Agilent J&W DB-WAX Ultra Inert Capillary GC 컬럼을 이용한 증류주 분석

응용 자료

향미료, 향료, 식품

저자

Kenneth Lynam
Agilent Technologies, Inc

Yun Zou
Agilent Technologies, Inc
Shanghai

개요

Agilent J&W DB-WAX Ultra Inert GC 컬럼은 높은 비율의 물 또는 물-Ethanol 혼합물을 포함하는 증류주 시료에 대한 안정성이 우수합니다. 비활성 성능이 뛰어난 컬럼을 사용하여 Alcohols, Aldehydes, Organic Acids을 포함하는 문제가 되는 휘발성 동족체에 대해 우수한 피크 모양을 얻을 수 있습니다.

소개

알코올음료의 품질 및 풍미는 음료의 복잡한 혼합물 원료와 직접적인 연관이 있습니다. 어떤 원료는 맛과 향이 좋지만 어떤 원료는 그렇지 않습니다. 전 세계의 증류액 제조 업체 및 혼합 업체는 이러한 요소를 잘 이해하는 전문가를 보유하고 있고, GC 및 GC/MS와 같은 현대적인 분석 도구로 전문가들의 감각적인 능력을 보완하고 있습니다. 증류주 업체는 사업 확장, 수출, 브랜드 모조 방지를 위해 노력하는 것과 마찬가지로 증류주 풍미의 품질 관리 및 규제 요건 준수에도 힘을 쏟아야 합니다.

이전부터 증류주의 특성은 극성 Polyethylene Glycol(PEG, Wax 유형) GC 상을 이용한 가스 크로마토그래피로 규명하였습니다. PEG 상 컬럼은 유용한 조성 정보를 생성하며, 증류액에서 확인된 풍미 요소에 대한 우수한 선택성을 보여줍니다. 증류주 분석은 시료에 고농도의 물(40~80%)이 포함되어 있어서 작업하기가 까다롭습니다. 또한, 일부 표적 화합물의 농도는 ppm보다 더 낮습니다.

Agilent Technologies

이전부터 PEG 컬럼은 알코올/물 매트릭스에 포함된 많은 화학적 활성 성분으로 인한 단점이 있었습니다. Aldehydes, Alcohols, Organic Acids의 분석은 컬럼의 비활성이 부족하여 피크 테일링이 발생하고 결과가 가변적이며 정확하지 않습니다. 일부 기존 PEG 상은 수분을 함유하는 시료에서 안정적이지 않기 때문에 컬럼이 저하되고 재현성이 안 좋아지며, 수명이 감소할 수도 있습니다.

이 응용 자료에서는 Agilent J&W DB-WAX UI 컬럼을 사용하여 증류주의 특성을 규명합니다. 본 연구는 증류주의 문제가 되는 성분에서 비활성 Wax 컬럼의 영향을 중점적으로 설명합니다. 고유한 비활성 상을 이용하여 다양한 표준물질 및 고급 증류액에서 확인할 수 있는 Alcohols, Organic Acids, Aldehydes에 대해 더 분명하고 일관된 피크 모양을 얻을 수 있습니다.

실험

시료는 중국 상하이 및 미국 델라웨어주 윌밍턴 현지에 있는 증류주 소매점에서 구매했습니다. 분석 전, 시료를 2mL의 자동시료 주입기 바이알에 옮기고 순수 시료로써 GC에 주입하였습니다.

기기

표 1과 2에는 기기 및 조건이 나와 있고 표 3에는 유동 경로 소모품 목록이 나와 있습니다.

