

Application News

No. G316

ガスクロマトグラフィー

Nexis™ GC-2030を用いたビール中の ダイアセチルと2,3-ペンタンジオンの分析

ビール中のオフフレーバーに、ダイアセチルと2,3-ペンタンジオン（総称して vicinal diketone: VDK）があります。VDKは発酵過程で生成し、ある一定濃度以上存在するとバタースコッチといわれる香りがビールについてしまいます。したがって、ビールの風味に影響を及ぼさないように VDK の濃度をコントロールすることが重要です。本稿では、2種類の市販ビールの VDK の定量、および主発酵後の VDK の変化量を確認したので紹介します。

A. Hashimoto, Y. Takemori

■ 試薬準備・定量方法

標準溶液は、ダイアセチル、2,3-ペンタンジオンを水に希釈して 25 ppb、50 ppb、100 ppb(v/v)の各濃度に調製しました。また、内部標準溶液は、2,3-ヘキサジオン水溶液を、各標準溶液に 50 ppb(v/v)となるように添加し、ヘッドスペースバイアルに 5 mL 密封後、ヘッドスペース分析を行い検量線を作成しました。実サンプルは、脱気処理なしのビールに上記と同様に、内部標準溶液を添加し、ヘッドスペースバイアルに 5 mL とり密封後、前駆体を含む総量 VDK を測定するため 60 °C で 90 分間加熱し冷却後*1、HS-20 のサンプルトレイに設置し、ヘッドスペース分析を行い、作成した検量線を用いて定量を行いました。

*1 前駆体は加熱することで VDK となるため、分析前に前処理としてオープンで加熱処理を行いました。

■ 装置構成および分析条件

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

HS-20	
Mode	: ループ
Oven Temperature	: 40 °C
Sample Line Temperature	: 90 °C
Transfer Line Temperature	: 95 °C
Vial Pressure	: 150 kPa
Vial Heat-retention Time	: 40 min
Vial Pressurization Time	: 1 min
Vial Pressurization	: 0.1 min
Equilibrating Time	
Loading Time	: 0.5 min
Loading Pressurization Time	: 0.1 min
Injection Time	: 0.5 min
Needle Flush Time	: 5 min
Nexis GC-2030 / ECD-2010 Exceed	
Injection Mode	: スプリット
Split Ratio	: 1 : 20
Carrier Gas	: He
Carrier Gas Control	: 線速度一定 (40 cm/sec)
Column	: SH-Rtx™-624 (60 m × 0.32 mm I.D., 1.80 μm)
Column Temp	: 50 °C - 5 °C/min - 120 °C (6 min)
Detector Temp	: 130 °C
ECD current	: 2.5 nA
Detector Gas	: N ₂ 15 mL/min

