

高速高分離分析の応用 (その 28) ホップ中 α 酸および β 酸の分析

High Speed with High Resolution Analysis (Part 28) Analysis of α -Acids and β -Acids in Hops

ビールの原料であるホップには α 酸 (フムロン類), β 酸 (ルブロン類) と呼ばれる成分が含まれています。 α 酸は醸造工程で異性化されることによりビール中の苦味成分であるイソ α 酸 (イソフムロン類) に変化します。また, β 酸はビールの苦味の強さには大きく関係しないものの, 苦味のバランスに影響すると言われています。

一般に, α 酸および β 酸の分析にはHPLCが用いられますが, 分析時間としては通常30分程度がかかります。

ここでは, 超高速高分離LCシステム“Prominence UFLCXR” および高速高分離用カラムを用いたホップ中 α 酸および β 酸の高速分析例をご紹介します。

K.Tanaka

■標準試料の分析

Analysis of Standard Solution

今回は, ホップ中に含まれる α 酸3成分 (フムロン, コフムロン, アドフムロン) と β 酸3成分 (ルブロン, コルブロン, アドルブロン) の計6成分を分析対象としました。これら成分の構造式をFig. 1に示します。

標準溶液は, 標準ホップエキス “International Calibration Extract 2” (American Society of Brewing Chemists)* 0.1 gをメタノールに溶解させて全量100 mLとし, 孔径0.22 μ mメンブランフィルターでろ過して調製しました。この標準溶液4 μ Lを注入した結果をFig. 2に, また分析条件をTable 1に示します。高速高分離カラムには, AMT社 “HALO[®] C18” (粒子径 2.7 μ m) を用いました。なお, 本分析でのシステム負荷圧は最大約56 MPaでした。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

| | |
|------------------|--|
| Column | : HALO [®] C18 (150 mm L. \times 3.0 mm I.D., 2.7 μ m) |
| Mobile Phase | : A: Water/Methanol/Phosphoric acid (85%)/Triethylamine =300 mL/700 mL/19.6 g/15.1 g B: Methanol |
| Time Program | : B Conc. 0% (0 min) \rightarrow 35% (10 min) |
| Flow Rate | : 1.1 mL/min |
| Column Temp. | : 50 $^{\circ}$ C |
| Injection Volume | : 4 μ L |
| Detection | : SPD-20AV at 330 nm |
| Flow Cell | : Semi-micro Cell |

* “International Calibration Extract 2” の組成

| | |
|--------------|--------|
| ・コフムロン | 14.45% |
| ・フムロン+アドフムロン | 34.94% |
| ・コルブロン | 12.92% |
| ・ルブロン+アドルブロン | 12.02% |

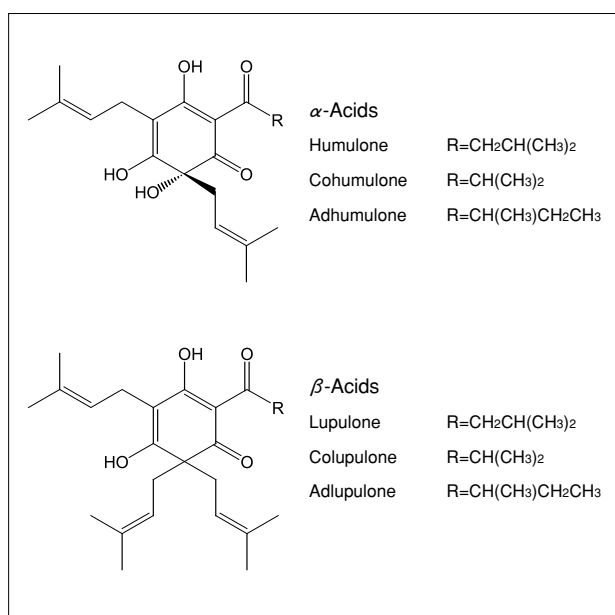


Fig. 1 α 酸および β 酸の構造式
Structures of α -Acids and β -Acids

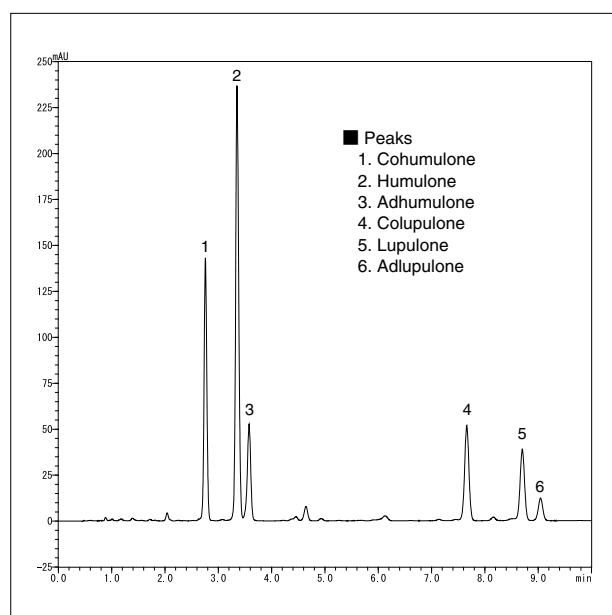


Fig. 2 α 酸および β 酸のクロマトグラム
Chromatogram of a Standard Mixture of α -Acids and β -Acids

■再現性

Repeatability

Table 2に、標準溶液6回繰り返し分析における保持時間とピーク面積の相対標準偏差(%RSD)を示します。保持時間、ピーク面積ともに良好な再現性が得られました。

