

2.21.5.5 Vicinale Diketone (Diacetyl, 2,3-Pentandion) (EBC-Methode)

Photometrische Bestimmung

Beim Hefestoffwechsel entstehen im Verlauf der Gärung 2-Acetylacetat und 2-Acetylhydroxybutyrat. Durch Oxidation erfolgt eine Umwandlung in die vicinalen Diketone Diacetyl (2,3-Butandion) und 2,3-Pentandion. Diacetyl kann aber auch als charakteristisches Stoffwechselprodukt bestimmter Mikroorganismen auftreten. Sobald der Schwellenwert überschritten ist, erhält das Bier ein Fehl aroma.

Die photometrische Bestimmungsmethode wird in der Betriebskontrolle verschiedentlich der gaschromatographischen Methode vorgezogen, da sie schnell und ohne großen apparativen Aufwand durchgeführt werden kann. Sie erlaubt aber nicht die wünschenswerte Differenzierung zwischen Diacetyl und Pentandion.

Prinzip

Die Grundlage der Methode ist die Reaktion zwischen Diacetyl bzw. 2,3-Pentandion und 1,2-Phenylendiamin unter Bildung von 2,3-Dimethylchinoxalin, das eine spezifische Absorption bei 335 nm aufweist.

Geräte

Wasserdampfdestillationsapparatur, z. B. Büchi oder Gerhardt
Spektralphotometer, 335 nm
Quarzküvetten, 2-cm-Schichtdicke

Reagenzien

Salzsäure, 4 N

1,2-Phenylendiamin, 1 % in 4 N Salzsäure (Lösung jeweils am Tag der Anwendung frisch herstellen und im Dunkeln aufbewahren). 1,2-Phenylendiamin ist giftig und ein Allergen; es ist vorsichtig zu handhaben, mit Handschuhen arbeiten.

Antischaum-Emulsion (frei von Diketonen)

Ausführung

- 100 g nicht entkohlensäuerter Bier in vorgeheizte Destillierapparatur geben
- einen Tropfen Antischaumemulsion zufügen
- Dampfzufuhr so regeln, dass in 2 min ca. 25 ml Destillat übergehen
- Destillat in 25-ml-Messkolben auffangen und mit H₂O auf 25 ml auffüllen
- je 10 ml des durchmischten Destillates in zwei 50-ml-Erlenmeyerkolben einpipettieren (Hauptwert, Blindwert)
- zum Hauptwert 0,5 ml 1,2-Phenylendiaminlösung zusetzen, mischen und 30 min im Dunkeln stehen lassen
- zum Blindwert 2,5 ml 4 N HCl zusetzen

- zum Hauptwert 2 ml 4 N HCl zusetzen
- innerhalb von 20 min Extinktion des Hauptwertes gegen Blindwert bei 335 nm in 2-cm-Küvetten messen (E)

Berechnung

Vicinale Diketone (mg/kg) = $E \times 1,2$

(Kalibrierfaktor von 1,2 bei Verwendung von mehrfach gereinigtem Fluka-Diacetyl)

Angabe der Ergebnisse

In mg/kg mit zwei Dezimalen

Genauigkeit

$r = 0,03$

Sollwert

Für helles Vollbier
< 0,15 mg/kg

Bemerkungen

Im abgefüllten Bier vorhandene Acetohydroxysäuren werden bei Anwesenheit von O₂ zu Diketonen oxidiert. Die Bierprobe kann zur Analyse des Gesamt-Diketongehaltes vor der eigentlichen Analyse 1,5 h bei 70 °C temperiert werden.

Der Bestimmungsansatz nach A-EBC weicht von dem hier angegebenen etwas ab.
Die Genauigkeit wurde 1998 mit 7 Teilnehmern und 5 Bieren im Bereich 0,06–0,13 mg/l ermittelt mit:
r = 0,02; R = 0,06

Hinweis

Küvettentest LCK 242, Dr. Lange, Berlin. www.drlange.de

Literatur

K.D. Esser und C. Kremkow, MB 23,11(1970)
K-B, S. 250
A-EBC, 9.24.1
M. Benard, MBWiss 53, 101 (2000)