

V Kongres Browarników,
14-16 października 2015, Ustroń



Państwowa Wyższa Szkoła
Informatyki i Przedsiębiorczości w Łomży
Instytut Technologii Żywności i Gastronomii

Profil związków lotnych w piwach z dodatkiem surowców niesłodowanych – kukurydzy i ryżu

Stachelska M., Siwek A., Dziadkowska M., Sobolewska E., Karpiński P.; Obiedziński M., Ekielski A., Żelaziński T.



Cel badań

Celem niniejszej pracy jest analiza różnic związków lotnych w piwach z dodatkiem surowców niesłodowanych



Surowce niesłodowane

Surowce niesłodowane to surowce będące zamiennikami słoðu browarnego.

- Surowce rozpuszczalne w wodzie
- Surowce skrobiowe



Dodatek surowców niesłodowanych

Próba	Zawartość słodu [%]	Zawartość Ryżu [%]
0	100	0
1	95	5
2	85	15
3	75	25

Próba	Zawartość słodu [%]	Zawartość grysu kukurydzianego [%]
0	100	0
1	85	15
2	75	25

Chromatografia gazowa sprzężona ze spektrometrią mas

- analiza składu chemicznego piwa,
- analiza jakościowa i ilościowa lotnych związków chemicznych,
- kontrola jakości,
- identyfikacja problemów lub zmian zachodzących podczas fermentacji oddziałujących na jakość piwa,
- każdy związek, który charakteryzuje się stabilnością termiczną i odpowiednią lotnością może być analizowany przy pomocy tej techniki.

Etapy w analizie metodą chromatografii gazowej

- nastrzyk próbki do dozownika chromatografu gazowego,
- rozdzielanie związków w kolumnie chromatograficznej,
- wykrywanie związków przez detektor

Budowa chromatografu gazowego

- zbiornik gazu nośnego,
- regulator przepływu gazu nośnego,
- dozownik,
- kolumna chromatograficzna umieszczona w piecu chromatograficznym,
- detektor,
- rejestrator (komputer).

Warunki GC

- Chromatograf gazowy/Spektrometr mas Clarus SQ 8
- Kolumna 30 m x 0.25 mm x 0.25 μ m Elite-5MS
- Piec chromatograficzny 35 °C for 5 min, po czym 6 °C/min do 230°
- Injector Programmable Split Splitless (PSS), 90 °C, Split OFF
- Gaz nośny hel z prędkością przepływu 0.8 mL/min
- przy ciśnieniu początkowym 15.0 psig

Warunki w Headspace System

- Ustalenie równowagi w wialce w temp. 80 °C przez 20 min
- Nastrzyk w temp. 120 °C
- Linia transferowa o temp. 140 °C
- Gaz nośny hel
- Czas suszenia 5 min
- Jeden cykl ekstrakcyjny przy ciśnieniu 25 psig

Przygotowanie próbki

- Próbki piwa po 5 mL każda zostały wprowadzone do wialek , które następnie zostały uszczelnione
- Analizę ilościową wybranych związków wykonano metodą wzorca zewnętrznego, którym był 2-propylobenzol