■ 標準試料のクロマトグラムと検量線

標準試料のクロマトグラムを図 1 に、検量線を図 2 に示しました。

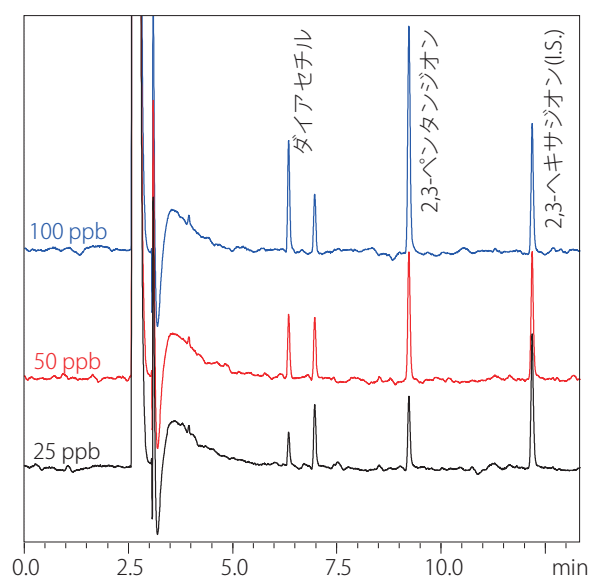


図 1 標準試料のクロマトグラム

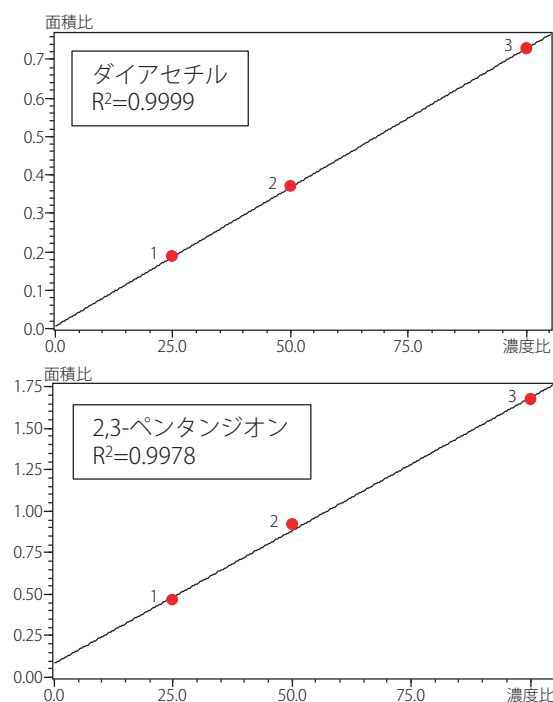


図 2 検量線

■ 2種類の市販ビール中のVDKの定量結果

2種類の市販ビール中のVDKの定量結果を表2に、代表のクロマトグラムを図3に示しました。

表2 2種類の銘柄のビール中のVDK定量結果

ビール	ダイアセチル	2,3-ペンタンジオン
A	18.2 ppb	1.8 ppb
B	39.7 ppb	7.1 ppb

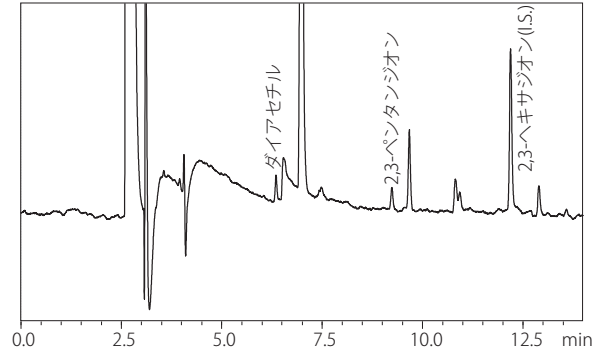


図3 ビールサンプルのクロマトグラム

■ 主発酵後のVDK量の変化

主発酵終了後、ダイアセチルレスト過程（VDKを酵母に消費させる工程）を終えて、熟成過程に入ります。このダイアセチルレスト過程のビール中のVDKの定量結果を表3に、クロマトグラムを図4に示しました。

主発酵後の期間が長くなるに従い、VDKのピークが減少しています。このことより、酵母がダイアセチルを消費し、ダイアセチルレストが行われていることが確認できました。

更に、熟成工程を終えた後のボトリング前のビール中のVDK量も測定したので、その結果も示しました。

表3 主発酵後のビール中のVDK定量結果

主発酵終了後の期間	ダイアセチル	2,3-ペンタンジオン
4日	208.9 ppb	32.1 ppb
5日	130.6 ppb	18.6 ppb
6日	101.7 ppb	12.0 ppb
ボトリング前	39.7 ppb	7.1 ppb

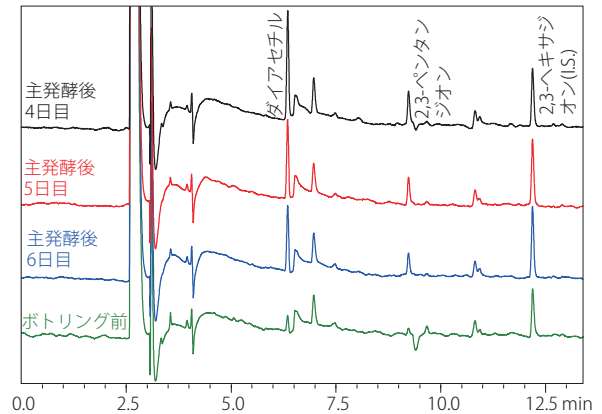


図4 主発酵後およびボトリング前のビールサンプルのクロマトグラム

■ まとめ

ビールの風味に影響を及ぼすVDKの評価は、主に官能評価により行われております。

一方、ガスクロマトグラフィーのヘッドスペース法による分析を行うことにより、脱気や濃縮等の特別な前処理を行う必要なく、VDKを低濃度まで容易に定量分析することが可能です。



図5 Nexis™ GC-2030 + HS-20の外観

<参考文献>

鈴木成宗：発酵野郎！世界一のビールを野生酵母でつくる、新潮社（2019）

<謝辞>

本測定を行うにあたり、ご協力いただいた有限会社 二軒茶屋餅角屋本店（伊勢角屋麦酒）鈴木成宗社長、佐々木基岐氏に感謝いたします。

Nexisは、株式会社島津製作所の日本およびその他の国における商標です。

Rtxは、Restek Corporationの米国およびその他の国における商標または登録商標です。