

Kvantitativní analýza volného dimethylsulfidu a jeho prekurzorů ve sladu a pivu

663.4

II. Kvantitativní analýza volného dimethylsulfidu a jeho prekurzorů v mladině a pivu

Ing. J. ČULÍK, CSc., Ing. V. KELLNER, CSc., Ing. B. ŠPINAR, CSc., Z. RÖSSNEROVÁ, L. VESELÝ, Výzkumný ústav pivovarský a sladařský, 120 44 Praha 2.

Klíčová slova: dimethylsulfid, prekurzory, headspace analýza, mladina, pivo

ÚVOD

Obsah dimethylsulfidu (DMS) v pivu je v současné době rutinně stanovován v mnohých laboratořích pomocí plynové chromatografie využívající headspace techniky. Detekce DMS se provádí převážně pomocí plamenoionizačního (FID) nebo plamenofotometrického detektoru (FPD) [1, 2, 3].

Metody stanovení DMS resp. jeho prekurzorů (PDMS) v pivu lze pouze s drobnými úpravami aplikovat na stanovení těchto látek v mladině, neboť složení matric je velmi podobné.

S ohledem na absenci referenčních metod [3] je pro kontrolní účely nutno zaměřit pozornost na vzájemné porovnání a diskusi metod statické headspace analýzy pracujících na principu interního standardu (IS) a standardního přídatku (SP), resp. posouzení iterační metody autorů Lee a Sieberta [4] využívající ke zpřesnění výsledků matematický model.

TESTOVÁNÍ PLAMENOFOTOMETRICKÉHO DETEKTORU (FPD) PRO STANOVENÍ DIMETHYLSULFIDU POMOCÍ INTERNÍHO STANDARDU ETHYLMETHYLSULFIDU (EMS) V MLADINĚ A PIVU

Plamenofotometrický detektor (FPD) se vyznačuje značnou nelinearitou a závislostí odezvy na typu matrice.

Z tohoto důvodu byla studována závislost odezvy detektoru FPD na koncentraci DMS resp. EMS v mladině a pivu.

Závislost odezvy detektoru FPD na koncentraci stanovené látky lze vyjádřit vztahem (1) [5, 6].

$$Y = k \cdot c^n \quad (1)$$

kde Y je odezva detektoru

k – konstanta

c – celková koncentrace stanovované látky

n – konstanta závislá na stavbě molekuly stanovované látky

Testování detektoru FPD bylo prováděno za podmínek shodných s těmi, jež byly uvedeny v první části [5].

Získané výsledky jsou uvedeny v tab. 1 a 2.

Tabulka 1. Hodnoty exponentu n získané u různých vzorků 10 % světlých mladin metodou interního standardu.

Vzorek mladiny č.	Exponent n	
	pro DMS	pro EMS
1	1,2	1,3
2	1,8	1,6
3	1,5	1,4
4	1,3	1,3
5	1,5	1,4
6	1,9	1,8
	průměr = 1,5	průměr = 1,5

