

Application News

No. G304A

ガスクロマトグラフィー

Nexis™ SCD-2030 を用いた ビール中の揮発性硫黄化合物の高感度分析



図1 Nexis™ SCD-2030 + HS-20

ビール中の揮発性硫黄化合物は製造工程、製造後の保存方法等により生成され、ビールの風味に影響を及ぼします。また、品質を悪化させるオフフレーバの原因成分となることもあります。しかし硫黄化合物は非常に閾値が低く低濃度でも品質に影響を与えるため、濃縮等の前処理や高感度分析が必要となります。

本アプリケーションニュースでは、硫黄化合物の選択的検出器である化学発光硫黄検出器 (SCD) およびヘッドスペースサンプラを用いて、市販の3種類のビール中の揮発性硫黄化合物の分析を行いました。

Y. Takemori

試料の準備

銘柄の異なるビール3種類をサンプルとして用意しました。これら室温のビールサンプルを脱気せず 5g 秤量し、ヘッドスペースバイアルに封入しその後、内部標準物質として 0.1 mL/L エチルメチルサルファイド水溶液を 5 μL 加えて 100 pL/g (ppb) 相当にして密封しました。この状態のバイアルを、ヘッドスペースサンプラにセットし、分析を行いました。

Dimethyl Sulfide、S-Methyl Thioacetate、Dimethyl Disulfide に関しては標準添加法で定量を行うため、ビール 5g に対して、以下の表 1 の濃度相当の添加量になるように、各硫黄化合物水溶液 5 μL を添加しました。

表1 ビールサンプル 5g に添加した各硫黄化合物の濃度 (pL/g)

成分	①	②	③	④
Dimethyl Sulfide	0	100	50	10
S-Methyl Thioacetate	0	10	5	1
Dimethyl Disulfide	0	10	5	1
Ethyl Methyl Sulfide (IS)	100	100	100	100

分析条件

本実験の装置構成および分析条件を表 2 に示しました。

表2 装置構成および分析条件

Model : Nexis GC-2030 / SCD-2030 / HS-20

<HS>	
Mode	: ループ
Oven Temperature	: 45 °C
Sample Line Temperature	: 95 °C
Transfer Line Temperature	: 95 °C
Vial Pressure	: 150 kPa
Vial Heat-retention Time	: 40 min
Vial Pressurization Time	: 1 min
Vial Pressurization Equilibrating 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	: スプリット
Split Ratio	: 1 : 5
Carrier Gas	: He
Carrier Gas Control	: 線速度一定 (45 cm/sec)
Column	: SH-I-TMS (30 m × 0.32 mm I.D., 4.00 μm) *1
Column Temp	: 35 °C (5 min) - 5 °C/min - 100 °C - 10 °C/min - 230 °C (5 min)
Detector	: 化学発光硫黄検出器 (SCD)
Interface Temp	: 200 °C
Electric Furnace Temp	: 850 °C
Detector Gas	: H ₂ 80.0 mL/min N ₂ 40.0 mL/min O ₂ 10.0 mL/min O ₃ 25.0 mL/min