Table 2 α 酸および β 酸の再現性
Repeatability of Peak Area and Retention Time of α -Acids and β -Acids

| Compounds | Retention Time (%RSD) | Peak Area (%RSD) |
|------------|-----------------------|------------------|
| Cohumulone | 0.11 | 0.16 |
| Humulone | 0.10 | 0.17 |
| Adhumulone | 0.09 | 0.11 |
| Colupulone | 0.05 | 0.21 |
| Lupulone | 0.04 | 0.22 |
| Adlupulone | 0.04 | 0.19 |

■吸収スペクトル

UV Spectra

Fig. 3に、フォトダイオードアレイ検出器“SPD-M20A”により得られた各成分のスペクトルを示します。 α 酸（フムロン類）と β 酸（ルプロン類）でスペクトル形状の差が観察されました。

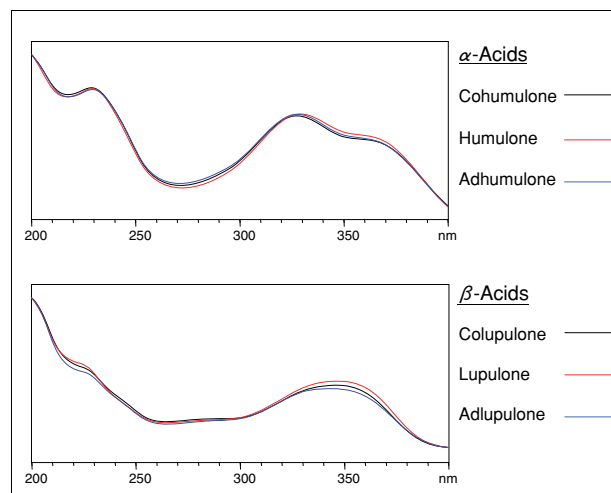


Fig. 3 α 酸および β 酸のUVスペクトル
UV Spectra of α -Acids and β -Acids

■ホップペレットの分析

Analysis of Hop Pellet

Fig. 4に市販ホップペレットの分析例を示します。前処理はFig. 5の前処理手順¹⁾に従って行いました。実試料においても標準溶液 (Fig. 2) と同様に、実用的な分離が得られました。

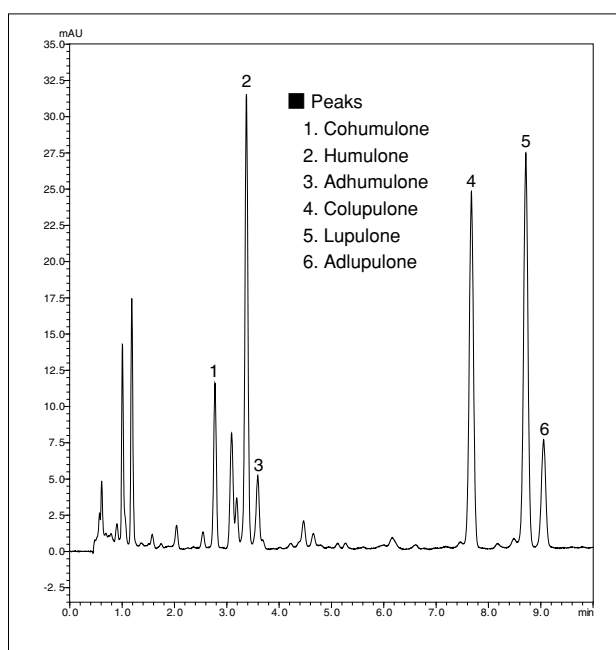


Fig. 4 ホップペレットのクロマトグラム
Chromatogram of Hop Pellet

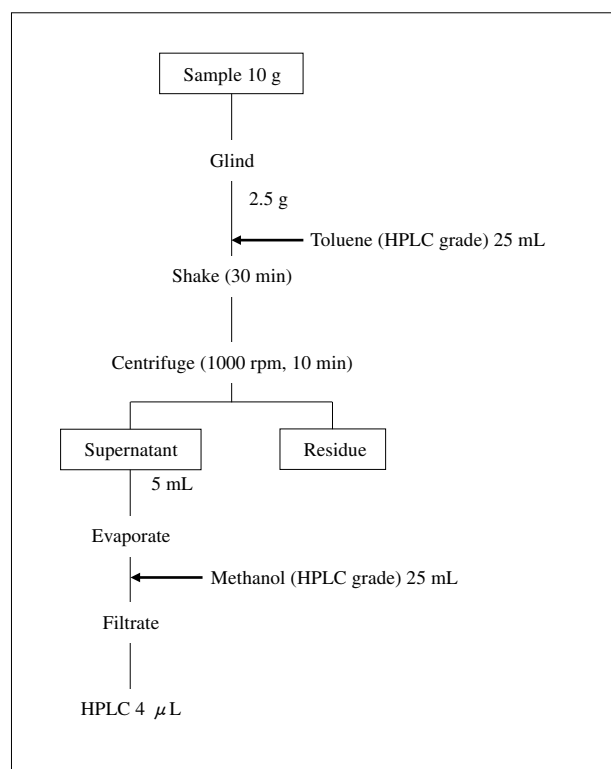


Fig. 5 試料前処理方法
Sample Preparation

[参考文献]

1) ビール製造組合国際技術委員会[分析委員会]編, 改訂 BCOJビール分析法, 財団法人日本醸造協会 (2004)

初版発行: 2009年10月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691 (携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号 (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。