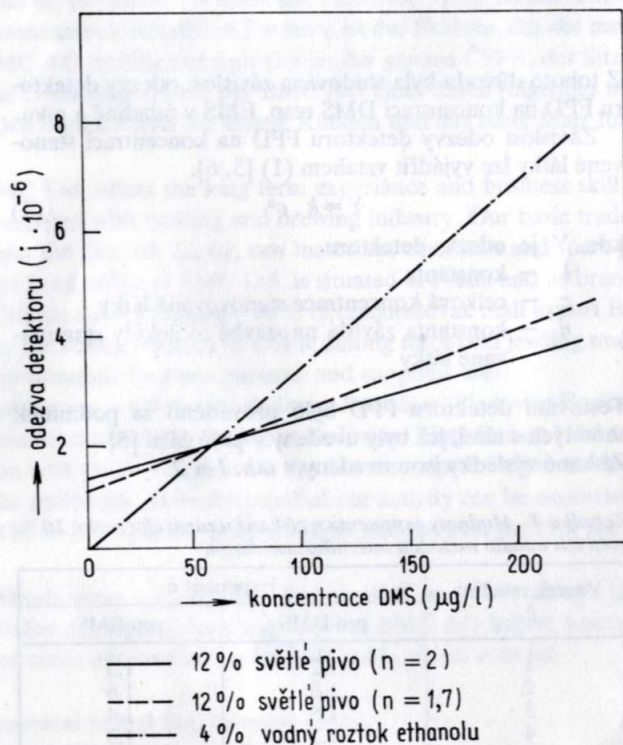
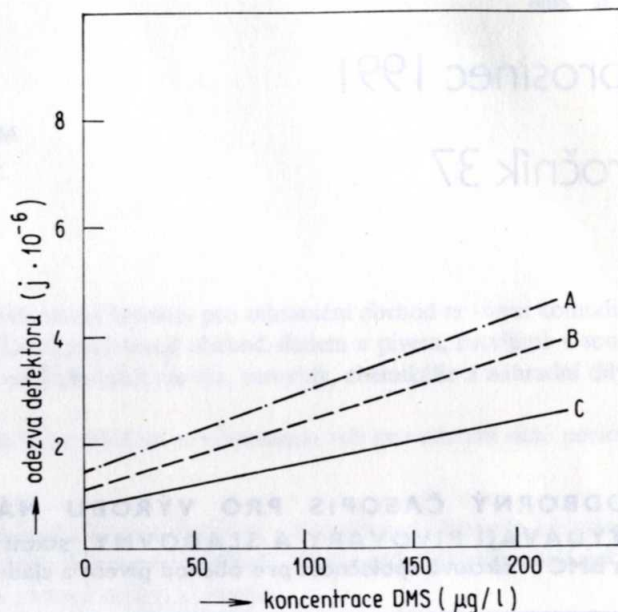
Tabulka 2. Hodnoty exponentu n získané pro různé vzorky 10 % světlých pív.

Vzorek piva č.	Exponent n	
	pro DMS	pro EMS
1	1,7	1,7
2	1,2	1,1
3	1,4	1,3
4	1,5	1,6
5	1,9	1,9
6	1,3	1,4
7	1,1	1,1
8	1,6	1,5
9	1,5	1,5
10	1,6	1,7
průměr = 1,5		průměr = 1,5

Z těchto výsledků vyplývá, že hodnota exponentu n závisí na druhu matrice a z tohoto důvodu je tuto skutečnost nutno brát v úvahu při stanovení obsahu DMS v různých druzích mladiny a pív.

V případě analýz stejného typu provozních mladiny resp. pív lze předpokládat pouze nepatrné kolísání hodnoty exponentu n , a proto většinou postačí stanovit hodnotu exponentu n výše uvedenou metodou pouze na začátku pokusů. Naopak při přesném stanovení obsahu DMS v neznámém vzorku piva je vhodné v optimálním případě provést přesné stanovení exponentu n , neboť v případě, že je použita často uznaně uváděná hodnota $n = 2$ [1] nebo kalibrační křivka DMS např. ve 4% ethanolu, je možno se dopustit značných chyb (obr. 1 a 2).

Je zřejmé, že odezva detektoru FPD je, kromě obsahu alkoholu v matrici, silně ovlivňována i látkami koelujícími s látkou stanovovanou (tzv. quenching efekt) [4].

Obr. 1. Porovnání kalibračních křivek u vzorku 12% světlého piva konstruovaných pro různé hodnoty exponentu n a modelové kalibrační křivky DMS ve 4% vodném roztoku ethanoluObr. 2. Porovnání kalibračních křivek získaných metodou standardních přídavek u 10% světlých pív různých výrobců ($n = 2$)

POROVNÁNÍ OBSAHU DMS V MLADINĚ A PIVU ZJIŠTĚNÉHO POMOCÍ INTERNÍHO STANDARDU (IS) A STANDARDNÍHO PŘÍDAVKU (SP)

Z praktických důvodů je v běžné praxi, kdy jsou zpracovávány větší série vzorků, téměř nemožné pro každý vzorek mladiny, resp. piva konstruovat vlastní kalibrační křivku. Z tohoto důvodu bylo provedeno porovnání metody stanovení DMS v mladíně a pivu pomocí metody SP a IS při hodnotě exponentu n rovné 2.

POSTUP STANOVENÍ DMS A PDMS V PIVĚ RESP. MLADINĚ METODOU IS RESP. SP

Obsah volného DMS v mladíně a pivu lze stanovit přímo metodou statické headspace. PDMS lze po jejich převedení na DMS pomocí alkalické hydrolyzy stanovit shodným způsobem.

