

# Application News

## No. G296

ガスクロマトグラフィー

### ジアセチル誘導体化試薬を用いた GC-FID による日本酒香気成分分析

食品業界では、新規開発や品質保証の観点から、分析機器による評価が広く行われています。醸造業界では、品質に強く影響する香気成分分析が重要な分析手法の一つです。日本酒醸造における香気成分は、従来よりガスクロマトグラフとヘッドスペースサンプラーを組み合わせた分析手法が用いられてきました。上記の分析手法と高感度検出器を組み合わせることにより、低濃度の香気成分を検出することが可能です。ただし、上記構成のシステムは高価であり、サンプルの調製は経験の有る分析者でないと難しい側面もあります。

ここでは、信和化工株式会社の誘導体化試薬を用いた簡便な前処理法とシンプルな GC 構成による日本酒香気成分分析例をご紹介します。

E. Kobayashi, T. Murata

#### ■ ジアセチル誘導体化キット

##### Shinwa DS-DA (Diacetyl) 信和化工株式会社

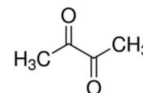
酒類、飲料中のジアセチルを誘導体化し、ガスクロマトグラフィーで測定するための試薬キットです。



図1 Shinwa DS-DA (Diacetyl)

#### ■ 日本酒中のジアセチル

ジアセチルは特徴的な香りを持ち、発酵飲料・食品の品質に大きな影響をもたらす化合物です。一般に、発酵バターや一部のチーズなど乳酸発酵により製造される乳製品には不可欠な香りですが、酒類などアルコール発酵により製造される飲食品では好ましくない異臭とされています。特に、清酒製造業では好ましくない臭気の代表とされており、製造時に定量的に評価されています。



#### ■ Shinwa DS-DA によるジアセチル誘導体化反応

ジアセチルは *o*-フェニルジアミンと反応し、DMQX (2,3-Dimethyl Quinoxaline) となります。ジアセチルは 2 つのカルボニル基を有するため、FID での感度が低くなりますが、誘導体化後の DMQX はキノキサリン構造を有するため、FID での感度が上昇します。

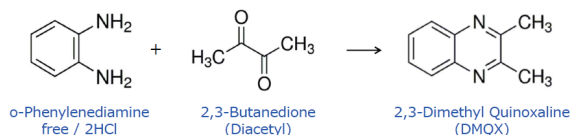


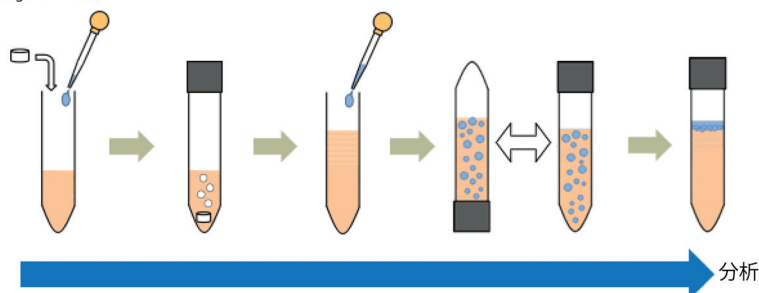
図2 Shinwa DS-DA によるジアセチル誘導体化反応

#### ■ Shinwa DS-DA によるジアセチル誘導体化手順

試料（日本酒）に Shinwa DS-DA (Diacetyl) 試薬キットを用い、誘導体化を行いました。試料中のジアセチルが反応し、DMQX となります。また、内部標準物質として、MPQX (Methyl n-Propyl Quinoxaline) を加えました。

##### Shinwa DS-DAでのジアセチルの誘導体化

試料	10 mL	錠剤が溶けるまで	Reagent C	8 mL	転倒・混釈	上層をGC分析
Reagent A	100 μL	約1分間静置	Reagent D	1 mL	2分間	
Reagent B	1錠					



- ・錠剤は試料によって溶解に時間がかかる場合があります。
- ・錠剤は完全に溶解しない場合があります。

図3 Shinwa DS-DA によるジアセチル誘導体化手順

## ■ 装置構成および分析条件

分析に用いた装置構成および分析条件を表1に示しました。

表1 装置構成および分析条件

ガスクロマトグラフ	: GC-2010 Plus
オートサンプラ	: AOC-20i
試料注入口	: SPL
カラム	: ULBON HR-52 (25 m×0.25 mm I.D. df = 0.25 mm)
検出器	: 水素炎イオン化検出器 (FID)
注入量	: 2 μL
キャリアガス	: He, 30 cm/sec
スプリット比	: 5 : 1
注入口温度	: 200 °C
検出器温度	: 280 °C
カラム温度	: 100 °C (2 min) - 10 °C/min - 270 °C (5 min)