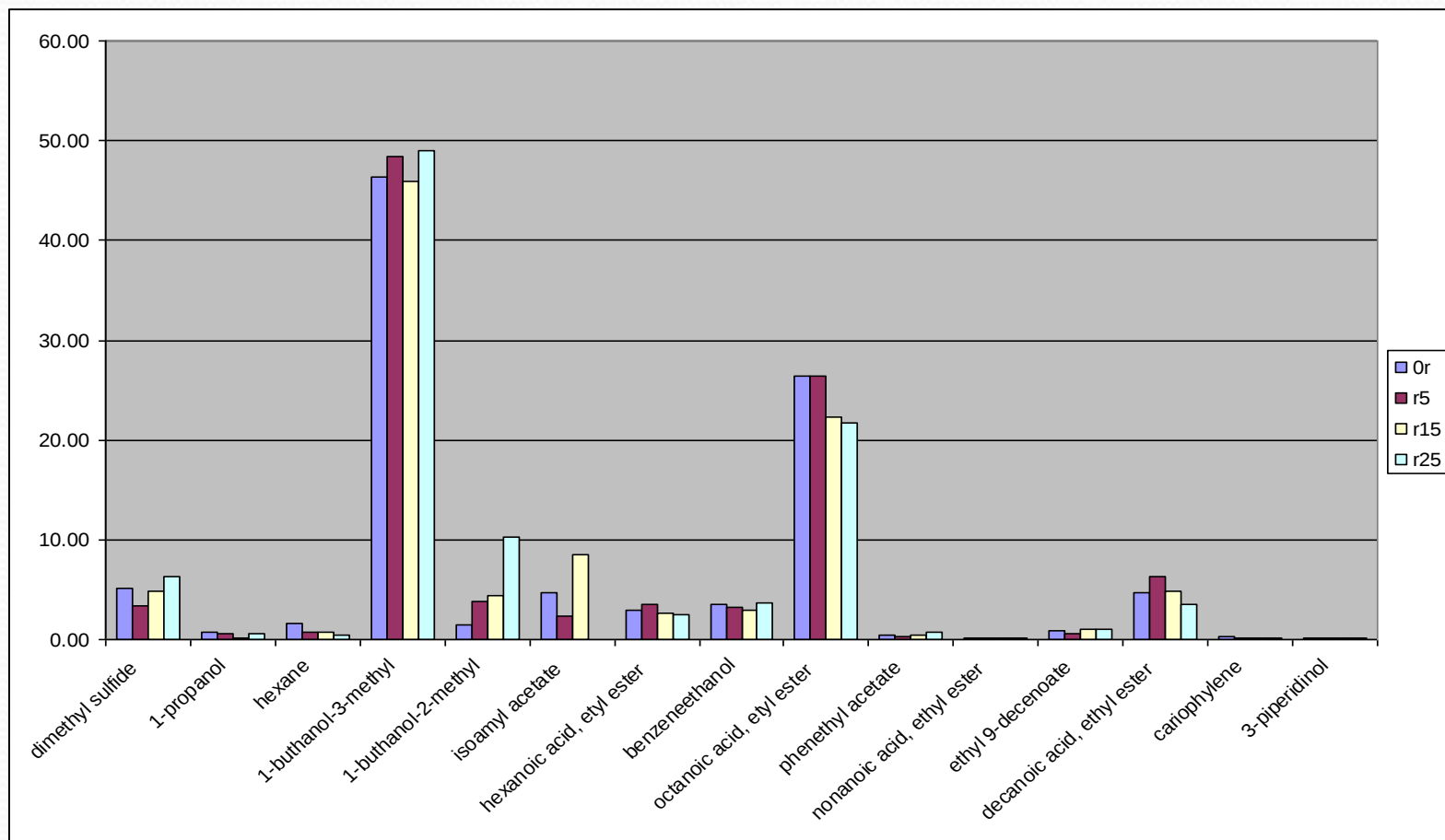
Udział związków lotnych w piwie z 5, 15 i 25% udziałem ryżu (%)

