

# Application Data Sheet

## No.84

### GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

## GC-MS/MS (PCI法)を用いたワイン中の 2-メトキシ-3-イソブチルピラジン (MIBP)の 高感度分析

Higher Sensitive Analysis of 2-Methoxy-3-isobutylpyrazine (MIBP) in Wine  
Using GC-MS/MS(PCI)

2-メトキシ-3-イソブチルピラジン(MIBP)は、ピーマンの香りを有する芳香性物質です。Sauvignon Blanc(白ワイン用ぶどう品種)やCabernet Sauvignon(赤ワイン用ぶどう品種)などに含まれており、ワインにほどよい香り付けをしています。ワインの風味を左右するMIBPは、官能試験でのしきい値が数ng/Lと非常に低く、また、ワインには多くの成分が含まれるため、分析する上で濃縮および選択的な分離・検出が必要になります。

シリカモノリス捕集剤のMonoTrap<sup>®</sup>を用いて捕集・濃縮し、正化学イオン化(PCI)モードのGC-MS/MS (GCMS-TQ8030)を用いることで、ワインに含まれる微量のMIBPを選択的に検出することができました。本データシートでは、その結果について報告します。

### 実験

市販のSauvignon Blanc(チリ産, 2012年)およびCabernet Sauvignon(チリ産, 2011年)にMIBP標準液を添加し、各標準添加サンプル(0, 1, 5, 10, 20 ng/L)をそれぞれ20mL調製しました。MonoTrap<sup>®</sup> RGPS TD<sup>注)</sup>(ジーエルサイエンス株式会社, P/N: 1050-74202)1個を用い、試料を50°Cで1時間加温し気相のMIBPを捕集しました。捕集後、MonoTrap<sup>®</sup> RGPS TDをTable 1の分析条件で測定しました。

注) MonoTrap<sup>®</sup> RGPS TD: シリカ母材にポリジメチルシロキサン相をコーティング・エンドキャップ処理し、吸着剤にグラファイトカーボンを含有させたものです。

Table 1 分析条件

オートサンプラー:	AOC-5000 Plus
OPTICライナー自動交換システム:	CDC + LINEX
多目的注入口:	OPTIC-4
GC-MS:	GCMS-TQ8030
カラム:	InertCap 17MS(長さ30 m, 0.25 mm I.D., df=0.25 μm), (ジーエルサイエンス(株), P/N: 1010-20142)

[OPTIC-4]		[GC]	
Initial Temp.:	35 °C	カラムオープン温度:	40 °C(5分)→(10 °C/分)→280 °C(5分)
Ramp Rate:	10 °C/sec		
Hold Temp.:	250 °C		
Hold Time:	300 sec	[MS]	
Column Flow1:	5 mL/min	イオン源温度:	200 °C
Column Flow Time:	320 sec	インターフェース温度:	250 °C
Column Flow2:	1.5 mL/min	イオン化法:	正化学イオン化法(PCI)
Split Flow1:	5 mL/min	試薬ガス:	イソブタン(60 kPa)
Split Flow Time:	320 sec	測定モード:	MRM
Split Flow2:	50 mL/min	イベント時間:	0.3 秒
		モニターイオンおよびコリジョンエネルギー(CE):	$m/z$ 167.1 > 124.1(20 V) $m/z$ 167.1 > 135.1(15 V)

### 分析結果

標準添加法によるSauvignon BlancおよびCabernet Sauvignonの検量線をFig. 1に示します。添加した各サンプルの濃度と面積の相関係数(R)は、Sauvignon Blancが0.9999、Cabernet Sauvignonが0.9998と良好な結果が得られました。

ワインに含まれるMIBPのMRMクロマトグラムをFig. 2に示します。各ワインを3回ずつ分析し標準添加法による定量結果とその繰り返し分析精度をTable 2に示します。それぞれのワインに含まれるMIBPの濃度は、Sauvignon Blancが5.4 ng/L、Cabernet Sauvignonが12.1 ng/Lでした。また、繰り返し分析精度(%RSD)についてははもとに3%以下と良好な結果でした。

