

# 近赤外 (FT-NIR) 分光法を用いたビールの成分分析

## キーワード

飲料、QA/QC (品質保証/品質管理)、発酵、Antaris II、ビール、FT-NIR、透過反射

## はじめに

ビールは穀物、通常大麦麦芽の発酵により製造される飲み物であり、人が最初に創り出したアルコール飲料であると言われています。穀物や他の植物に関連もしくは由来するでんぷんの発酵により製造されるアルコール飲料の中でもビールはその種類が豊富です。ビール製造に用いる原料は地域により異なっており、その特徴 (例えば、タイプや香り、色) は幅広く変化します。小麦 [ヴァイツェン] ビールのようにラベルやそれ以外で明示されない限り、純粋なビールは一般的には水、大麦麦芽、ホップおよびイーストにより造られます。他の調味料や糖分が添加されることもあります。ビールの主な構成成分は水であり、水源やその特徴がビールの質、例えば風味に重要な影響を与えます。多くのビールは、製造される地域の水の特徴によって影響を受け、そのスタイルが決まります。

イーストは穀物から抽出される糖の代謝による発酵過程に用いられ、アルコールや二酸化炭素を含む多くの成分を生成します。ビールは4%から5%のアルコールを含む傾向がありますが、ビールのスタイルに依存してかなりの違いがあります。実際には、アルコール含有量が2%のものから20%を超えるビールもあります。

ビタミン、アミノ酸、タンパク質、苦味酸など、飲料にあらゆる特定官能特性を与える幅広い成分を含む大変複雑なサンプルであるため、ビールの分析は大変挑戦的であるといえます。製品の品質を保証するために特定成分の分析および品質検査が行われます。



図1. Antaris II メソッド開発システム

従来法では、ビールの各成分を分析するのに個別の装置が必要となります。例えば、比重測定には比重計が必要です。アルコール成分および比重は通常では蒸留および比重瓶法のような標準法もしくは振動型密度測定と屈折率測定を組み合わせた分析装置を用いて測定されます。標準的なビール分析における官能および微生物検査に加えて、色度および苦味度は光度測定により評価し、有機酸は酵素分析もしくは液体クロマトグラフィーを用いて測定し、高級アルコールはガスクロマトグラフィーを用いて分析します。これらの手法においてはサンプル前処理が必要となるため、ビールの分析には時間と費用がかかります。

このアプリケーションノートでは、フーリエ変換近赤外分光法 (FT-NIR) が従来手法を超える優れた手法であることをご紹介します。FT-NIR測定にはThermo Scientific™ Antaris™ II FT-NIR メソッド開発システム (MDS) (図1) を用いました。今回はThermo Scientific™ SabIR™ ファイバープローブの透過反射アクセサリを用いて測定しました。Antaris II 近赤外アナライザーを用いることにより1本のスペクトルから混合物中の複数成分を分析でき、サンプルの希釈や最適化の必要なく、直接測定することができます。これらの重要な利点から、近赤外分光分析は従来法に置き換えることができる優れた手法となり得ます。

## 測定

27のビール標準サンプルについて近赤外スペクトルを測定しました。表1に測定条件を示します。スペクトル測定にはThermo Scientific™ RESULT Softwareを用いました。全てのサンプルとも前処理等は行わず、ファイバープローブの透過反射アクセサリーを用いて測定しました(図2)。1スペクトルの測定には約25秒かかりました。

表1. スペクトル測定条件

測定波数範囲	10,000 ~ 4,000 $\text{cm}^{-1}$
分解能	8 $\text{cm}^{-1}$
積算回数	32回
バックグラウンド	Spectralon™ reference



図2. 透過反射モジュールを用いた測定の様子

FT-NIR法の普遍的な能力は計量化学(ケモメトリックス)に基づいており、スペクトルとそれらの化学的・物理的特性を関連付けることができます。キャリブレーションモデル作成には定量解析用Thermo Scientific™ TQ Analyst™ ソフトウェアを用いました。このアプリケーションノートでは、スペクトルを用いてアルコール含有量、色度、屈折率および特定密度の定量解析を行いました。これらの項目は各標準サンプルの単一FT-NIRスペクトルを用いて予測しました。全てのスペクトルに対し中心化処理(Mean Centering)を施し、光路長タイプには多重信号補正(multiplicative signal correction: MSC)を用いました。

部分最小二乗法(Partial Least Squares: PLS)キャリブレーションモデルを用い全ての定量解析を行いました。定量メソッドにおける成分分析には成分ごとにスペクトルの異なる領域を用いました。図3に代表的なスペクトルと、解析に用いた一次微分および二次微分スペクトルを示します。表2は解析条件の一覧表です。

