

ガスクロマトグラフ HS-20 NX / Brevis™GC-2050

## Brevis™GC-2050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 (キャリアガス：N<sub>2</sub>)

鈴木 ありさ<sup>1</sup>、橋本 紅良<sup>1</sup>、山田 司朗<sup>2</sup>  
1島津製作所、2 Far Yeast Brewing株式会社

### ユーザーベネフィット

- ◆ 前処理不要で、ダイアセチル、2,3-ペンタンジオンをECD検出器を用いてppbレベルで定量することができます。
- ◆ 分析に必要なガスはN<sub>2</sub>（窒素）のみです。
- ◆ コンパクト設計であるBrevis GC-2050を用いることにより省スペースで高性能の分析ができます。

### ■はじめに

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は主に発酵初期過程で生成し、ある一定濃度以上存在するとパ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。発酵工程後にビールを熟成させることにより、このVDKを一定濃度にまで下げ、当該成分由来のオフフレーバーを取り除きます<sup>1)</sup>。（この工程をダイアセチルレストと言います）

今回、窒素キャリアを使用して、クラフトビールでよく使用されている、発酵終了後にホップを投入するドライホッピング（DH）を行ったビールをサンプルとして、ドライホッピング前後および、熟成過程におけるVDK量の変化を確認しました。更に、市販ビール中のVDKも分析いたしましたので紹介します。

### ■ 試料準備・定量方法

検量線作成用の標準試料は、ダイアセチル、2,3-ペンタンジオンを水に希釈して、10、25、50、100ppb (v/v)の各濃度に調整しました。内部標準溶液としては、2,3-ヘキサンジオン水溶液を用いました。ヘッドスペースバイアルに各標準試料5mLと、内部標準溶液を各標準試料に50ppb(v/v)になるように添加し、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5gに上記同様の内部標準溶液を添加し、密閉後、60℃で90分間加熱し<sup>\*1</sup>、冷却後、HS-20 NX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、定量しました。

\*1 前処理として加熱処理することにより、VDK前駆体も総量VDKとして測定することができます。

### ■ 装置構成および分析条件

今回使用したBrevis GC-2050+HS-20 NXの外観図を図1に、装置構成および分析条件を表1に示します。Brevis GC-2050は、HSサンプル一込みでもシステム幅は約90cm(91.2cm)であり、省スペースでありながら、妥協のない分析性能を実現します。



図1 Brevis™GC-2050+HS-20 NX

表1 装置構成および分析条件

<b>HS-20 NX</b>	
Mode	: ループ
Oven Temperature	: 40 °C
Sample Line Temperature	: 90°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	: 0.5min
Loading Pressurization Time	: 0.1 min
Injection Time	: 0.5 min
Needle Flush Time	: 5 min
<b>Brevis GC-2050 / ECD-2050</b>	
Injection Mode	: スプリット
Split Ratio	: 1:20
Carrier Gas	: N <sub>2</sub>
Carrier Gas Control	: 線速度一定 (35 cm/sec)
Column	: SH-624 Cap. (60 m × 0.32 mm I.D., 1.80 μm)
Column Temp	: 50 °C - 5 °C/min - 120 °C (6 min)
Detector Temp	: 130°C
ECD current	: 2.5nA
Detector Gas	: N <sub>2</sub> 30 mL/min

