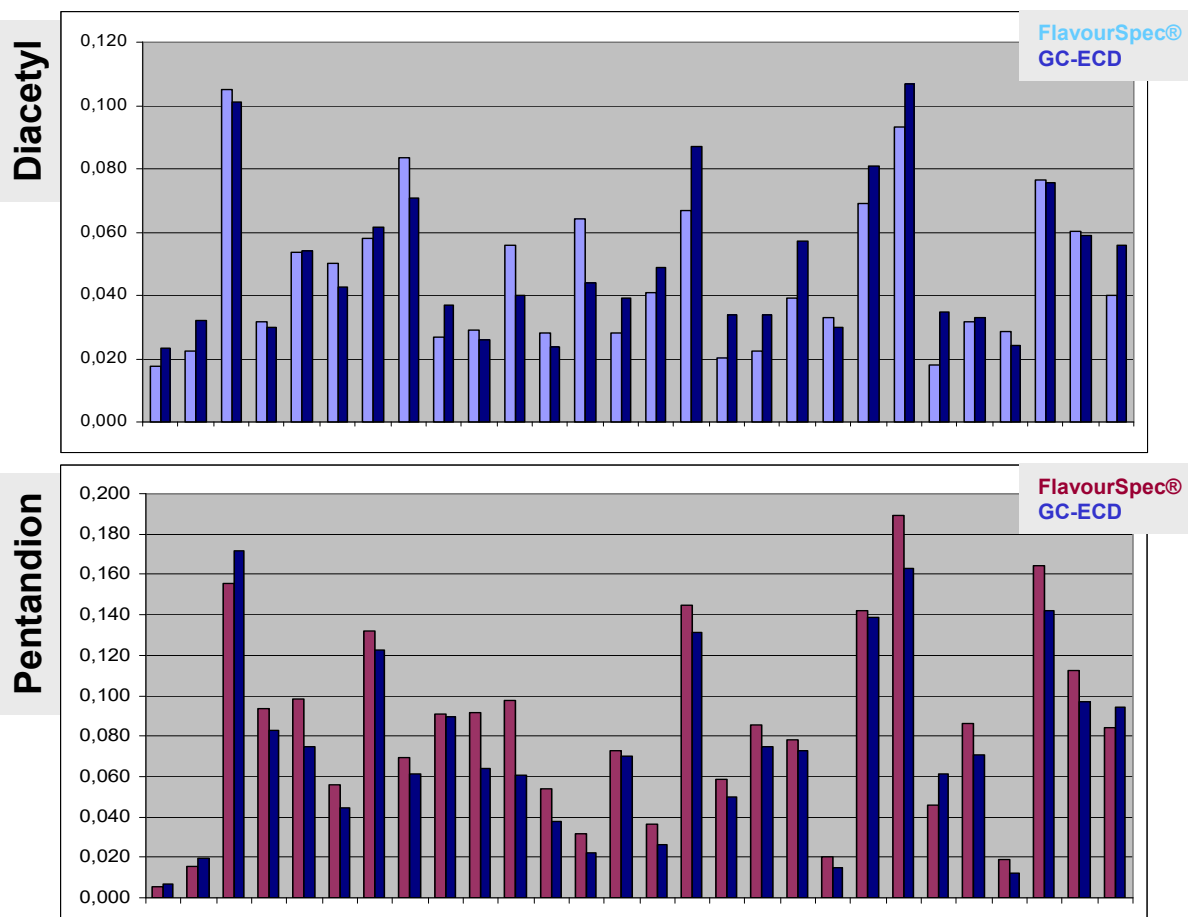


Abbildung 6: Vergleich der Messergebnisse von Diacetyl und Pentandion von Bierproben aus einem Gärtank mittels FlavourSpec® und einem standard GC-ECD System

Zusammenfassung

Das FlavourSpec® ist ein validiertes analytisches Instrument auf Basis eines Gaschromatographen zur quantitativen Bestimmung von Diacetyl und Pentandion in Bier. Mit Hilfe der Headspace-Methode und für den Konzentrationsbereich von 0,01 bis 0,5 mg/L zeichnet sich das System durch eine exzellente Reproduzierbarkeit und Präzision aus. Seine Bedienung ist äußerst einfach, es arbeitet mit Stickstoff, seine Wartungskosten sind vernachlässigenswert und es benötigt keinerlei behördliche Genehmigung oder Registrierung wie ein GC-ECD.

Als sehr attraktiver Mehrwert kann das FlavourSpec® nach Umschaltung per Klick auch die aroma-induzierenden und qualitätsrelevanten Substanzen im positiven Spannungsmodus des IMS messen. Hierdurch können Rohstoffe wie Hopfen aber auch Endprodukte im Hinblick auf Aroma, Lagerung und/oder andere qualitätsrelevanten Aspekte objektiv bestimmt werden.