	or		r5		r15		r25
	srenid	odchylenie	srednia	odchylenie	srednia	odchylenie	srednia
dimethyl sulfide	5.17	2.54	3.36	0.40	4.91	0.21	6.29
1-propanol	0.74	0.27	0.54	0.56	0.20	0.35	0.64
hexane	1.64	1.38	0.78	0.87	0.71	0.52	0.43
1-buthanol-3-methyl	46.37	7.53	48.38	22.84	45.91	11.40	48.95
1-buthanol-2-methyl	1.45	2.52	3.84	3.41	4.43	1.73	10.20
isoamyl acetate	4.65	4.11	2.30	0.33	8.44	1.11	0.00
2-propylobenzol(IS)	0.47	0.40	0.12	0.09	0.19	0.24	0.11
hexanoic acid, etyl ester	2.95	0.85	3.50	1.47	2.59	0.47	2.52
benzeneethanol	3.51	1.16	3.27	0.87	2.92	0.68	3.62
octanoic acid, etyl ester	26.44	6.08	26.47	14.08	22.36	5.21	21.69
phenethyl acetate	0.45	0.17	0.26	0.10	0.47	0.10	0.68
nonanoic acid, ethyl ester	0.12	0.04	0.14	0.07	0.08	0.02	0.07
ethyl 9-decenoate	0.82	0.15	0.59	0.40	1.00	0.27	0.97
decanoic acid, ethyl ester	4.72	2.57	6.30	1.56	4.86	1.03	3.55
cariophylene	0.33	0.44	0.08	0.02	0.09	0.06	0.11
3-piperidinol	0.16	0.05	0.08	0.03	0.18	0.03	0.17

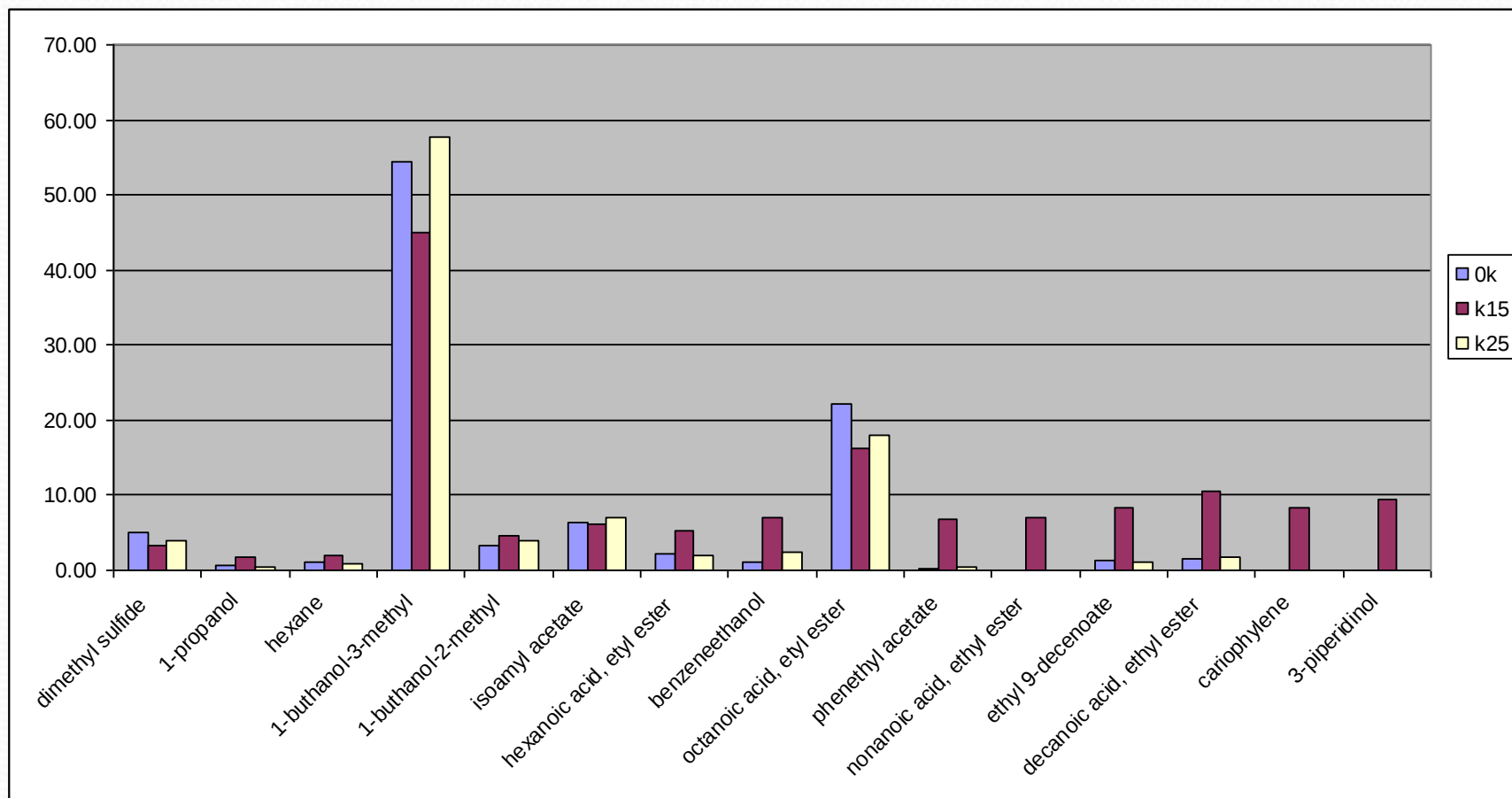
Udział związków lotnych w piwie z 15 i 25% udziałem kukurydzy