10 ml piva (10 g mladiny) se napipetuje do ampule a přidá se 100 μ l roztoku vnitřního standardu EMS (konc. 10 mg/l ethanolu) v případě vyhodnocení pomocí IS nebo 100 μ l roztoku DMS (konc. 10 mg/l 96% ethanolu) v případě vyhodnocení pomocí SP.

Ampule se uzavře septem a po temperaci se stanoví obsah DMS. Při stanovení celkového obsahu DMS (CDMS) se přidá do ampule ještě roztok 0,5 ml NaOH o koncentraci 10 mol/l a po uzavření se obsah vaří po dobu jedné hodiny na vodní lázni. Po ochlazení se stanoví obsah CDMS jako suma původního volného DMS a DMS uvolněného alkalickou hydrolyzou.

Obsah PDMS se vypočte jako rozdíl obsahu CDMS a volného DMS. S ohledem na nelinearitu detektoru FPD je nutno dbát na vzájemnou porovnatelnost velikostí píků DMS resp. EMS při kalibraci a při vlastním stanovení.

VÝSLEDKY POROVNÁNÍ OBOU METOD IS A SP

Porovnány byly výsledky získané u vzorků jednoho výrobce (tab. 3) i u vzorků různých výrobců (tab. 4). Každý

Tabulka 3. Porovnání výsledků obsahu DMS ve vzorcích pív jednoho výrobce získaných metodou IS a SP (10 a 12 % světlá piva)

Vzorek	IS		SP	
	obsah DMS ($\mu\text{g/l}$)	$(s_x)_{\text{rel}}$ (%)	obsah DMS ($\mu\text{g/l}$)	$(s_x)_{\text{rel}}$ (%)
1–12 %	30,6	12,6	14,1	13,7
2–12 %	25,6	18,1	25,5	14,3
3–12 %	17,8	14,5	20,3	18,9
4–12 %	20,3	15,8	20,9	21,6
5–10 %	14,1	23,4	14,2	17,8
6–10 %	19,4	30,1	13,0	21,5
7–10 %	23,7	13,8	36,9	20,3
8–10 %	24,3	15,6	19,9	14,2
	$(s_x)_{\text{rel}} = 18,0$		$(s_x)_{\text{rel}} = 17,8$	
	$t_\alpha = 0,461$		$t_{\text{krit}} = 1,895$	

$(s_x)_{\text{rel}}$ = směrodatná odchylka průměru čtyř nezávislých měření jednoho vzorku
 $(s_x^-)_{\text{rel}}$ = směrodatná odchylka průměru souboru

Tabulka 4. Porovnání výsledků obsahu DMS ve vzorcích pív různých výrobců získaných metodou interního standardu a standardního přídatku.

Vzorek	IS		SP	
	obsah DMS ($\mu\text{g/l}$)	$(s_x)_{\text{rel}}$ (%)	obsah DMS ($\mu\text{g/l}$)	$(s_x)_{\text{rel}}$ (%)
A – 10 % sv.	8,6	14,7	11,8	12,5
B – 10 % sv.	8,7	12,3	12,5	15,8
C – 11 % sv.	4,9	10,8	6,9	11,9
D – 11 % sv.	15,5	13,8	15,7	13,2
E – 10 % sv.	14,0	23,4	16,4	25,0
F – 12 % tm.	5,4	37,6	6,5	30,2
G – 12 % sv.	9,0	16,2	12,6	18,3
H – 12 % sv.	16,8	21,0	16,3	20,1
I – 12 % sv.	22,0	18,5	20,6	17,6
J – 12 % sv.	47,2	26,5	37,2	22,4
K – 12 % sv.	45,3	23,1	34,9	21,2
L – 12 % sv.	29,8	19,6	24,6	16,5
M – Japonsko	15,7	17,2	18,1	15,7
N – Japonsko	10,0	16,9	12,4	17,8
	průměr = 18,1 ($s_x^-)_{\text{rel}} = 19,4$		průměr = 17,6 ($s_x^-)_{\text{rel}} = 18,4$	
	$t_\alpha = 0,359$		$t_{\text{krit}} = 1,771$	

vzorek byl analyzován minimálně čtyřikrát a u souboru byla vypočtena průměrná relativní směrodatná odchylka výsledků jednotlivých vzorků $(s_x)_{\text{rel}}$. Vzájemná porovnatelnost získaných výsledků u různých metod byla ověřena jednovýběrovým T-testem [7]. Vypočtené (t_α) a kritické hodnoty (t_{krit}) Studentova rozdělení jsou uvedeny u příslušných tabulek. Obdobně bylo postupováno při porovnání výsledků obsahu PDMS v jednotlivých vzorcích (tab. 5).