표 1. 시스템 1 조건

파라미터	값
GC 시스템:	Agilent 7890B/FID
컬럼:	Agilent J&W DB-WAX UI, 30m × 0.25mm, 0.25µm(p/n 122-7032UI)
자동시료 주입기:	Agilent 7683B 자동시료 주입기 및 시료 트레이, 5µL 시린지 (p/n G4513-80213), 0.5µL 주입량
운반 가스:	헬륨, 일정 유속 모드, 0.7mL/분
주입구:	비활성 유동 경로 Split/Splitless, 250°C, Split Ratio 30:1
오븐:	시료 분석의 경우 40°C(4min), 5°C/min의 속도로 100°C까지 가열, 10°C/min의 속도로 200°C까지 가열(10min)(분석 시간 36min) 용매 분석의 경우 40°C(4min), 5°C/min의 속도로 56°C까지 가열, 100°C/min의 속도로 200°C까지 가열(10min)(분석 시간 18.64min)
FID:	250°C

표 2. 시스템 2 조건

파라미터	값
GC 시스템:	Agilent 7890B/FID
컬럼:	Agilent J&W DB-WAX UI, 30m × 0.25mm, 0.25µm(p/n 122-7032UI)
자동시료 주입기:	Agilent 7683B 자동시료 주입기 및 시료 트레이, 5µL 시린지(p/n G4513-80213), 0.5µL 주입량
운반 가스:	수소, 일정 유속 모드 2.5mL/min
주입구:	Split/Splitless, 225°C, Split Ratio 20:1
오븐:	35°C(5min), 12°C/min의 속도로 240°C까지 상승 (5.0min 유지)
FID:	250°C

표 3. 유동 경로 소모품

파라미터	값
바이알:	Amber, write-on spot, certified, 2 mL, screw top vial packs(p/n 5182–0554)
Septa:	Nonstick BTO septa(p/n 5183–4757)
컬럼 너트:	Self-tightening, inlet/detector(p/n 5190-6194)
페룰:	15% Graphite: 85% Vespel, short, 0.4mm id, for 0.1 to 0.25mm columns(10/pk, p/n 5181–3323)
라이너:	Agilent Ultra Inert split liner with glass wool (p/n 5190–2295)
주입구 씰:	Ultra Inert, gold-plated, with washer(p/n 5190–6144)

결과 및 토의

중국 술은 5,000년 이상의 오랜 역사를 가지고 있습니다[2]. 일반적인 양조 과정은 발효, 증류, 혼합을 포함합니다. 생산 지역에 따라 다양한 원료, 미생물, 절차를 사용한다는 것은 Esters, Acids, Alcohols, Aldehydes 및 풍미를 더하는 기타 극미량의 화합물을 포함한 중국 술의 혼합물 성분이 복잡하다는 것을 의미합니다[3].

그림 1에는 중국 술에서 확인된 일부 주요 성분의 표본 크로마토그램 프로파일링이 나와 있습니다. DB-WAX UI 컬럼은 중국 술 시료의 까다로운 원소에 대해 우수한 분리능 및 피크 모양을 보여줍니다. Butyl Acetate(피크 11)는 내부 표준물질로 사용됩니다. 그림 1에서 볼 수 있듯이 Acetal(피크 4)에서 Ethyl Acetate(피크 3)의 바탕선 분리가 이루어졌습니다. 일부 공급 업체의 WAX 유형 컬럼에서는 2-Pentanol(피크 13) 및 Ethyl Valerate(피크 14)가 잘 분리되지 않습니다. 반면 DB-WAX UI 컬럼에서는 우수한 분리능을 보여줍니다. DB-WAX UI의 비활성 성능 및 선택성으로 Acetic Acid (피크 24) 및 Isoamyl Caproate (피크 25)에서 Furfural을 분리할 수 있습니다. 이 시료의 Ethanol(38% v/v)은 과부하가 심하긴 하지만 우수한 피크 모양을 보여줍니다. Methanol, N-Propanol, Isobutanol, 2-Pentanol, 1-Butanol, Isoamyl Alcohol, 2-Heptanol, 1-Hexanol 모두 모양이 뾰족하며 대칭적인 피크로 용리됩니다. 증류된 알코올음료의 Aldehydes 역시 피크 테일링 및 가변적인 머무름 시간을 보여주기 때문에 문제가 될 수 있습니다. 비활성 Wax 컬럼에서 Aldehyde 피크는 모양이 뾰족하여 적분하기 쉽습니다. 확실히 시료에서 문제가 되는 화합물의 종류는 Organic Acids입니다. Organic Acids는 일반적으로 피크 테일링이 심각하고 비활성이 부족한 Wax 컬럼에서는 정확한 정량 분석이 불가능합니다. 반면 DB-WAX UI 컬럼을 사용하면 Organic Acid 피크 모양이 뾰족하고 대칭적이며, 피크의 일관된 적분 및 신뢰성 있는 정량 분석이 가능합니다.