*1 P/N : 227-36011-01

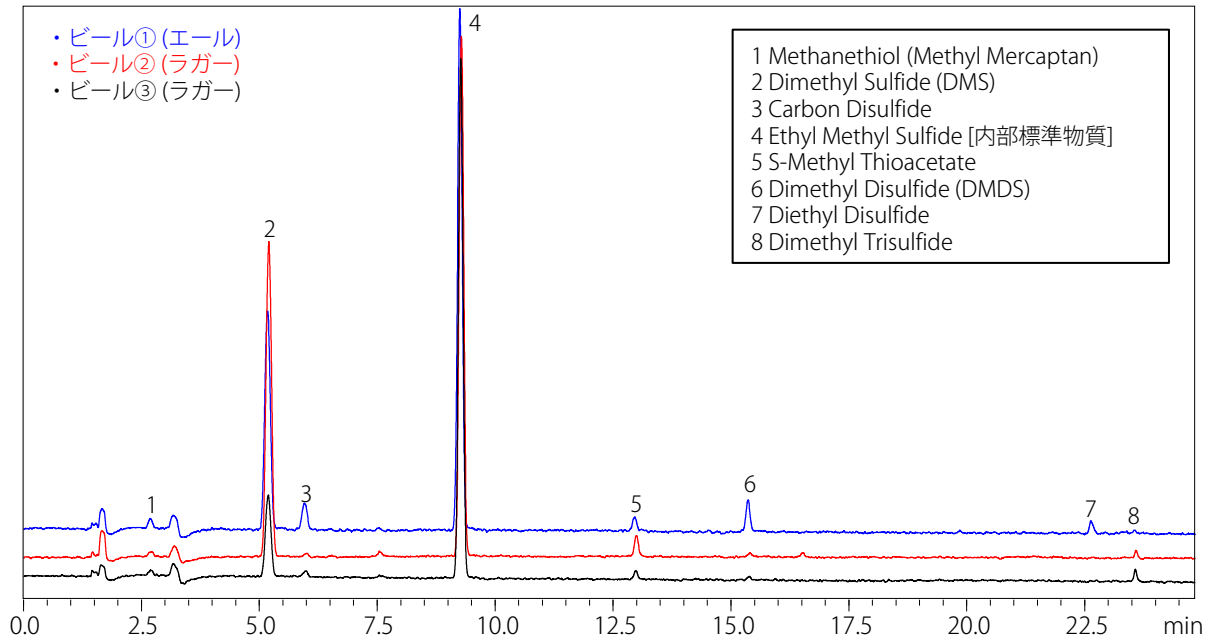


図2 3種類のビールのクロマトグラム

■分析結果

3種類のビールのクロマトグラムを図2に示しました。7成分の硫黄化合物を検出することができました。

次に Dimethyl Sulfide (2)、S-Methyl Thioacetate (5)、Dimethyl Disulfide (6) に関しては、標準添加法で定量を行いました。表3に各ビール中の3種類の硫黄化合物の定量結果を示しました。また、参考としてビール③の Dimethyl Sulfide 各添加量毎のクロマトグラムの拡大図を図3に、検量線を図4に示しました。

表3 各ビール中の硫黄化合物の定量結果(pL/g)

	ビール①	ビール②	ビール③
Dimethyl Sulfide	66.0	96.0	18.6
S-Methyl Thioacetate	7.23	11.6	3.97
Dimethyl Disulfide	1.93	0.106	0.054

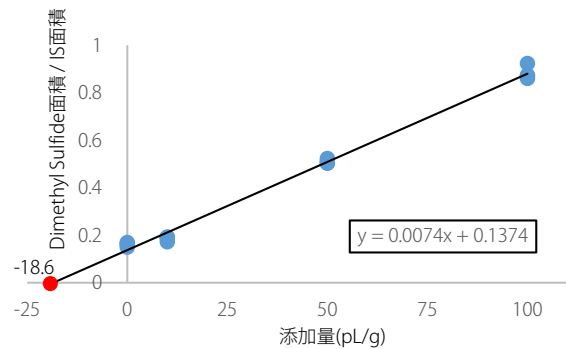


図4 ビール③の Dimethyl Sulfide の検量線

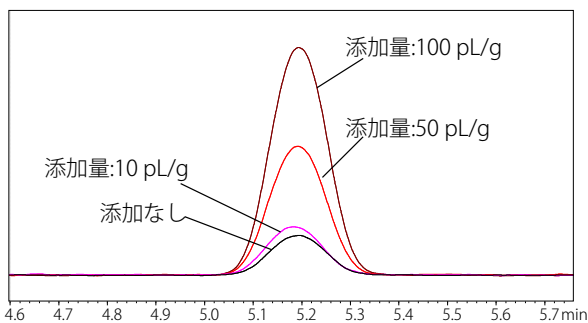


図3 ビール③の Dimethyl Sulfide 各添加量毎のクロマトグラム

■まとめ

ビールの風味に影響を及ぼす揮発性硫黄化合物をビールの濃縮作業なしに、7成分検出することができました。さらに、各ビールに含まれる硫黄化合物量や種類が異なることを確認することができました。

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。