Z uvedených výsledků vyplývají následující závěry. V případě volného DMS byla u obou metod dosažena uspokojivá shoda, přičemž lze považovat docílené průměrné relativní směrodatné odchylky nepřesahující 20 % za uspokojivé.

V případě PDMS nelze považovat docílené výsledky za vyhovující a je zřejmé, že tento postup nevykazuje správné a přesné výsledky. Vysoké hodnoty směrodatných odchylek opakovaných měření u jednotlivých vzorků lze vysvětlit přítomností značného množství konkurenčních reakcí (Maillardových apod.) působících zřejmě nestechiometrickou konverzi PDMS na volný DMS, popř. jeho následné

Tabulka 5. Porovnání metod interního standardu a standardního přídatku při stanovení obsahu PDMS ve vzorcích pív různých výrobců.

Vzorek	IS		SP	
	obsah DMS ($\mu\text{g/l}$)	$(s_x)_{\text{rel}}$ (%)	obsah DMS ($\mu\text{g/l}$)	$(s_x)_{\text{rel}}$ (%)
A – 11 % sv.	36,6	76	59,8	70
B – 12 % sv.	115	120	118	100
C – 12 % sv.	69,2	54	104	76
D – 12 % sv.	48,9	32	91,1	39
E – 12 % sv.	58,9	41	79,3	45
	průměr = 65,7 ($s_x^-)_{\text{rel}} = 64,6$		průměr = 90,4 ($s_x^-)_{\text{rel}} = 66$	
	$t_\alpha = 3,685$		$t_{\text{krit}} = 2,132$	

reakce s dalšími látkami v silně alkalickém prostředí. Je otázkou, zda lze považovat tento způsob drastické alkalické hydrolýzy za vyhovující.

STANOVENÍ DMS V PIVU POMOCÍ ITERAČNÍHO POSTUPU

Tato metoda byla navržena Lee a Siebertem [4] s ohledem na neuspokojivé výsledky dosažené v oblasti kvantitativní analýzy volného DMS v pivu. Autoři navrhli iterační postup umožňující přesné stanovení mocninového koeficientu n pro dané pivo v poměrně širokém koncentračním rozmezí přítomného DMS. Vycházejí z toho, že lze velikost odezvy detektoru FPD vyjádřit vztahem (1).

V případě, že k původně přítomnému DMS ve vzorku přidáme známé množství DMS, lze zapsat vztah (1) následujícím způsobem:

$$Y = k \cdot (x + c)^n \quad (2)$$

kde Y je odezva detektoru

k – konstanta

x – neznámé původní množství DMS

c – přidávané množství DMS

n – konstanta závislá na stavbě molekuly stanovené látky

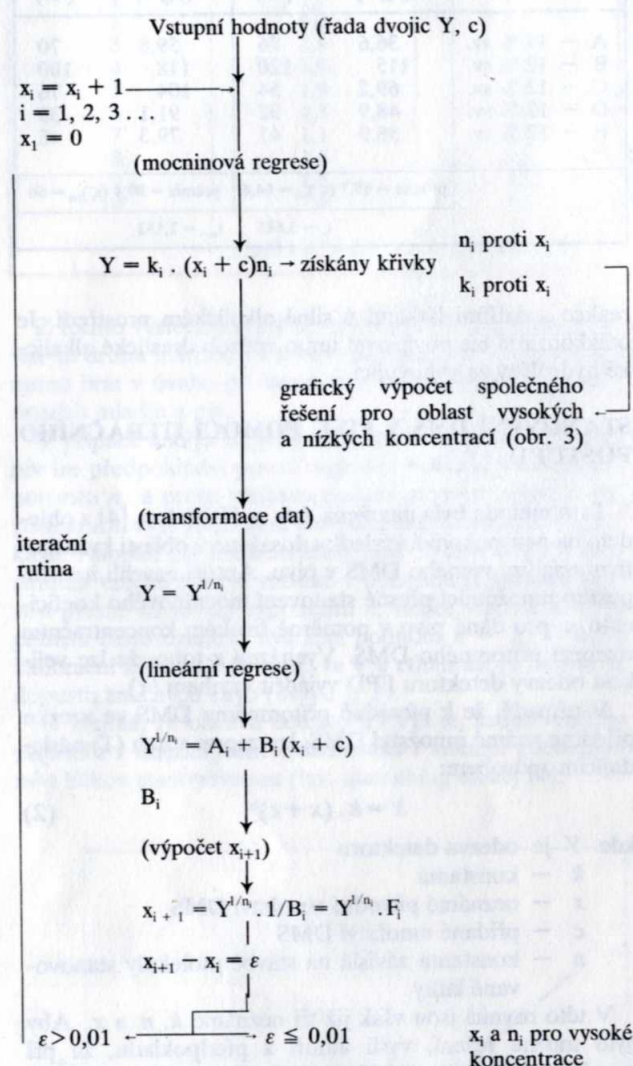
V této rovnici jsou však již tři neznámé k , n a x . Aby bylo možné řešení, vyšli autoři z předpokladu, že při množství přidávaného DMS řádově převyšujícím původní obsah volného DMS, lze vliv původního DMS na odezvu detektoru zanedbat. Vhodným řešením rovnic pro oblast vysokých a nízkých koncentrací DMS lze vypočítat obsah volného DMS ve vzorku i další konstanty.

Protože se jedná o poměrně náročný výpočet, Lee a Siebert navrhli pro oblast vysokých koncentrací DMS následující iterační postup (schéma 1.). Řada dvojic hodnot Y , c odpovídá odezvě detektoru na rostoucí přidávky známého množství DMS k neznámému vzorku odpovídající dané oblasti koncentrací. Výsledkem iteračního postupu je znalost vzájemné závislosti n_i a x_i resp. k_i a x_i a vypočtené hodnoty x a n pro tuto oblast. V oblasti nízkých koncentrací se postupuje podle následujícího schématu (schéma 2.).

Společným řešením obou rovnic je jejich průsečík. Vynesou-li se například na osu y příslušné exponenty n_i proti x_i získané pro oblast vysokých a nízkých koncentrací DMS, průsečík obou přímek odpovídá obsahu DMS ve vzorku. Při analýze vzorku 12% piva byly získány následující hodnoty (tab. 6 a 7). Po vynesení dvojic x_i proti n_i u obou koncentračních rozmezí odpovídá průsečíku pří-

mek hodnota exponentu $n = 1,7$ a obsahu DMS $35 \mu\text{g/l}$ (obr. 3). V běžné praxi byl ve většině případů potřebný

Schéma 1. Výpočet kalibrační křivky pro oblast vysokých koncentrací DMS ($800\text{--}2000 \mu\text{g/l}$)



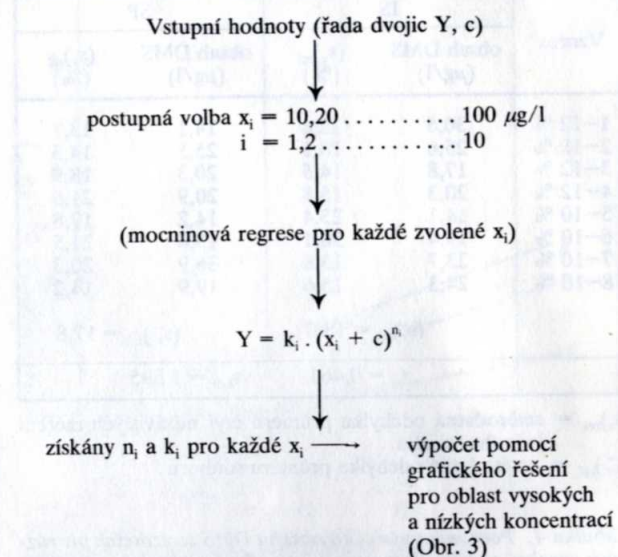
c = přidané množství DMS v rozmezí 800 až $2000 \mu\text{g/l}$
 Y = odezva detektoru po přidavku DMS
 x_i = množství původního DMS vypočítané iterací v jednotlivých krocích
 k_i = konstanta vypočtená iterací v jednotlivých krocích

Tabulka 6. Hodnoty získané iterací v oblasti vysokých koncentrací DMS (12% světlé pivo).