분석 반복성 및 컬럼 성능 안정성은 순수 중국 술 또는 용매 바탕시료(Ethanol:물, 38:62 v/v)를 200회 주입하여 검사하였습니다. 10회의 분석마다 용매 바탕시료를 주입하였습니다.

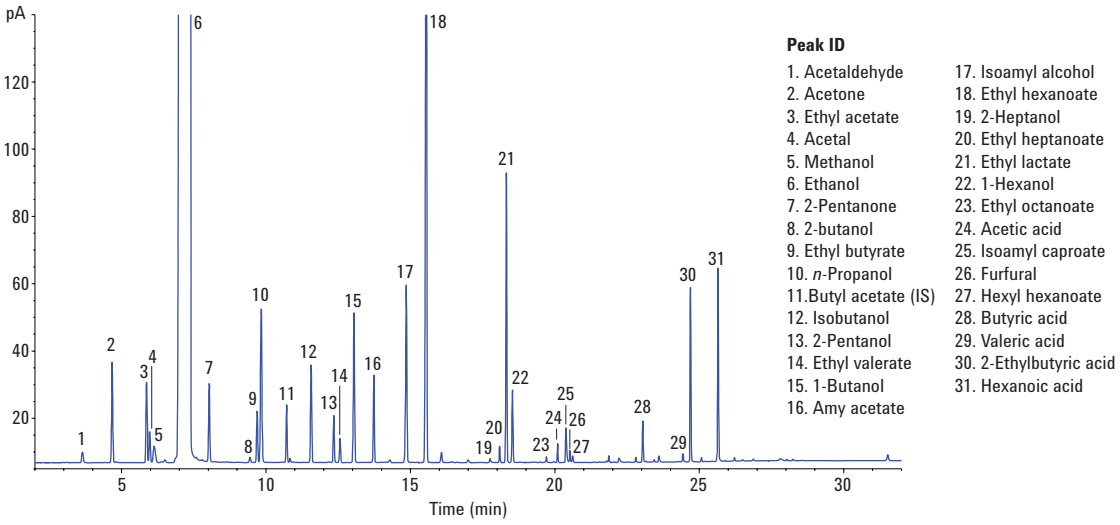


그림 1. Agilent J&W DB-WAX Ultra Inert 30m × 0.25mm, 0.25µm GC 컬럼(p/n 122-7032UI)을 사용한 중국 술 시료의 GC/FID 크로마토그램

그림 2는 200회의 반복 주입에 걸친 머무름 시간 안전성을 보여줍니다. 순수 중국 술 시료의 대부분이 물(62% v/v)로 이루어진 것을 감안하면 수용성 시료의 반복 주입으로 인한 머무름 시간 안정성의 변화는 없다고 할 수 있습니다. 피크 모양은 연구를 진행하는 동안 꾸준히 유지되었습니다. 200회에 걸친 주입으로 확인한 일관된 머무름 시간 및 피크 모양을 통해 복잡한 수용성 알코올음료 분석 시 DB-WAX UI 컬럼이 안정적이고 비활성임을 확인할 수 있습니다.