### ■ 標準試料のクロマトグラム

標準試料のクロマトグラムを図2に示します。

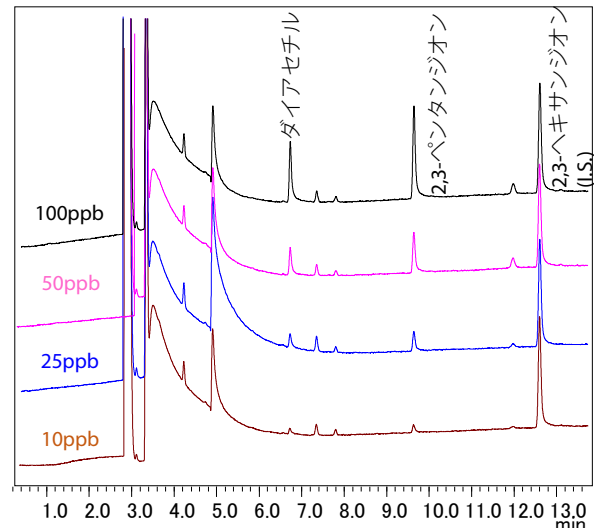


図2 標準試料のクロマトグラム

## ■ 標準試料の検量線

標準試料の検量線を図3に示します。

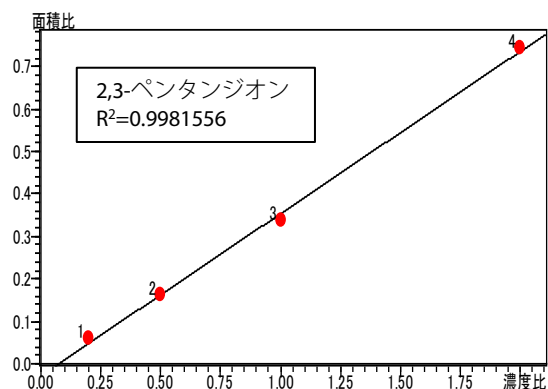
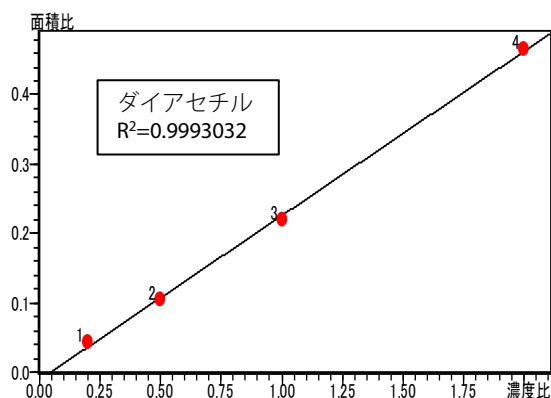


図3 標準試料の検量線

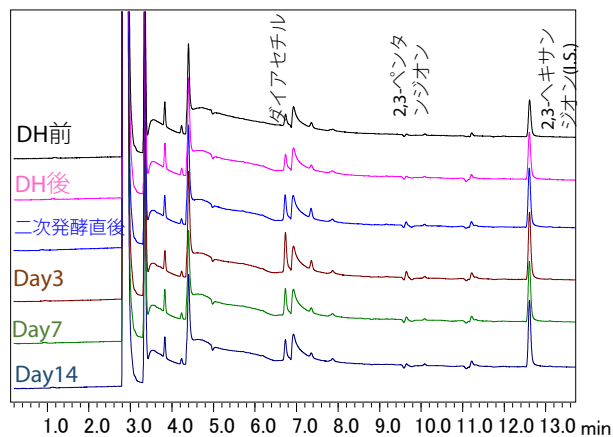


図4 ドライホッピング前～二次発酵期間毎のビールサンプルのクロマトグラム

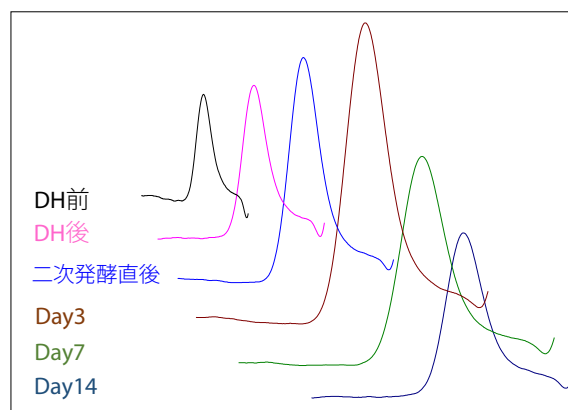


図5 ダイアセチルの経時変化

表3 ビール中のVDK定量結果

## ■ 市販ビール中のVDKの定量結果

表2に3種類の市販ビール中のVDKの定量結果を示します。

表2 3種類の市販ビール中のVDKの定量結果

ビール	ダイアセチル	2,3-ペンタンジオン
A	46.1ppb	10.8ppb
B	233.0ppb	19.9ppb
C	215.4ppb	19.2ppb

	ダイアセチル	2,3-ペンタンジオン
DH前	67.2ppb	11.3ppb
DH後	76.5ppb	12.0ppb
二次発酵直後	92.3ppb	16.8ppb
Day3	122.7ppb	21.3ppb
Day7	88.1ppb	16.3ppb
Day14	63.7ppb	13.5ppb

## ■ 主発酵後のVDK量の変化

ドライホッピング(DH)前後と、二次発酵期間毎のクロマトグラフを図4に、ダイアセチルの経時変化のクロマトグラムを図5に、ビール中のVDKの定量結果を表3に示します。

本サンプルでは、VDKのピークは、ドライホッピング直後から熟成3日後まで増加し、それ以降は減少することが分かりました。これらのことから、ドライホップによる再発酵(ホップクリーブ)に起因するVDK発生の示唆、および、二次発酵後の期間が長くなるに従い、酵母がダイアセチルを消費する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。

## ■ まとめ

今回、ドライホッピングを行ったビール中のVDK濃度をBrevis GC-2050(検出器ECD)+HS-20 NX、キャリアガスは窒素ガスを用いて分析を行いました。ビール試料に対して、脱気や濃縮など特別な前処理を行う必要なく、VDK量の変化を低濃度まで分析する事が可能です。

### <参考文献>

- 岸本徹：ビールのオフフレーバーに関する近年の知見  
J. Japan Association on Odor Environment Vol. 44 No. 1 2013

### <関連アプリケーション>

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 [Application News No.G316B](#)

Brevisは、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本及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/>

01-00652-JP 初版発行：2024年1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、製品名、サービスマークおよびロゴは、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。

▶ 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。



▶ Brevis™ GC-2050  
ガスクロマトグラフ

## 関連分野

▶ 食品・飲料

▶ 食品添加物

▶ 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