i	x_i	n_i	$k_i \cdot 10^{-4}$	F_i	$A_i \cdot 10^{-2}$	$B_i \cdot 10^{-3}$
1	0	1,655	4,37	107,1	1,98	9,34
2	7,2	1,665	4,02	109,4	7,83	9,14
3	7,5	1,655	4,02	109,4	8,33	9,14

i = počet iterací kroků
 x_i = vypočítané množství původního DMS pomocí iterací
 n_i = mocninový exponent
 k_i = konstanta
 F_i, A_i, B_i = proměnné iterací cyklu

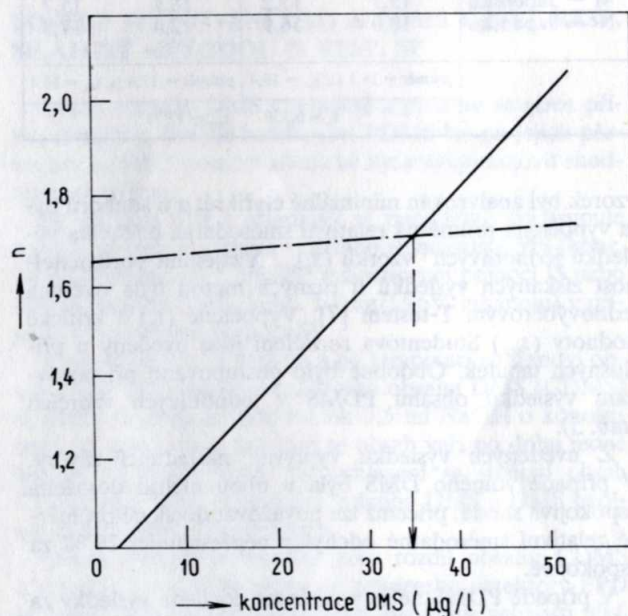
Schéma 2. Výpočet kalibrační křivky pro oblast nízkých koncentrací DMS ($10\text{--}100 \mu\text{g/l}$)



c = přidané množství DMS v rozmezí 10 až $100 \mu\text{g/l}$
 Y = odezva detektoru po přidavku DMS
 x_i = zvolené předpokládané množství DMS ve vzorku
 k_i = konstanta vypočtená v příslušném iteracím kroku

Tabulka 7. Hodnoty získané v oblasti nízkých koncentrací DMS (12% světlé pivo)

i	x_i	n_i	$k_i \cdot 10^{-3}$
1	20	1,365	1,65
2	30	1,595	0,46
3	35	1,707	0,25
4	40	1,818	0,14
5	50	2,036	0,042



— křivka pro nízké koncentrace DMS (tab. 7)
 - - - křivka pro vysoké koncentrace DMS (tab. 6)

Obr. 3. Výsledné grafické určení obsahu DMS ve vzorku 12% světlého piva pomocí iterací metody

počet iteračních kroků v oblasti vysokých koncentrací DMS roven 5.

Pro výpočet pomocí iterační metody byl vypracován vlastní program umožňující zpracování výsledků na počítači pracujícím s jazykem Basic.

VZÁJEMNÉ POROVNÁNÍ VÝSLEDKŮ RŮZNÝCH KALIBRAČNÍCH METOD

V tabulce 8 jsou pro vzájemné porovnání shrnuty výsledky analýz pív pracujících metodou IS, SP a metodou iterační.

Ze získaných výsledků vyplývá, že iterační metoda poskytuje výsledky srovnatelné s metodami IS a SP.

Tabulka 8. Porovnání výsledků stanovení volného DMS pomocí různých metod (10% světlé pivo)

Pivo vz.	Iterační metoda	Metoda IS		Metoda SP	
	obsah DMS ($\mu\text{g/l}$)	obsah DMS ($\mu\text{g/l}$)	rozdíl (%)	obsah DMS ($\mu\text{g/l}$)	rozdíl (%)
A	6,5	4,9	-25	6,9	+8
B	28	22	-21	21	-25
C	45	52	+16	56	+24
D	8,6	10	+16	12	+40
E	17	17	0	16	-6
F	53	45	-15	35	-34
G	24	30	+25	25	+4

Rozdíl (%) = vyjádření rozdílu výsledků mezi metodami IS, SP a iterační metodou vztážené na výsledek iterační metody

