SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

No. G338A

ガスクロマトグラフ　GC-2030

Nexis™ SCD-2030を用いたビール中の硫化水素の定量分析

北野　理基、武守　佑典

ユーザーベネフィット

- ◆ 最新の化学発光硫黄検出器（SCD）が硫黄成分の高感度分析を可能にします。
- ◆ ビール中の硫化水素をモニタすることで、より精度の良い製品管理を実現します。
- ◆ ヘッドスペースサンプラを用いることで、実試料を処理すること無く分析できます。

■はじめに

ビールは、その酵母の発酵過程において様々な揮発性硫黄化合物が生成されます。特に硫化水素はビールの風味に影響を与えるものの一つであり、製品によっては可能な限り除去したいオフフレーバーの一つです。ビール中の硫化水素を定量することは、その品質や製造過程を管理する上で重要な要素となります。

化学発光硫黄検出器(Sulfur Chemiluminescence Detector; SCD)は、硫黄化合物を選択的に高感度で検出できるものです。ヘッドスペース(HS)法と組み合わせることで、飲料中の揮発性硫黄化合物の分析を可能にします。本稿では、SCDとHSを使用して、市販のビール製品中に含まれる硫化水素を測定・定量しました。

■試料と分析条件

硫化水素の標準試薬は、市場での入手は非常に困難です。また、水溶性が高く電離するため、気相への揮発量が乏しい化合物です。そこで本アプリケーションニュースでは、炭酸水と硫化ナトリウム九水和物を用いました。弱酸性である炭酸水中に、水に可溶な硫化ナトリウム添加することで硫化水素が発生します。20 mLのヘッドスペースバイアルに炭酸水を5 g採取し、S^{2-}として0.1, 0.2, 0.5, 1, 2, 5, 10 ng/mLとなるように硫化ナトリウム九水和物水溶液を添加して標準試料を準備しました。

ビール試料は、5種類(ラガービール3種、エールビール2種)準備しました。標準試料同様に、それぞれヘッドスペースバイアル(20 mL)に5 g採取して測定試料としました。ビールは開封後、時々刻々と状態が変異していくため、バイアルに封入後は1時間以内に測定しました。分析条件は、表1に示します。

図1　Nexis™ GC-2030/SCD-2030/HS-20

表1　分析条件

Model:	Nexis GC-2030/SCD-2030/HS-20
<HS>	
Mode	: Loop
Oven Temperature	: 60 ℃
Sample Line Temp.	: 120 ℃
Transfer Line Temp.	: 150 ℃
Vial Pressure	: 80 kPa
Vial Heat-retention Time	: 10 min
Vial Pressurization Time	: 1 min
Vial Pressurization Equil. Time	: 0.1 min
Loading Time	: 1 min
Loading Pressurization Time	: 0.1 min
Injection Time	: 1 min
Needle Flush Time	: 5 min
<GC>	
Injection Mode	: Split
Split Ratio	: 5
Carrier Gas	: He
Carrier Gas Control	: Constant Pressure (20 kPa)
Column	: SH-1 (60 m × 0.53 mmI.D., df = 7 µm) *1
Post Column	: Deactivated fused silica tubing (0.3 m × 0.32 mmI.D.)
Oven Temperature	: 30 ℃ (1.5 min), 10 ℃/min to 50 ℃, 25 ℃/min to 220 ℃ (2 min)
Detector	: SCD
Interface Temp.	: 200 ℃
Electric Furnace Temp.	: 850 ℃
Detector Gas	: H_2 100 mL/min N_2 10 mL/min O_2 12 mL/min O_3 25 mL/min