ビールサンプルの定量モデル作成のため、PLS回帰計算の際には、FT-NIRスペクトルと標準法の結果との相関をとりました。

表2. ビール標準サンプルの解析条件

成分	スペクトル解析領域	スペクトル前処理	スムージング
アルコール	5,500 – 4,000 $\text{cm}^{-1}$	一次微分	なし
色度	9,900 – 4,100 $\text{cm}^{-1}$	なし	なし
屈折率	7,000 – 4,000 $\text{cm}^{-1}$	一次微分	Norris Derivative (segment 5, gap 2)
特定密度	7,162 – 4,099 $\text{cm}^{-1}$	二次微分	Norris Derivative (segment 3, gap 2)

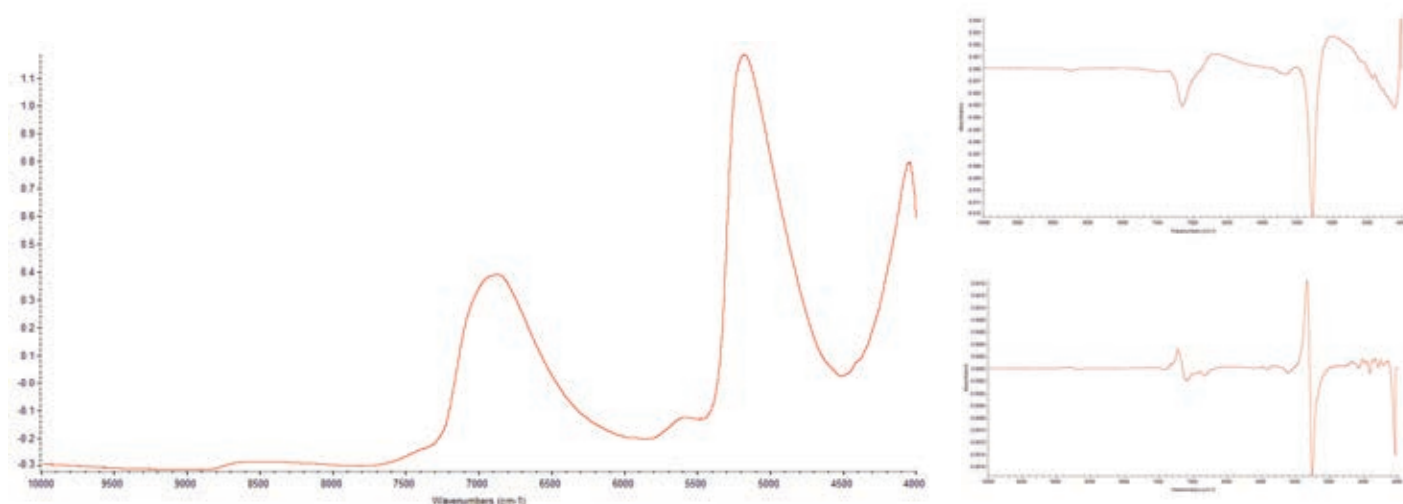


図3. ビール標準サンプルの代表スペクトル、一次微分および二次微分スペクトル

## 定量解析結果

ビールの品質管理における、アルコールやいくつかの物理的パラメーターの定量可否を確認しました。

目視観察できるビールの品質特性の一つは色です。現在、ビールの色分類は製造中に行われ、EBC (European Brewery Convention)として知られているような標準スケール、例えばクリアビールでは色度20以下でなくてはならないなど、が用いられています。

クロスバリデーションにより検証されたPLSモデルは従来法とFT-NIRで得られた定量値との間に良好な相関関係を示しました。回帰直線は2つの手法の間に有意差がないことを示しています。

アルコール含有量、色度、屈折率、特定密度を定量するために、PLS法を用いてサンプルの解析を行いました。図4に従来法により得られた実測値とFT-NIRを用いケモメトリック計算により得られた値との相関プロットを示します。4成分について、高い相関と低い誤差を確認することができます。予測の平均二乗誤差平方根 (Root Mean Square Error of Prediction: RMSEP) およびクロスバリデーションの平均二乗誤差平方根 (Root Mean Square Error of Cross-Validation: RMSECV) が低いことから、このメソッドは正確で強固であることが保証されました。キャリブレーション結果の一覧を表3に示します。この結果は未知サンプルの定量を正確に行えることを示しています。

表3. キャリブレーション結果一覧

成分	相関係数	RMSEC	RMSEP	RMSECV
アルコール	0.99886	0.043	0.0247	0.383
色度	0.99983	0.0315	0.0793	0.187
屈折率	0.99965	0.132	0.172	0.367
特定密度	0.99619	$0.188 \times 10^{-3}$	$0.306 \times 10^{-3}$	$0.341 \times 10^{-3}$