그림 3은 Maker's Mark 버번위스키의 첫 번째와 50번째 주입의 오버레이를 보여줍니다. Alcohol, Aldehyde, Organic Acid의 피크 모양은 뾰족하고 뚜렷합니다. 대부분이 물(부피의 60%)로 이루어진 순수 위스키 시료를 50회에 걸쳐 주입하였을 때 우수한 머무름 시간 재현성을 보였습니다. 연구를 진행하는 동안 문제가 되는 분석물질의 피크 모양은 대칭적이고 일관적이었습니다. DB-WAX UI Capillary GC 컬럼은 Marker's Mark 시료에서 우수한 비활성 및 상 안정성을 보였습니다.

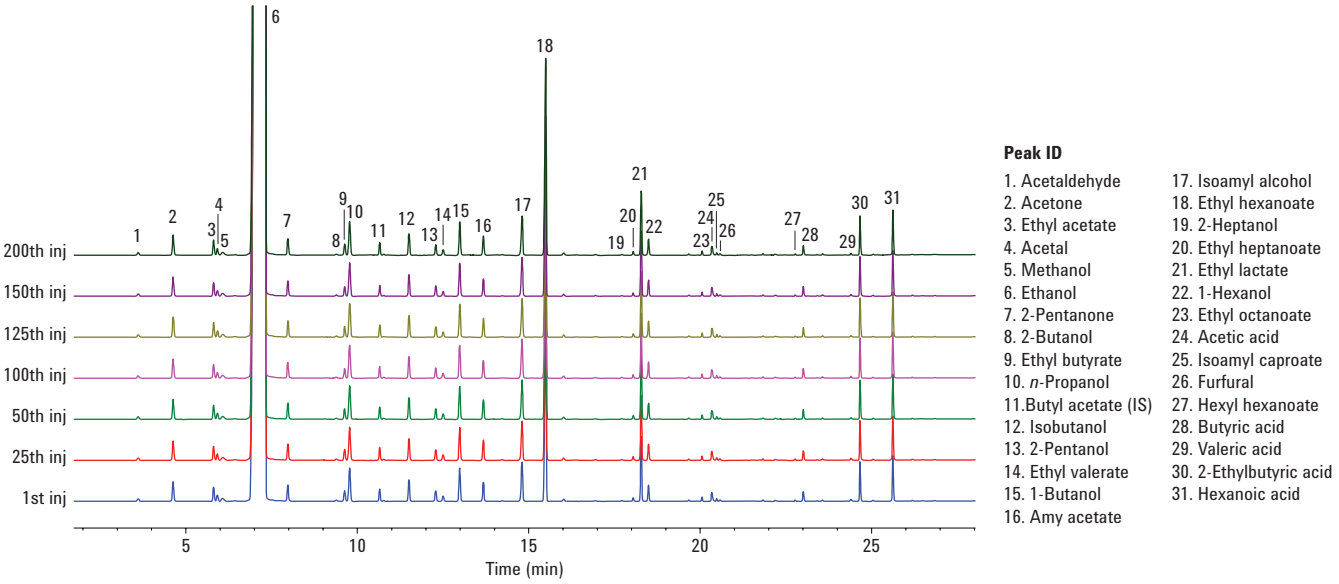


그림 2. 그림 1에 나와 있는 것과 동일한 중국 술의 반복 주입 시 오버레이 된 GC/FID 크로마토그램 Agilent J&W DB-Wax Ultra Inert 30m × 0.25mm, 0.25µm GC 컬럼(p/n 122-7032UI)을 사용하여 생성