	ok		k15		k25	
	sredia	odchylenie	srednia	odchylenie	srednia	odchylenie
dimethyl sulfide	5.06	1.68	3.27	0.31	3.96	0.60
1-propanol	0.57	0.05	1.69	1.83	0.45	0.02
hexane	1.05	0.93	1.90	2.24	0.84	0.60
1-buthanol-3-methyl	54.32	4.51	45.09	29.79	57.61	3.66
1-buthanol-2-methyl	3.30	2.87	4.63	2.07	4.02	0.25
isoamyl acetate	6.38	0.67	6.21	2.70	6.93	0.43
2-propylobenzol(IS)	0.36	0.27	4.04	6.63	0.29	0.24
hexanoic acid, etyl ester	2.29	0.15	5.36	6.67	2.00	0.22
benzeneethanol	1.11	1.00	7.05	8.16	2.35	0.55
octanoic acid, etyl ester	22.10	2.22	16.15	2.50	17.89	3.06
phenethyl acetate	0.28	0.10	6.86	11.46	0.40	0.04
nonanoic acid, ethyl ester	0.09	0.02	7.06	12.13	0.08	0.02
ethyl 9-decenoate	1.39	0.48	8.33	12.90	1.17	0.16
decanoic acid, ethyl ester	1.59	0.24	10.52	11.17	1.83	0.34
cariophylene	0.06	0.02	8.24	14.15	0.11	0.06
3-piperidinol	0.04	0.08	9.35	15.91	0.06	0.04