クロスバリデーションにより予測残差平方和 (Predicted Residual Error Sum of Squares: PRESS) プロットが得られました。この診断はケモメトリックモデルの妥当性を表します。PRESSプロットが最小にまで減少し、そこから安定になる様子が見られることから、予測ケモメトリックモデルが強固で正確なふるまいを示すことが期待できます。図5にビール中の各成分に関するPRESSプロットを示します。

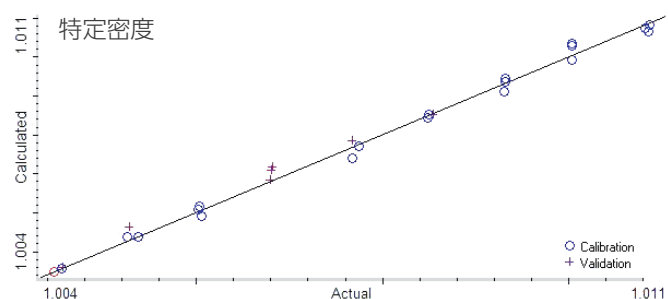
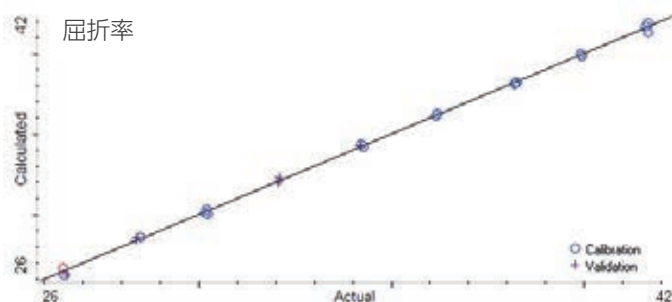
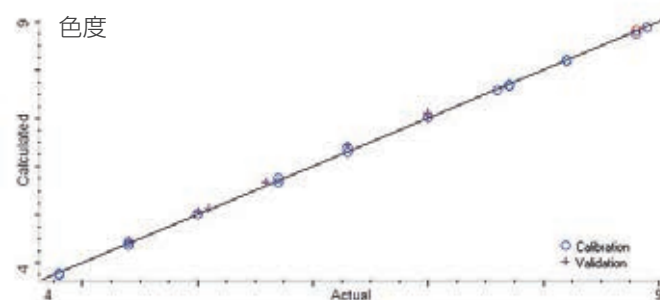
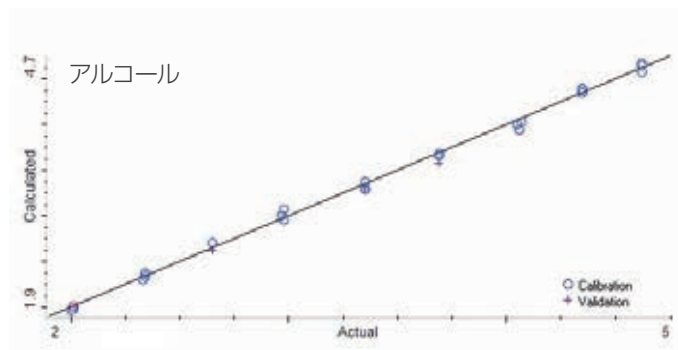


