SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

No. G316B

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-ヘキサンジオン水溶液を、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 とり密閉後、前駆体を含む総量 VDK を測定するため 60 ℃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ブ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 ℃
Sample Line Temperature	: 90 ℃
Transfer Line Temperature	: 95 ℃
Vial Pressure	: 150 kPa
Vial Heat-retention Time	: 40 min
Vial Pressurization Time	: 1 min
Vial Pressurization Equilibrating Time	: 0.1 min
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-624 (60 m × 0.32 mm I.D., 1.80 μm) *1
Column Temp	: 50 ℃ - 5 ℃/min – 120 ℃ (6 min)
Detector Temp	: 130℃
ECD current	: 2.5 nA
Detector Gas	: N_2 15 mL/min

*1 P/N：221-75864-60

■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。

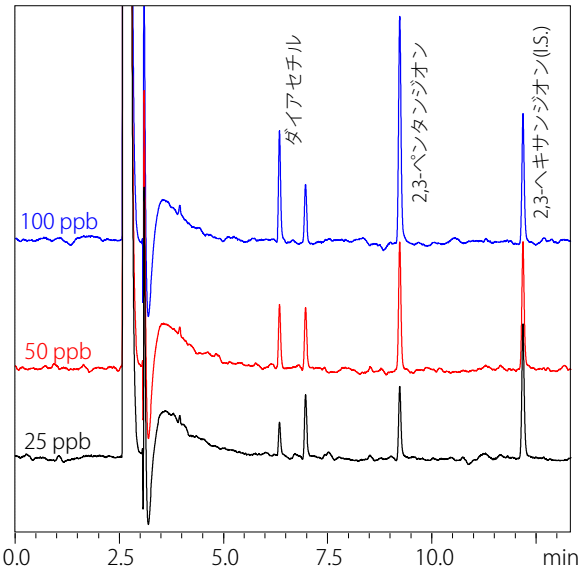

図 1　標準試料のクロマトグラム

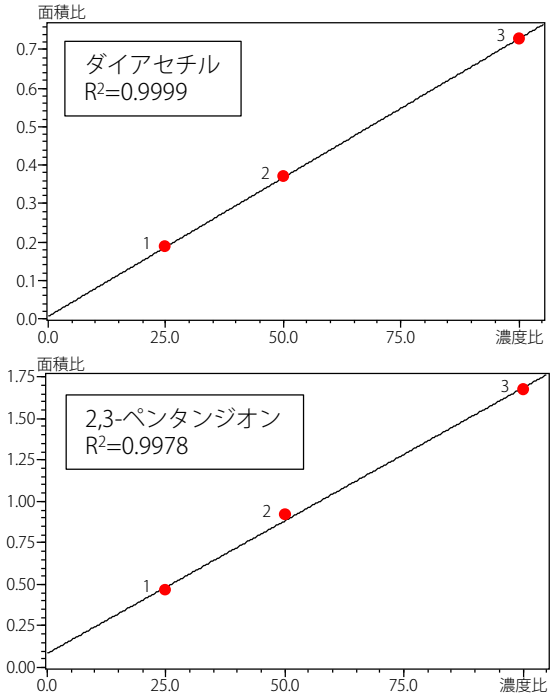

図 2　検量線

■ 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

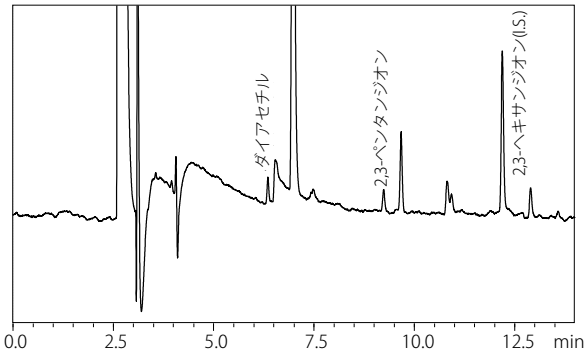

図 3　ビールサンプルのクロマトグラム

■ 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

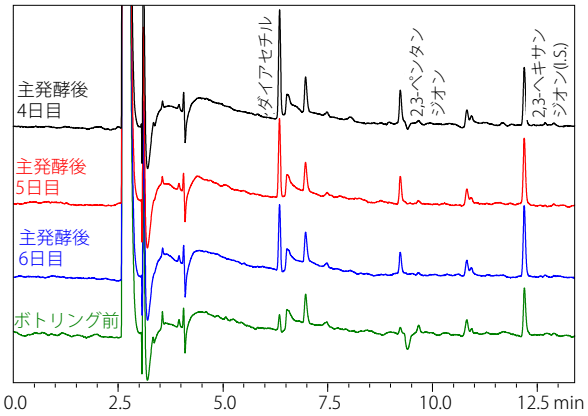

図 4　主発酵後およびボトリング前のビールサンプルのクロマトグラム

■ 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またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所　分析計測事業部
https://www.an.shimadzu.co.jp/

初版発行：2019 年 10 月
B 改訂版発行：2023 年 7 月

島津コールセンター　0120-131691

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。
本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。
本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

© Shimadzu Corporation, 2019