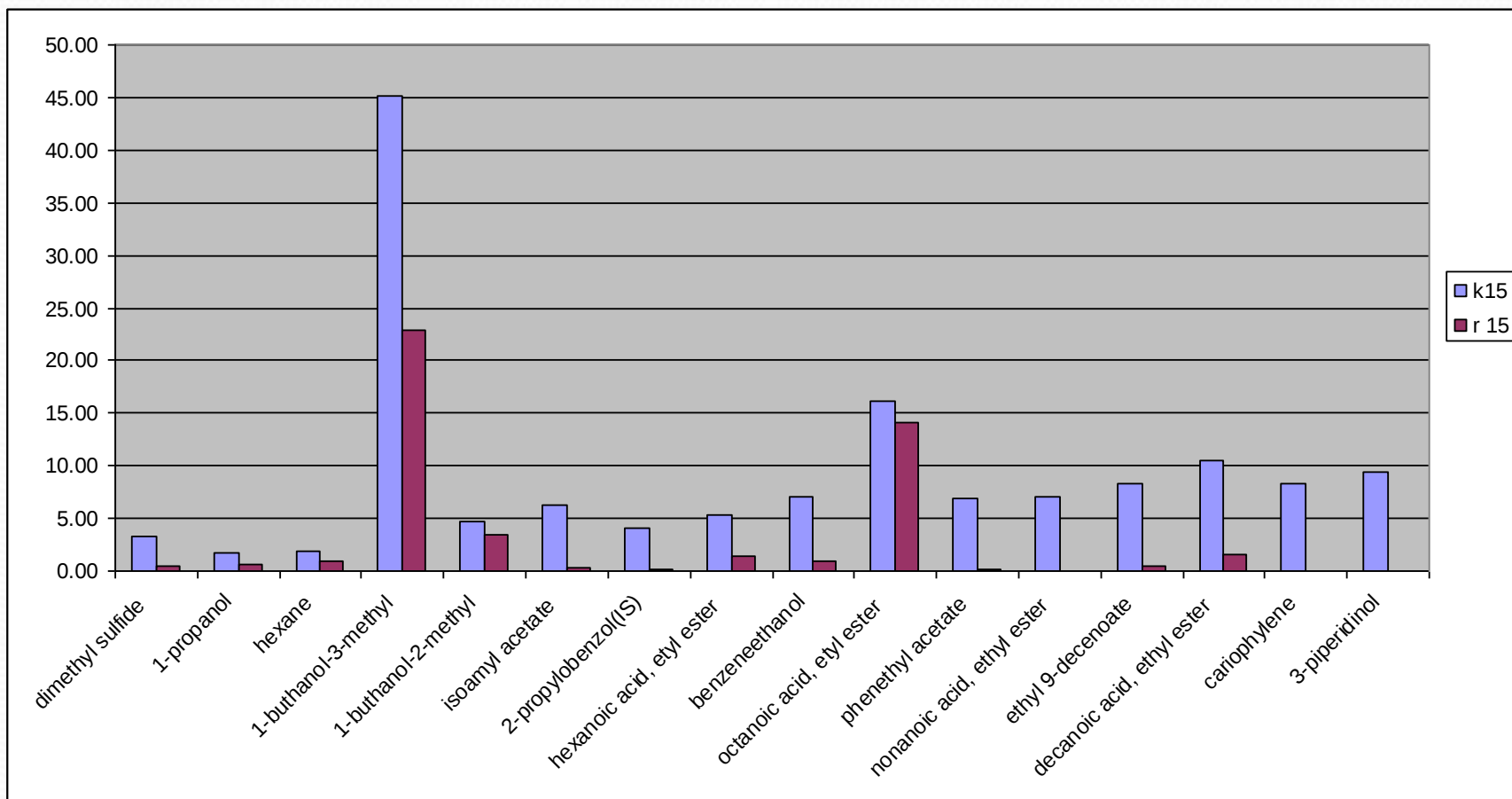
Profil związków lotnych w piwie wyprodukowanym z udziałem ryżu



