

## ヘッドスペース-GC/MS法によるワイン中のトリクロロアニソール測定

### Analysis of Trichloroanisole in Wine using Headspace-GC/MS

コルク栓から生じるトリクロロアニソール (TCA) によりワインが汚染され異臭を生じることがあります。その臭気閾値は低いため、モニタリングには高感度な測定が必要とされます。従来、測定手法としては濃縮効果の

高いバージ・トラップ法や加熱脱着法などが使用されています。本アプリケーションニュースでは、操作性が容易なヘッドスペース-GC/MS法によりワイン中のトリクロロアニソールを測定した結果をご紹介します。

K.Tanaka

### 分析方法

#### Analytical Conditions

ヘッドスペースサンプラー : Turbomatrix 40 バイアルシェーカー付 (PerkinElmer)

装置 : GCMS-QP2010

カラム : Rtx-5 MS (Restek, 30 m × 0.25 mm I.D. df=1.0 μm)

HS	Sample Amount	: 10 mL	Sample Temp.	: 80 °C (30 min)
	Injection Time.	: 1.5 min	Needle Temp.	: 100 °C
	Transfer Temp.	: 180 °C	Agitation	: ON
	Carrier Gas Press.	: 150 kPa		
GC	Injector Temp.	: 220 °C		
	Column Temp.	: 35 °C(1 min) - 15 °C/min - 250 °C(5 min)		
MS	Interface Temp.	: 220 °C		
	Ion Source Temp.	: 200 °C		
	Monitor Ion	: $m/z$ 197, 210, 212		

### トータルイオンクロマトグラムおよびマススペクトル

#### Total Ion Chromatogram and Mass Spectrum

Fig.1にワイン中に2,4,6-トリクロロアニソールを400 ng/Lに添加した試料のトータルイオンクロマトグラムおよびマススペクトルを示します。

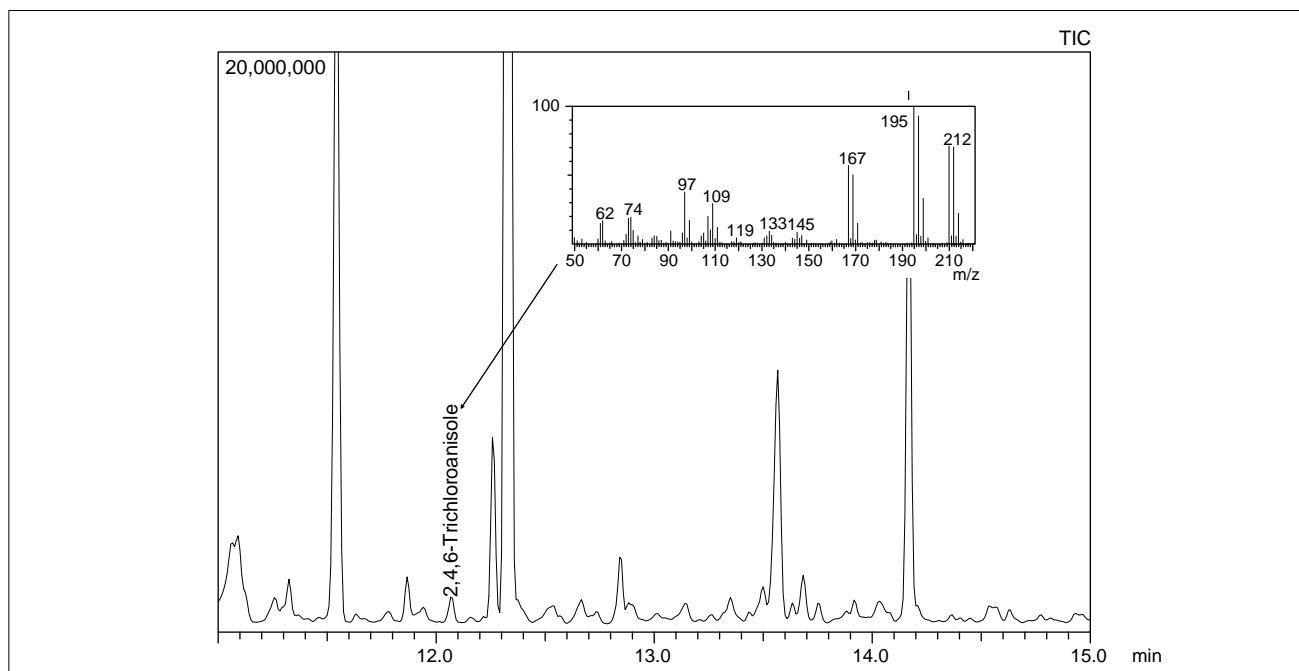


Fig.1 トータルイオンクロマトグラムおよびマススペクトル  
Total Ion Chromatogram and Mass Spectrum

## 感 度

### Sensitivity

Fig.2はワイン中に4 ng/Lとなるように添加した試料のSIMクロマトグラムを示します。ヘッドスペース-GC/MS法は注入量に制限があるため、感度的に不足することが考えられます。しかしながら、Fig.2よりヘッドスペース-GC/MS法でも十分に感度を得られることが確認できます。