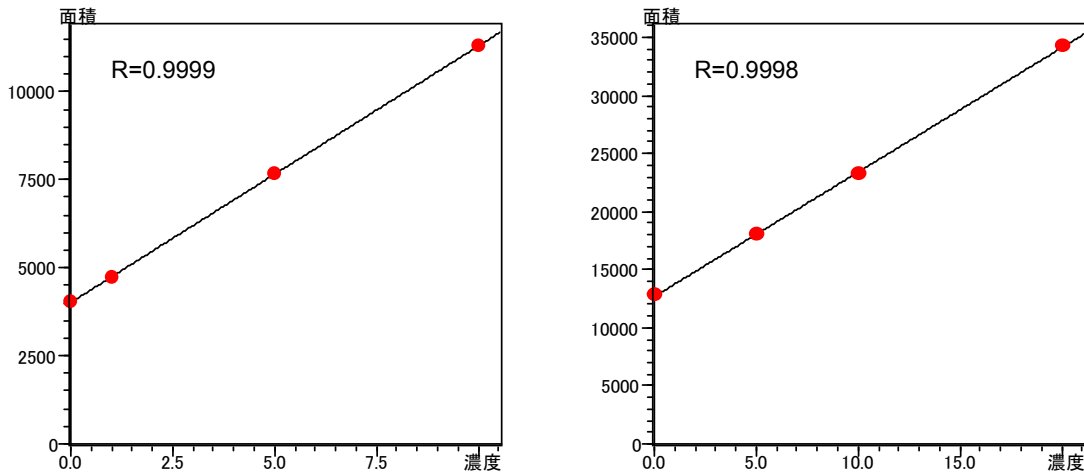


Fig. 1 標準添加法によるワインの検量線

左: Sauvignon Blanc(濃度0, 1, 5, 10 ng/L), 右: Cabernet Sauvignon(濃度0, 5, 10, 20 ng/L)

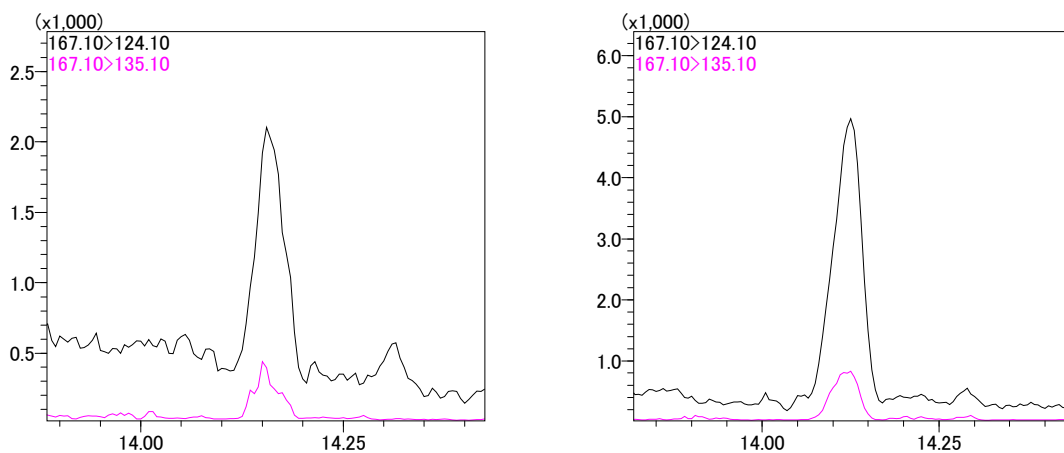


Fig. 2 ワインに含まれるMIBPのMRMクロマトグラム(左: Sauvignon Blanc, 右: Cabernet Sauvignon)

Table 2 標準添加法によるワイン中のMIBPの定量結果(濃度単位: ng/L)とその再現性(n=3)

ワインの種類	1	2	3	平均	標準偏差	C.V.(%)
Sauvignon Blanc	5.5	5.3	5.3	5.4	0.1	2.47
Cabernet Sauvignon	11.8	12.3	12.1	12.1	0.2	1.91

## 考察

ワインに含まれる微量のMIBPをMonoTrap<sup>®</sup> RGPS TDで捕集・濃縮し、PCI法のGC-MS/MSを用いて選択的に検出することにより、ng/LオーダーのMIBPを高感度で検出することができました。

**株式会社 島津製作所**  
分析計測事業部 <http://www.an.shimadzu.co.jp/>

本資料の掲載情報に関する著作権は当社または原作者に帰属しており、権利者の事前の書面による許可なく、本資料を複製、転用、改ざん、販売等することはできません。掲載情報については十分検討を行っていますが、当社はその正確性や完全性を保証するものではありません。また、本資料の使用により生じたいかなる損害に対しても当社は一切責任を負いません。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。