

Smart Aroma Database™とSPME Arrowを用いた飲料の研究開発における香気分析

東 祐衣、真保恵美子、武守佑典、河村和広

ユーザーベネフィット

- ◆ Smart Aroma Databaseは香りに関連する約500成分が登録されており、効率的に香気成分の分析・解析ができます。
- ◆ Smart Aroma Databaseを用いると簡単にメソッドを作成でき、分析条件の検討も不要です。
- ◆ SPME Arrowによって成分を濃縮することで、高感度に分析できます。香気成分の研究開発に有用です。

■はじめに

ビールは麦芽を発酵して製造される世界中で愛飲される飲料で麦芽の種類や発酵方法に応じて香りや味が変わります。このような食品の香気成分分析には定性能力に優れたGC-MSが用いられますが、検出された数百を超える化合物の中からどの成分が香りに影響するのか調べるには膨大なデータの処理が必要で、大変な労力を要します。そのため、化合物情報が事前に登録されている“データベース”を使用することで、データの精査の手間を大幅に省くことができます。

今回は研究開発を想定してメーカーや種類、製造方法の異なるビールサンプルの香気成分をSPME Arrowで抽出しGC-MSで分析しました。また、香りに関係する化合物が約500成分登録されている Smart Aroma Databaseで解析しました。そしてこの同定した化合物をSIMCA®17（インフォコム社）により主成分分析して、種類や製造手法の異なるビールの香りの違いを識別・比較しました。

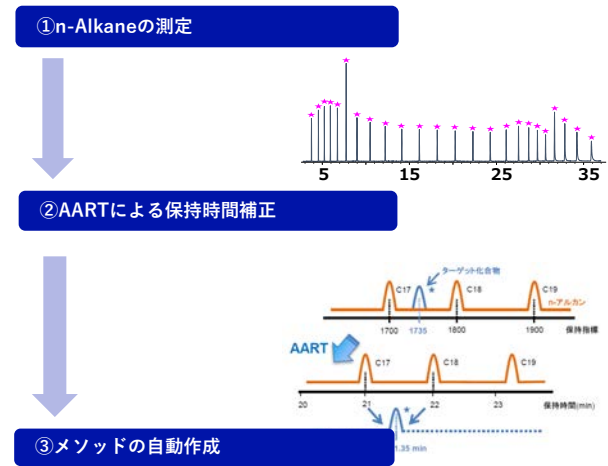


図2 Smart Aroma Databaseによる分析フロー

■ Smart Aroma Databaseのポイント

網羅的に分析するためにノンターゲット分析を行った場合、検出された膨大なピークの精査が大変かつ同定精度は低くなってしまいます。一方で主要成分のみをターゲット分析した場合、同定精度は高いですが、ターゲットにする化合物数が少なくなります。Smart Aroma Databaseでは上記ターゲット分析とノンターゲット分析の“良いとこ取り”をしたワイドターゲット分析が可能です。香気に関与する重要な500成分以上の化合物に関して保持時間、マススペクトル、においの質が登録されており、効率的な解析が可能です。図2のフローに従うと簡単にデータベースからメソッドを作成できるため分析条件の検討も不要です。そしてScan分析のTICクロマトグラムの結果からデータベースに登録された香気成分を自動的に検出します。

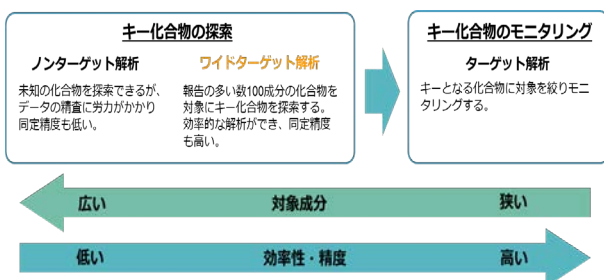


図1 ワイドターゲット分析とは

■ SPME Arrow 法

Solid Phase Microextraction (SPME)法はファイバーに成分を吸着・濃縮しGCへ導入するため、高感度に分析ができるというメリットがあります。今回は通常のSPMEと比較して大容量の液相が保持されており、さらなる高感度分析が可能なSPME Arrowを使用して測定しました。前処理装置のAOC-6000 Plus (図3)を用いるとSPME Arrowでのサンプルの前処理から分析までを全自動で行うことができます。



図3 AOC-6000 Plus+GCMS-QP™2020 NX

■ SPME Arrowを用いた ビールサンプルの分析結果

サンプルとして市販の7種類のビールを使用しました。バイアルにビール8gとNaCl3gを封入し測定しました。分析条件を表1に示します。化合物の同定は、Smart Aroma Databaseに登録されている各化合物の保持時間情報、イオン情報、マススペクトル情報を用いて行いました。その結果、204成分の香気成分が同定されました。検出された成分を主成分分析した結果を図4に示します。スコアプロットの結果から各ビールを分類することができました。またローディングプロットの結果と合わせて確認することで各ビールに相対的に多く含有する成分がわかりました。