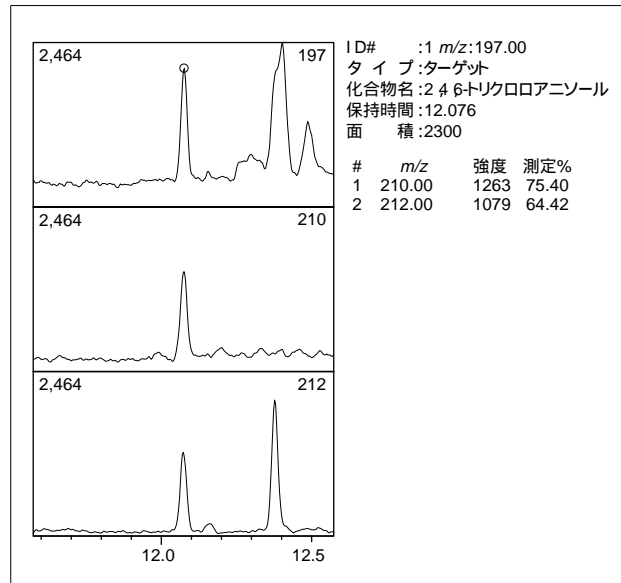


Fig.2 SIMクロマトグラム(4 ng/L)  
SIM Chromatograms (4 ng/L)

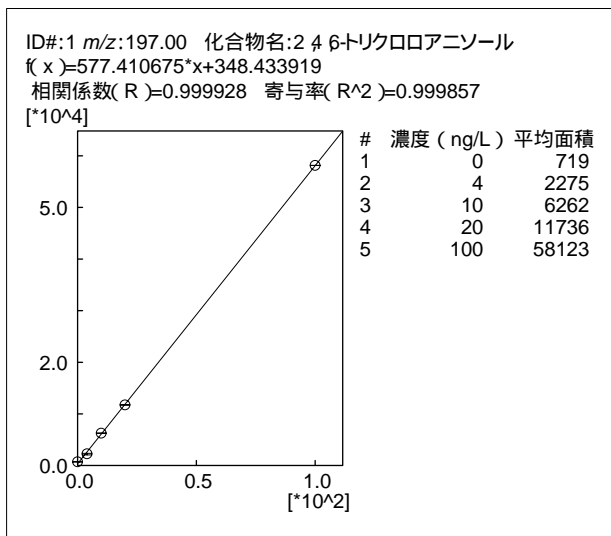


Fig.3 検量線(4 ~ 100 ng/L)  
Calibration Curve (4 ~ 100 ng/L)

## 検量線および繰り返し分析精度

### Calibration Curve and Repeatability

ブランクのほとんど見られなかったワイン中にトリクロロアニソールを所定濃度になるように添加し、検量線を作成しました。その結果をFig.3に示します。また、Table 1には繰り返し分析精度を示します。4 ng/Lの試料においてCV値6 %以下と良好な値が得られることが確認できます。

Table 1 繰り返し分析精度(4 ng/L n=5)  
Repeatability

成分名	分析1	分析2	分析3	分析4	分析5	CV値(%)
2,4,6-トリクロロアニソール	2056	2300	2345	2357	2318	5.47

## まとめ

### Conclusion

本アプリケーションニュースではヘッドスペース-GC/MS法によるワイン中のトリクロロアニソールの測定を検討しました。その結果、数ng/Lレベルにおいても十分に測定可能であることが確認できました。したがって、ワイン中のトリクロロアニソールのモニタリングにヘッドスペース-GC/MS法が有用であることが確認できました。

分に測定可能であることが確認できました。したがって、ワイン中のトリクロロアニソールのモニタリングにヘッドスペース-GC/MS法が有用であることが確認できました。

初版発行：2005年12月

 **島津製作所** 分析計測事業部  
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)  
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

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。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>  
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。