## ■ Shinwa DS-DA によるジアセチル誘導体分析

ジアセチル誘導体化反応後、保持時間 9.6 min 付近に、DMQX のピークが検出されました (図4)。

図5の破線は日本酒の組成に合わせて調製した15%エタノール水溶液にジアセチルを添加した検量線です。一方、実線は市販酒にジアセチルを添加した検量線を示しています。結果として、この市販酒中のジアセチルは 125 ppb (μg/L) であることがわかりました。

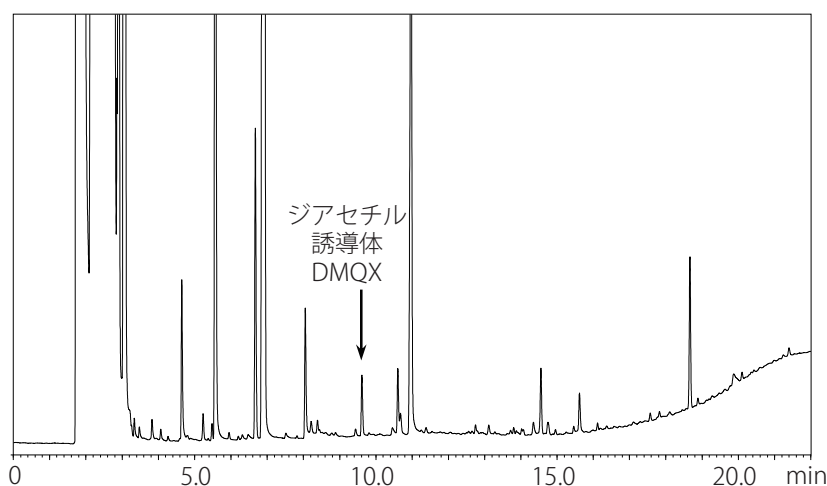


図4 ジアセチル誘導体化反応後の日本酒試料のクロマトグラム

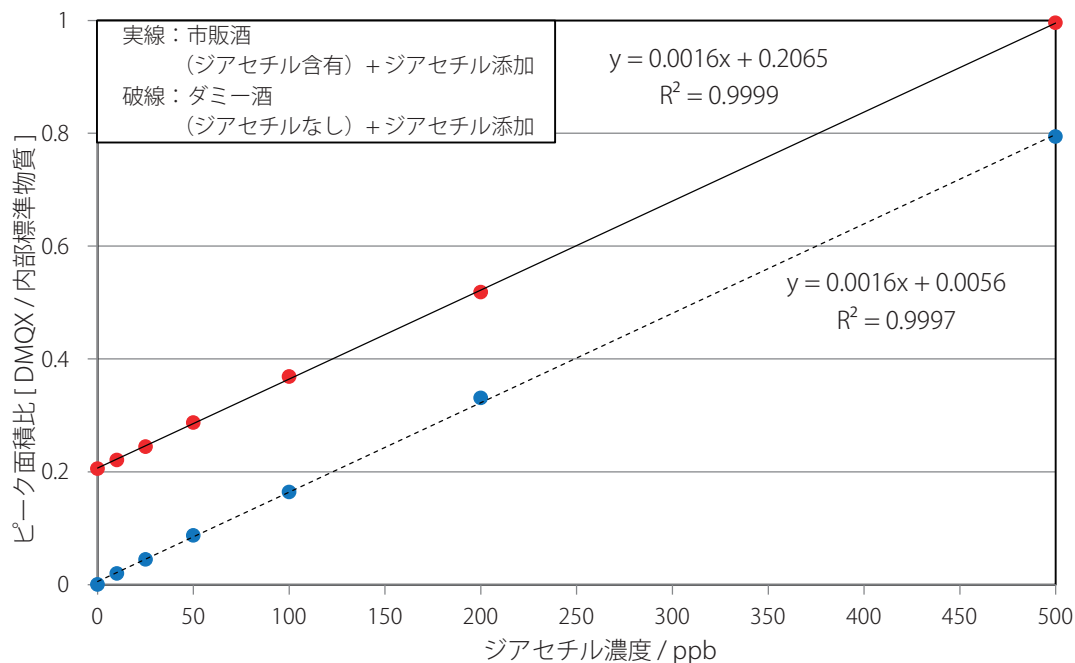


図5 ジアセチル誘導体試料の検量線

株式会社 島津製作所

分析計測事業部  
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2017年8月

島津コールセンター ☎ 0120-131691  
(075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。  
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。