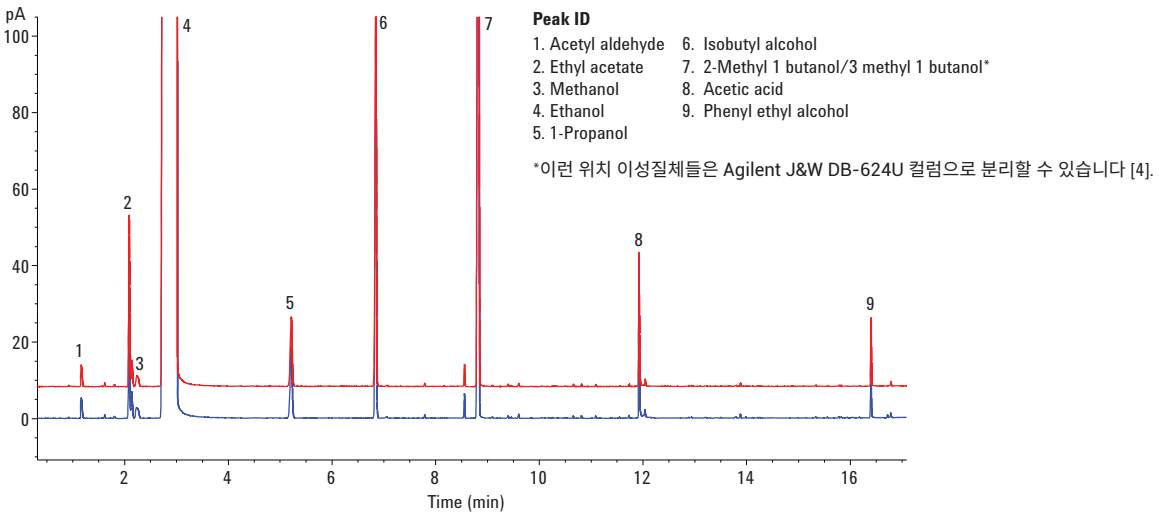


그림 3. Maker's Mark 위스키의 첫 번째와 50번째 주입의 오버레이된 FID 크로마토그램. 표 2와 같은 조건

결론

이 응용 자료는 Agilent J&W DB-WAX UI 컬럼이 증류주에서 확인된 문제가 되는 휘발성 화합물을 정량 분석하는 데 효과가 있다는 것을 명확히 보여줍니다. 대부분이 물로 이루어진 시료의 경우, 주입을 반복하여 상 안정성을 보였습니다. 고급 중국 술 시료를 200회에 걸쳐 직접 주입하였을 때 Alcohols, Aldehydes, Organic Acids의 머무름 시간 및 피크 모양은 일관성을 보였습니다. 비활성 Wax 컬럼은 증류주 분석에서 훌륭한 비활성 및 일관성을 보여줍니다.

참고문헌

1. Piggott, J. R. Whisky, Whiskey and Bourbon: Composition and Analysis of Whiskey. *Encyclopedia of Food and Health*, Elsevier, LTD, **2016**.
2. Shurtleff, W.; Aoyagi, A. History of Koji-Grains and/or Soybeans Enrobed with a Mold Culture (300 BCE To 2012): Extensively Annotated Bibliography and Sourcebook. Soyinfo Center, **2012**.
3. Zheng, Y.; Zhao, J. W.; Zhang, F. G Huang, M. Q.; Sun, B. G.; Zheng, F. P.; Sun, J. Y. Analysis of volatile compounds of Bandaojing sesame-flavor liquor. *Food Sci.* **2014**, *35*, 60-65.
4. Lynam, K. *Agilent J&W DB-624 Ultra Inert Capillary Column Screens Distilled Spirits by GC/MS Headspace*; Application note, Agilent Technologies, Inc. Publication number 5991-0659EN, **2012**.

자세한 정보

이러한 데이터는 일반적인 결과를 나타냅니다. 애질런트의 제품 및 서비스에 대한 자세한 정보는 애질런트 웹사이트 (www.agilent.com/chem)를 방문하십시오.

www.agilent.com/chem

애질런트는 이 문서에 포함된 오류나 이 문서의 제공, 이행 또는 사용과 관련하여 발생한 부수적인 또는 결과적인 손해에 대해 책임을 지지 않습니다.

이 발행물의 정보, 설명 및 사양은 사전 공지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc., 2016
한국에서 인쇄
2016년 3월 11일
5991-6638KO

서울시 용산구 한남대로 98, 일신빌딩 4층 우)04418
한국애질런트테크놀로지스(주) 생명과학/화학분석 사업부
고객지원센터 080-004-5090 www.agilent.co.kr



Agilent Technologies