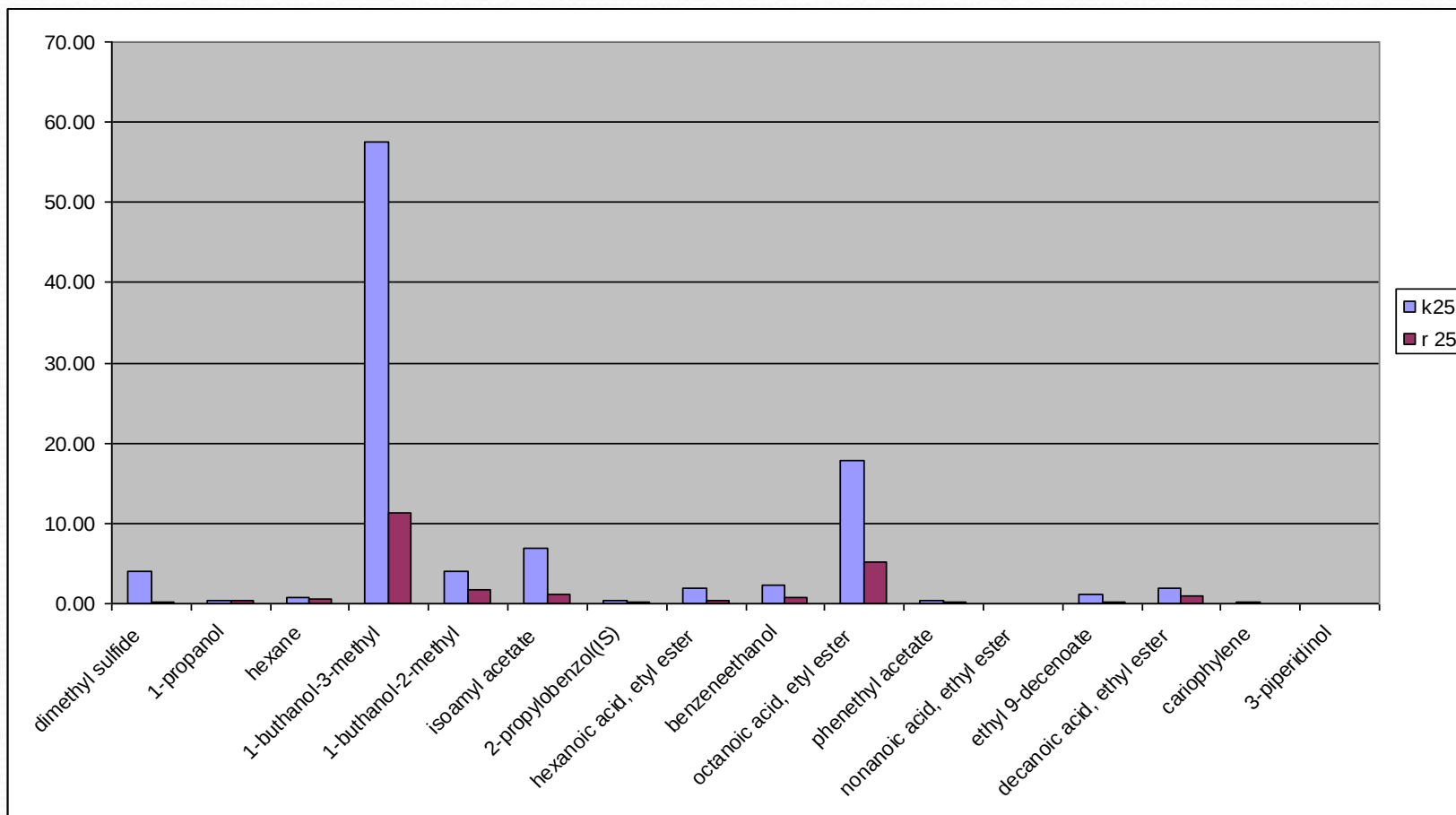
Profil związków lotnych w piwie wyprodukowanym z udziałem kukurydzy



