

Application News

ガスクロマトグラフ Nexis™ GC-2030 / SCD-2030 / HS-20 NX

ヘッドスペースサンプラのTrapモードによるビール中の硫黄成分分析の高感度化

中筋 悠斗、橋本 紅良

ユーザーベネフィット

- ◆ HS-20 NXのTrapモードを使用することによって、簡便にヘッドスペースガスを濃縮した高感度分析が可能です。
- ◆ TrapモードおよびSCD-2030によって、Loopモードでは困難だった微量な硫黄成分へのアプローチが可能になります。
- ◆ N₂キャリアガスに対応したシステムであり、Heを使用しないで分析を行うことが可能です。

はじめに

ビールの酵母の発酵過程で生成される揮発性硫黄化合物は、ビールの風味や品質に大きく関係します。しかし、これらの化合物は非常に微量であり、分析には濃縮等の前処理や高感度検出器の使用が必要です。

過去のアプリケーションニュース「[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](#)」では、SCD (化学発光硫黄検出器)とヘッドスペースサンプラのLoopモードを組み合わせた分析法によるビール中の揮発性硫黄化合物の分析例を紹介しました。

本稿ではヘッドスペースサンプラのTrapモードを使用し、さらなる高感度化を検討した結果について紹介します。



図1 HS-20 NX+Nexis™ GC-2030+SCD-2030

サンプルおよび分析条件

サンプルには酵母のみを変更して試験醸造されたビール2種 (酵母A、酵母B) を使用しました。分析はバイアルにNaCl 3 gとサンプル 3 gを封入し、HS-20 NXのTrapモードによってバイアルのヘッドスペースガスを5回のマルチインジェクションで濃縮し、GCに導入しました。分析条件の詳細を表1に示します。

Trapによるヘッドスペースガスの濃縮

HS-20 NXはLoopモードおよびTrapモードによる測定に対応しています。各モードはヘッドスペースガスのサンプリング方式が異なり、Loopモードではヘッドスペースガスを一定量の計量管に捕集してGCに導入するのに対して、Trapモードではヘッドスペースガスをトラップ管で捕集した後、加熱脱着しGCに導入します。Trapモードではトラップ管に吸着させる際に同一バイアルからマルチインジェクションすることによって濃縮することができるため高感度化が可能です。Trapモードによる分析の流れを図2に示します。

HS-20 NXでは、LoopモードとTrapモードはメソッドで指定するため、ソフトウェア上で簡単に切り替えて分析を行うことが可能です。このためサンプルや濃度に応じて柔軟にモードを使い分けて運用することができます。

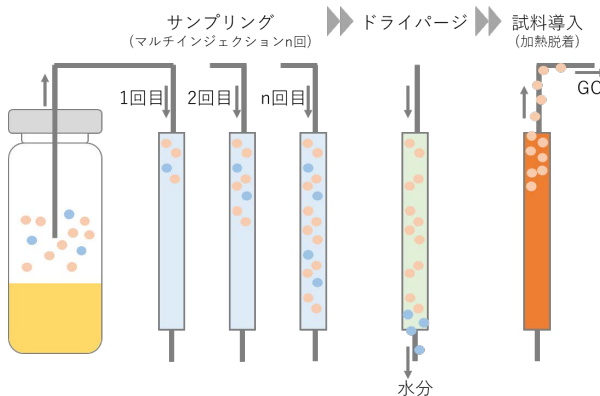


図2 Trapモードによるヘッドスペースサンプリング

表1 装置構成および分析条件

<System>	: HS-20 NX / Nexis GC-2030 / SCD-2030	
<HS>		
Mode	: Trap (Tenax TA)	
Oven Temp.	: 80 °C	
Sample Line Temp.	: 100 °C	
Transfer Line Temp.	: 100 °C	
Trap Cooling Temp.	: 10 °C	
Trap Heating Temp.	: 250 °C	
Trap Waiting Temp.	: 25 °C	
Multi Injection	: 5	
Vial Pressure	: 80 kPa	
Dry Purge Pressure	: 20 kPa	
Vial Heating Time	: 35 min	
Vial Pressurization Time	: 1 min	
Pressure Equilibrating Time	: 0.1 min	
Loading Time	: 0.5 min	
Load Equilibrating Time	: 0.1 min	
Dry Purge Time	: 10 min	
Injection Time	: 10 min	
Needle Flush Time	: 45 min	
<GC>		
Injection Mode	: Split	
Split Ratio	: 5	
Carrier Gas	: N ₂	
Carrier Gas Control	: Const. Linear velocity (45 cm/sec)	
Column	: DB-1 (60 m × 0.32 mm I.D., 5 μm)	
Oven Program	: 60 °C (3 min)_15 °C/min_240 °C (20 min)	
<SCD>		
Interface Temp.	: 200 °C	
Electric Furnace Temp	: 850 °C	
Detector Gas	: H ₂ 100 mL	
	: N ₂ 10 mL	
	: O ₂ 12 mL	
	: O ₃ 25 mL	

■結果

図3に各サンプルをTrapおよびLoopモードで測定した結果を示します。9-19 min付近の拡大図を見ると、TrapモードではLoopモードと比較して感度が大幅に向上しており、Loopモードでは検出されていなかったような成分もTrapモードによって多数検出されていることが確認できました。

また、表2には主要なピーク (図3 A-J) のSN比を示します。今回の結果では、TrapモードではLoopモードと比較して6~20倍程度、感度が向上することが確認できました。

今回の分析の結果からは2種類の酵母による違いとして、S-Methylthioacetateの生成量が大きく異なることが確認できました。(図4) この成分は酵母によって発酵中に生成される成分であり、ビールの香りに関わる成分として知られています¹⁾。この結果から、S-Methylthioacetateが2種類のビールの香りの違いに大きく寄与している可能性が考えられました。