Pro dvojici iterační metoda = IS $t_a = 0,081$

Pro dvojici iterační metoda = SP $t_a = 0,425$

Pro dvojici IS = SP $t_a = 0,706$

Pro výše uvedené dvojice $t_{\text{krit}} = 1,944$

O správnosti výsledků jsme se nemohli s ohledem na absenci referenční metody pro stanovení DMS v pivu přesvědčit [3]. Lee a Siebert [4] navrhuje další možná zlepšení této metody využívající možnosti zavedení korekčních faktorů eliminujících quenching efekt apod. Z praktického hlediska se jedná o metodu velmi časově náročnou a pro běžnou rutinní analýzu ztěžuje upotřebitelnou, neboť pro konstrukci kalibračních křivek je zapotřebí provést minimálně 15 měření. Je diskutabilní, zda má zpřesňování výsledků pomocí iterační metody při komplikacích, se kterými se při stanovení DMS a jeho prekurzorů setkáváme, praktický smysl.

O potížích spojených se stanovením volného DMS a PDMS svědčí ostatně i skutečnost, že do současné doby nebyla zveřejněna referenční metoda pro stanovení volného DMS resp. PDMS v mladíně a pivu.

ZÁVĚR

Vzájemným porovnáním výsledků metod pracujících s interním standardem a standardním přídatkem byla potvrzena srovnatelnost těchto metod. Metodu interního standardu lze s výhodou použít u vzorků pív o známém složení a při jejich velkých sériových analýzách. Metodu standardního přídatku lze doporučit zejména tam, kde jsou analyzovány vzorky neznámé a kde není možno vyloučit vliv neznámých koeluujících látek na odezvu detektoru. Jak u metody interního standardu tak i standardního přídatku je nezbytné dbát na dodržení vzájemné srovnatelnosti ploch píků látky stanovené a interního standardu resp. standardního přídatku, neboť nedodržení této zásady může při značné nelinearitě odezvy detektoru FPD vést k závažným chybám.

Iterační metoda do jisté míry nevýhody obou uvedených metod eliminuje, avšak pro svoji značnou komplikovanost a časovou náročnost není pro běžnou rutinní analýzu vhodná.

Dosažené výsledky při stanovení PDMS v mladíně a pivu nelze považovat za uspokojivé. O správnosti a přesnosti výsledných hodnot lze s ohledem na jejich značné kolísání pochybovat, avšak s určitým odstupem je možno získaných výsledků využít například k porovnání účinků různých technologických zásahů ve výrobě.

Literatura

- [1] Report of Subcommittee on Gas Chromatography: J. Am. Soc. Brew. Chem., **42**, 1984, s. 121.
- [2] Report of Subcommittee on Gas Chromatography: J. Am. Soc. Brew. Chem., **41**, 1983, s. 91.
- [3] BAKER, C. D.: J. Inst. Brew., **95**, 1988, s. 325.
- [4] LEE, S. J., SIEBERT, K. J.: J. Am. Soc. Brew. Chem., **44**, 1986, s. 57.
- [5] ČULÍK, J., KELLNER, V., ŠPINAR, B.: Kvas. prům., **37**, 1991, s. 225.
- [6] BURNETT, C. H., ADAMS, D. F., FARAWELL, S. O.: J. Chromatogr. Sci., **15**, 1977, s. 230.
- [7] ECKSCHLAGER, K. et al.: Vyhodnocování analytických výsledků a metod, Praha, SNTL, 1980, s. 44.

Lektoroval doc. ing. J. Čepička, CSc.

Čulík, J.–Kellner, V.–Špinar, B.–Rössnerová, Z.–Veselý, L.: Kvantitativní analýza volného dimethylsulfidu a jeho prekurzorů ve sladu a pivu II. Kvantitativní analýza volného dimethylsulfidu a jeho prekurzorů v mladíně a pivu. Kvas. prům., **37**, 1991, č. 12, s. 329–334.

Obsah volného DMS a jeho prekurzorů v mladíně a pivu lze stanovit metodou statické headspace analýzy. Problémy spojené s detekcí DMS pomocí plamenofotometrického detektoru (FPD) lze eliminovat vhodnou volbou způsobu vyhodnocení pomocí kalibračních metod pracujících na základě interního standardu nebo standardního přídatku. Porovnáním výsledků byla potvrzena vzájemná srovnatelnost obou kalibračních metod.