Barrel agedとIPAに相対的に多く含有する成分と各成分のにおいの質一覧を表2に示します。Barrel agedはハチミツ、バニラ、ココナッツなどコクのある甘い香りの成分が多く、IPAはハーブや草様の香りの成分が多いことがわかりました。ここで確認された重要成分のみをSIM測定でモニタリングしてその他の成分はScan測定するFASST分析も有用です。FASST分析での香気成分分析例はアプリケーションニュース01-00317を参照ください。

表1 分析条件

Model	: GCMS-QP2020 NX	[GC conditions]	
Autosampler	: AOC-6000 Plus	Injection Mode	: splitless
[SPME Arrow conditions]		Carrier Gas	: He
SPME Arrow	: DVB/Carbon WR/PDMS (O.D.: 1.1 m, Film thickness: 120 μm, length: 20 mm)	Carrier Gas Control	: 線速度 (25.5 cm/s)
Conditioning Temp.	: 270 °C	Column	: SH-PolarWax (60 m × 0.25 mm I.D. 0.25 μm)
Pre Conditioning Time	: 10 min	Column temp	: 40 °C (5 min) – 3 °C/min – 250 °C (15 min)
Incubation Temp.	: 60 °C	[MS conditions]	
Stirrer Speed	: 250 rpm	Ion source temp	: 200 °C
Sample Extract Time	: 30 min	Interface temp	: 250 °C
Sample Desorb Time	: 1 min (250 °C : GC injection temperature)	Acquisition mode	: Scan
Post Conditioning Time	: 5 min	Event time	: 0.3 sec
		m/z range	: m/z 45-400

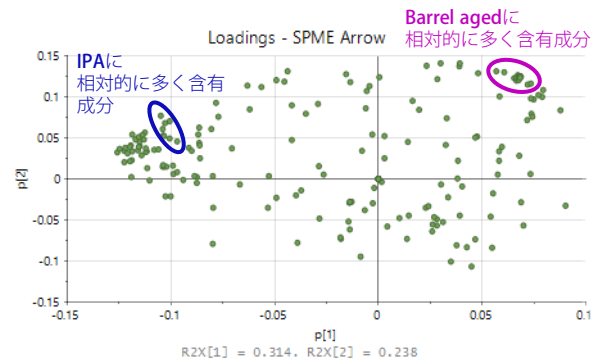
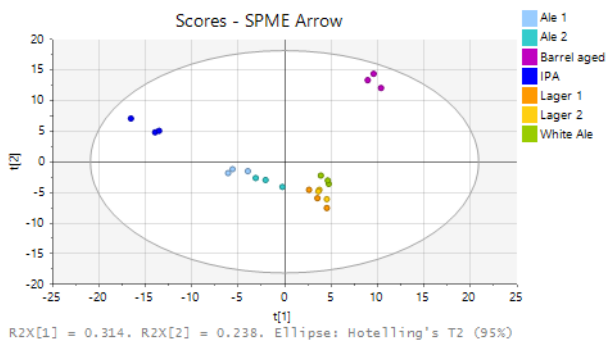


図4 SPME Arrowで測定した結果のスコアプロット (左) とローディングプロット (右)

表2 各ビールに相対的に多く含有する成分

Barrel aged		IPA	
化合物	においの質	化合物	においの質
Ethyl lactate	Fruit	3-Methyl-2-buten-1-ol	herb
4-Ethyl-2-methoxyphenol	spice, clove	1-Hexanol	resin, flower, green
3-Ethylphenol	must	trans-Rose Oxide	flower
Diethyl succinate	wine, fruit	3-Ethoxy-1-propanol	fruit
Benzyl alcohol	sweet, flower	cis-3-Hexen-1-ol	grass
Eugenol	clove, honey	Geranyl acetate	rose
(E)-Whiskey lactone	flower, lactone	Methyl salicylate	peppermint
(Z)-whiskey lactone	coconut	Ethyl salicylate	wintergreen, mint
gamma-Decalactone	peach, fat		
Ethyl vanillate	flower, fruit, sweet, vanilla		
Benzaldehyde	almond, burnt sugar		

■ まとめ

研究開発におけるビールの香気分析において、前処理として香気成分の高濃縮が可能なSPME Arrowと、香気成分の効率的な検出が可能なSmart Aroma Databaseを組み合わせた分析を行いました。その結果、204成分の香気成分を同定することができ、また得られた結果を主成分分析して各ビールに特徴的な香気成分を確認することができました。

本稿では研究開発を、アプリケーションニュース01-00317では品質管理を想定して香気成分分析を行いました。このようにSmart Aroma Databaseは研究開発から品質管理まで幅広く活用可能です。データベースを使用したワイドターゲット分析によって、これまで時間がかかっていた分析条件の検討やデータの精査を省略することができるため、簡単に分析・解析することができます。

<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、山宮拓馬氏、Far Yeast Brewing 株式会社 山田司朗社長、細貝洋一郎取締役に感謝いたします

GCMS-QP およびSmart Aroma Database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。SIMCA は、Sartorius Stedim Data Analytics AB の登録商標です。

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

01-00316-JP 初版発行：2022年 2月

島津コールセンター ☎ 0120-131691