*1　P/N：227-36108-02

■検量線

図2に検量線を示します。0.1 – 10 ng/mLの濃度域で、相関係数 R > 0.999 以上と良好な直線性が得られました。

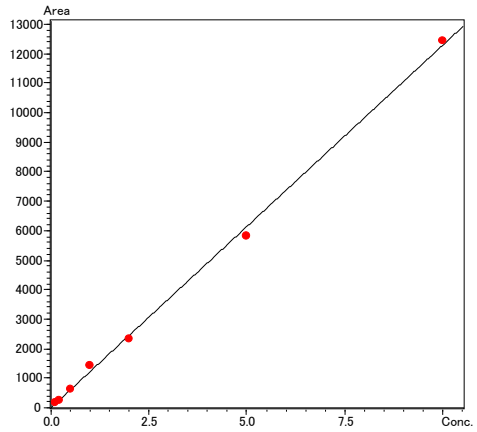

図2　硫化水素の検量線

■ビール試料の分析結果

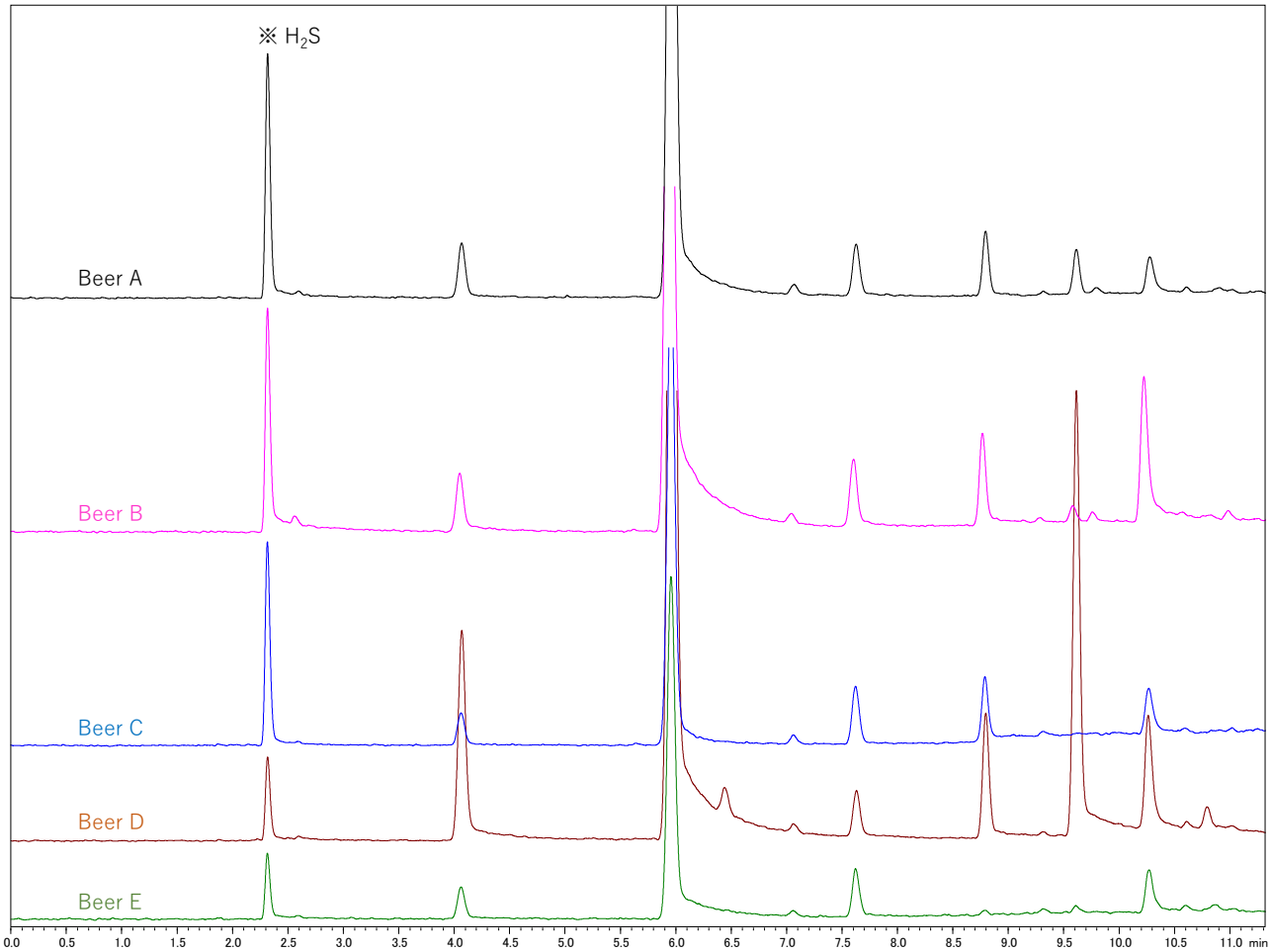

図3　各ビール試料のクロマトグラム

図3に各ビール試料のクロマトグラムを示します。多くの揮発性硫黄化合物が検出されていますが、※で示すピークが硫化水素になります。

表2に示す通り、得られた硫化水素濃度は 0.87 – 3.49 ng/mLとなりました。ビール試料A, B, Cがラガービール、DとEがエールビールになります。この2種類のビール間で硫化水素濃度に差が確認できます。発酵過程の違い、風味に与える影響を硫化水素濃度から見ることができると考えられます。

表 2　各ビール試料の硫化水素濃度

Sample	Concentration of H_2S (ng/mL)
Beer A	3.49
Beer B	3.41
Beer C	2.65
Beer D	1.20
Beer E	0.87

■まとめ

Nexis SCD-2030とHS-20のシステムを用いることで、ng/mLレベル以下の硫化水素を分析・定量できることが分かりました。

ビール試料間での硫化水素の濃度は、それらの製造過程等で差が有ることが確認できました。ビールの香り・風味に影響するものであり、製品を管理していく上で硫化水素濃度を観察することは一つの指標とすることが期待されます。

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：2020年 9月
A改訂版発行：2023年 3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, 2020

アンケート

関連製品 一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。

Nexis™ GC-2030
ガスクロマトグラフ

Nexis™ SCD-2030
化学発光硫黄検出ガスクロマトグラフシステム

関連分野

食品・飲料

価格お問い合わせ

製品お問い合わせ

技術お問い合わせ

その他お問い合わせ