図4. ビールのPLSキャリブレーション結果

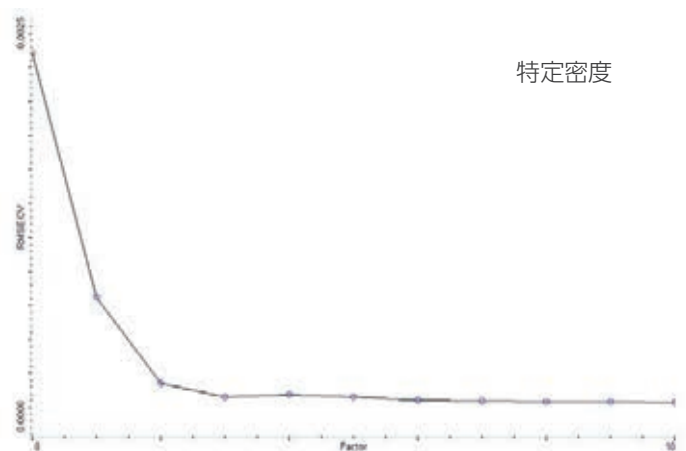
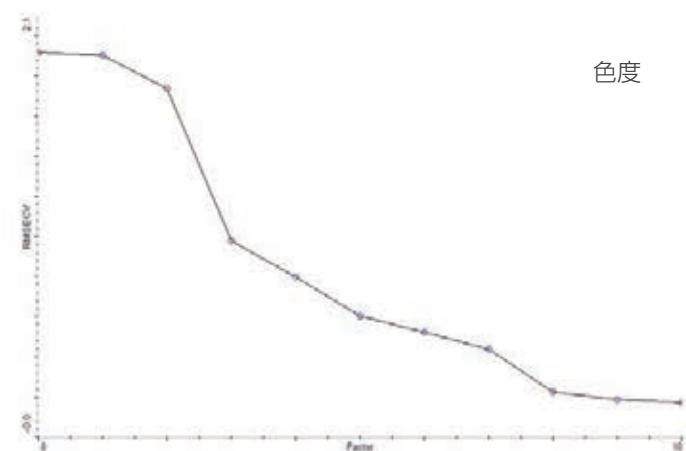
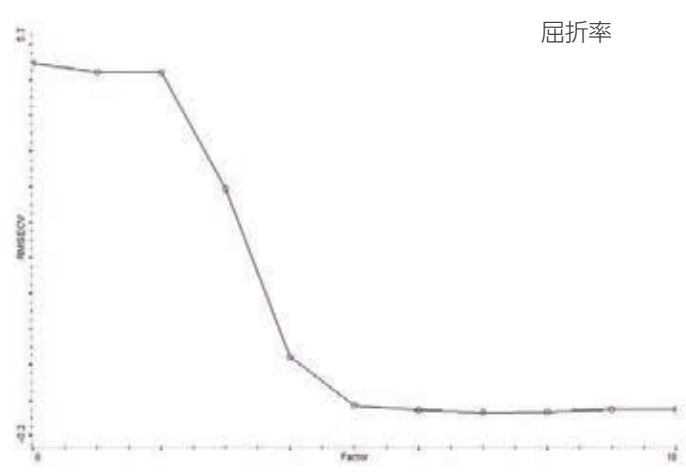
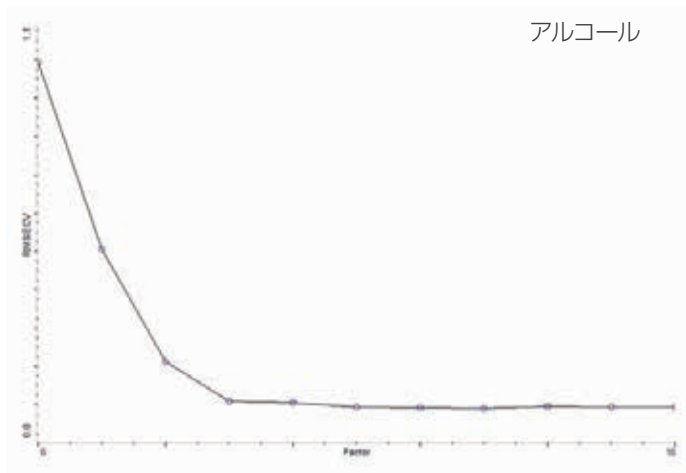


図5. ビールサンプルの成分定量に関するPRESSプロット

### まとめ

このアプリケーションノートでは、ビールの分析において透過反射アクセサリーを用いたFT-IR技術を用いることで、従来法と比べて迅速に分析できるという実用性や利点についての検証を行いました。サンプルの前処理が不要なため、約25秒で複数成分の定量を同時に行うことができます。

定量分析にはPLSモデルを利用しました。キャリブレーションが高品質であることから、PLS回帰モデルの結果はFT-NIR分光法

が今回の目的に最適な手法であることを裏付けており、モデルが適切で強固であることを示しています。また、Antaris II 近赤外アナライザーを用いてビール中の複数成分測定を高品質で正確に行っていただけます。

Antaris II 近赤外アナライザーを用いたFT-NIR手法の導入により、効率が向上し、ビール分析のより良い工程・品質管理を行っていただけることと期待いたします。

詳細はこちらをご覧ください [thermofisher.com/nir](https://thermofisher.com/nir)

研究用のみ使用できます。診断用には使用いただけません。

© 2022 Thermo Fisher Scientific Inc. All rights reserved.

All trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific and its subsidiaries unless otherwise specified.

Spectralon is a trademark of Labsphere, Inc.

実際の価格は、弊社販売代理店までお問い合わせください。

価格、製品の仕様、外観、記載内容は予告なしに変更する場合がありますのであらかじめご了承ください。

標準販売条件はこちらをご覧ください。 [thermofisher.com/jp-tc](https://thermofisher.com/jp-tc) FTIR131-A22050B

## サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社

分析機器に関するお問い合わせはこちら

TEL: 0120-753-670 FAX: 0120-753-671

Analyze.jp@thermofisher.com

facebook.com/ThermoFisherJapan

@ThermoFisherJP

[thermofisher.com](https://thermofisher.com)