V případě PDMS se uspokojivých výsledků docílit nepodařilo.

Ověřena byla i metoda stanovení volného DMS založená na zpřesněném výpočtu pomocí iteračního postupu. I když byla nalezena shoda mezi výsledky získanými pomocí IS a SP a metodou iterační, zdá se být z praktického hlediska přínos iterační metody, při její vysoké pracnosti spojené s konstrukcí kalibračních křivek, diskutabilní.

Чулик, И.–Келлнер, В.–Шпинар, Б.–Росснерова, З.–Веселы, Л.: Количественный анализ свободного диметилсульфида и его прекурсоров в солоде и пиве. II. Количественный анализ диметилсульфида и его прекурсоров в охмеленном сусле и пиве. Квас. прум., **37**, 1991, № 12, стр. 329–334.

Содержание свободного ДМС и его прекурсоров в охмеленном сусле можно определить методом статического headspace анализа. Проблемы, связанные с детекцией ДМС при помощи пламеннофотометрического детектора FPD можно исключить подходящим выбором способа обработки посредством калибровочных методов, работающих на основе интерного стандарта или стандартной добавки. При сопос-

тавлении результатов была подтверждена взаимная сравнимость обоих калибровочных методов.

В случае ПДМС добиться удовлетворительных результатов не удалось.

Исследовался и метод определения свободного ДМС, основанный на уточненном расчете при помощи итерации. Несмотря на то, что было найдено сходство между результатами, полученными при помощи ИС и СП и методом итерации, с практической точки зрения однако вклад метода итерации при его большой трудоемкости, связанной с конструкцией калибровочных кривых, нет без сомнений.

Čulík, J.—Kellner, V.—Špinar, B.—Rössnerová, Z.—Veselý, L.:
Quantitative Analysis of Free Dimethylsulphide and Its Precursors in Malt and Beer II. Quantitative Analysis of Free Dimethylsulphide and Its Precursors in Wort and Beer. Kvas. prům., 37, 1991, No. 12, pp 329–334.

The content of free dimethylsulphide (DMS) and its precursors in wort and beer can be determined by the method of static headspace analysis. Problems connected with the detection of DMS using flame photometric detector (FPD) can be eliminated by the right choice of the evaluation procedure. As the suitable evaluation procedure can be recommended the calibration method with an internal standard or standard addition. Both the calibration methods give comparable results as proved experimentally. With the determination of precursors of free dimethylsulphide (PDMS) no satisfactory results have been achieved. Further, the method of free DMS determination using more precise calculation by iteration procedure has been tested, as well. Despite the

coincidence of results obtained with the internal standard, standard addition and iteration methods from the practical application seems to be the iteration method too much complicated.

Čulík, J.—Kellner, V.—Špinar, B.—Rössnerová, Z.—Veselý, L.:
Quantitative Analyse des freien Dimethylsulfids und seiner Precursoren in Malz und Bier. II. Quantitative Analyse des freien Dimethylsulfids und seiner Precursoren in Würze und Bier. Kvas. prům., 37, 1991, Nr. 12, S. 329–334.

Der Gehalt des freien DMS und seiner Precursoren in Würze und Bier kann mittels der Methode der statischen Headspace-Analyse bestimmt werden. Die Probleme, die mit der Detektion des DMS mit dem Flammen-Photometrischen Detektor (FPD) verbunden sind, können durch die geeignete Wahl des Auswertungsverfahrens mittels Kalibrationsmethoden eliminiert werden, die auf der Basis des internen Standards oder der Standard-Zugabe arbeiten. Durch den Vergleich der Ergebnisse wurde die wechselseitige Vergleichbarkeit der beiden Kalibrationsmethoden bestätigt.

Im Fall des PDMS konnten befriedigende Ergebnisse nicht erzielt werden.

Es wurde auch die Methode der Bestimmung des freien DMS überprüft, die auf der präzisierten Berechnung mittels des Iterationsverfahrens besteht. Wenn auch zwischen den Ergebnissen, die mittels Internstandard und Standardzugabe und durch Iterationsmethode erzielt wurden, Übereinstimmung festgestellt wurde, scheint vom praktischen Standpunkt der Beitrag der Iterationsmethode wegen dem beträchtlichen, durch die Konstruktion der Kalibrationskurven verursachten Arbeitsaufwand fraglich zu sein.