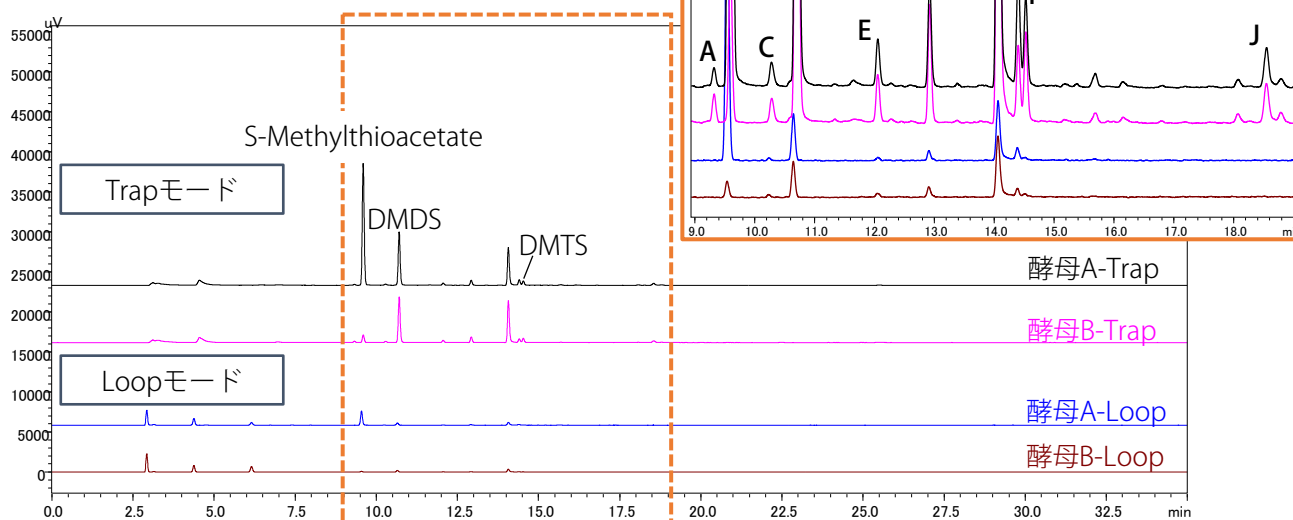


図3 各サンプルのTrapおよびLoopモードによるクロマトグラム

表2 主要ピーク(A-J)のTrap/LoopにおけるSN比

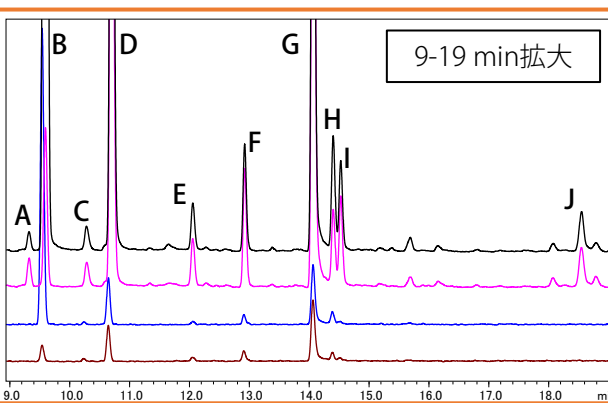
ピーク	酵母A		酵母B	
	Trap	Loop	Trap	Loop
A	13.6	N.D.	18.1	N.D.
B	1896.7	287.0	104.2	14.1
C	17.6	N.D.	15.5	N.D.
D	828.5	45.0	627.2	30.9
E	34.4	N.D.	30.7	N.D.
F	79.7	9.4	78.2	8.9
G	586.8	57.5	573.7	51.9
H	76.6	10.8	42.9	6.2
I	57.3	N.D.	52.0	N.D.
J	28.3	N.D.	24.8	N.D.

■まとめ

本稿ではヘッドスペースサンブラのTrapモードおよびSCD-2030を使用して、ビール中の硫黄成分分析のさらなる高感度化について検討しました。

Trapモードで分析することによって、Loopモードと比較して6~20倍程度、感度が向上することが確認でき、Loopモードでは検出できなかった成分が多数検出される結果が得られました。

Trapモードによって酵母のみが異なる試験醸造ビール2種の比較を行った結果、酵母AからS-Methylthioacetateが特異的に多く検出されることが分かり、香気の差に寄与すると思われる成分を同定することが出来ました。



酵母A-Trap
酵母B-Trap
酵母A-Loop
酵母B-Loop

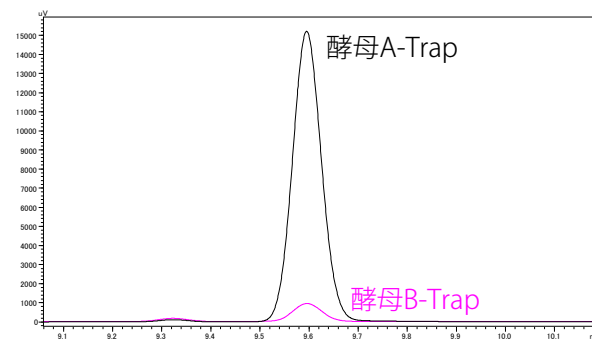


図4 S-Methylthioacetateのクロマトグラム拡大

<参考文献>

- 1) Identification and Determination of S-Methyl Thioacetate in Beer, Nippon Nogeikagaku Kaishi, Vo1. 54, No. 9, 1980

<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、高崎廉氏、三重工業研究所 丸山裕慎主任研究員に感謝いたします。

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。

› 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



› HS-20 NXシリーズ
ヘッドスペースサンプラ

関連分野

› 食品・飲料

› 栄養・機能性成分

› におい、香り分析

› 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