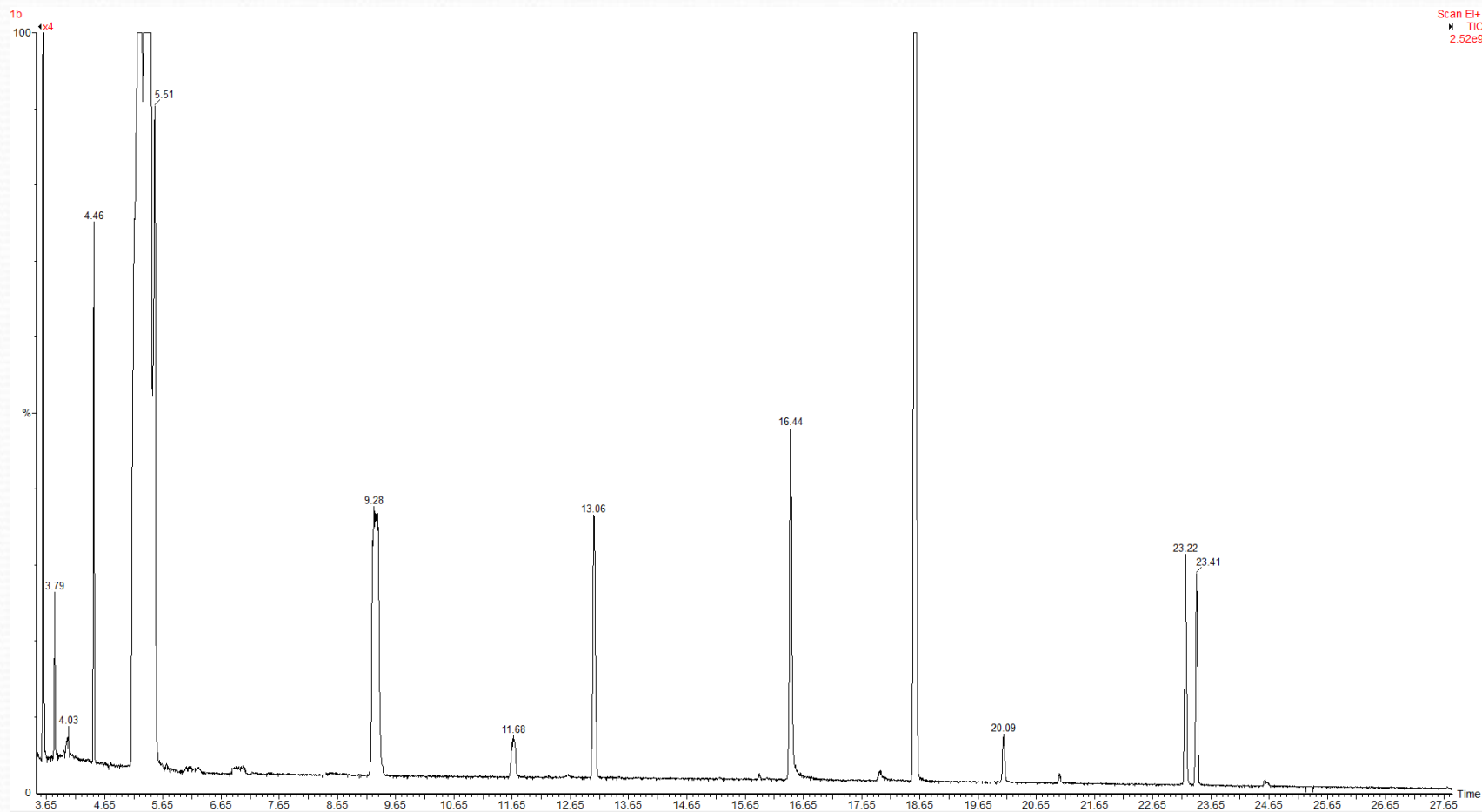
Porównanie profili związków lotnych w piwie z 15% udziałem surowców niesłodowanych



Porównanie profili związków lotnych w piwie z 25% udziałem surowców niesłodowanych



Chromatogram związków lotnych w piwie - GCMS



Wnioski

- Analizowane związki lotne były identyfikowane na podstawie literatury oraz bibliotek badanych Wiley oraz NIST 11.
- Metodą GC-MS wykryto i zidentyfikowano 16 LZO.
- Dominującą grupę związków stanowiły alkohole oraz estry.

Wnioski

- Technika HS-GC/MS jest użytecznym narzędziem pozwalającym na różnicowanie piwa w zależności od rodzaju stosowanych surowców
- Kolejnym etapem badań będzie wykorzystanie panelu sensorycznego w odniesieniu do danych uzyskanych w wyniku zastosowania technik chromatograficznych.