

# Agilent 8860 가스 크로마토그래피를 이용한 증류주 내의 알코올, 알데하이드 및 에스테르 분석

## 저자

Youjuan Zhang  
Agilent Technologies  
(Shanghai) Co. Ltd. Shanghai  
200131 P. R. China

## 개요

증류주 내의 알코올, 알데하이드, 유기산 및 에스테르 분석을 위한 불꽃 이온화 검출기(FID)로  
구성된 Agilent 8860 GC는 높은 감도, 우수한 직선성 및 안정성을 자랑합니다. 컬럼의 높은  
비활성 성능은 대부분 화합물의 탁월한 피크 모양을 보장합니다.

## 서론

종류주는 알코올, 알데하이드, 유기산 및 에스테르를 포함한 수백 가지의 향미 화합물이 에탄올:물 매질 내에 혼합된 복잡한 화합물입니다. 이러한 극미량 성분의 비율은 술의 풍미와 품질을 좌우합니다. 원재료 및 후속 당화, 발효, 종류 과정에 생성되는 향미 화합물을 모니터링 및 테스트하는 것은 생산업체에게 있어서 매우 중요한 일입니다.

중국 술은 그윽한 풍미와 긴 뒷맛으로 전 세계에서 유명합니다. 중국 술은 풍미 유형에 따라 Maotai, Luzhou, Fen 및 쌀 풍미 등으로 나눌 수 있습니다. 오랫동안 술에 대한 연구는 미생물의 진화 및 발효 과정 중 향미 물질의 형성에 초점을 두고 진행하였습니다. 또한 에스테르, 산, 알코올 및 알데하이드와 같은 주요 방향 성분이 전형적인 술 유형에 미치는 영향을 분석하였습니다. Ethyl acetate, ethyl lactate 및 ethyl hexanoate의 농도와 비율은 술의 풍미에 결정적인 영향을 미칩니다. 마시는 사람의 건강을 위해 술 제조 과정에서 메탄올, 이소부틸 알코올, 이소아밀 알코올의 농도를 엄격하게 제어해야 합니다. 이 응용 자료에서는 Agilent 8860 GC 시스템에 여러 실제 시료를 주입하여 특정 술 풍미 유형을 분석하였습니다. 그리고 술에 포함된 가장 일반적인 10개 화합물을 정량 분석하였습니다.

## 실험

FID로 구성된 8860 GC를 사용하여 분석을 수행하였습니다. 5 $\mu$ L 시린지가 장착된 Agilent 7693A 자동 시료 주입기를 이용하여 시료 주입을 수행하였습니다. 표 1은 본 연구에 사용된 기기 및 조건을 나타냅니다.

### 시료 전처리

마이크로리터 시린지로 정해진 양의 단일 표준 화합물을 첨가하여 표준 혼합 원액을 조제하였습니다. 각 1,000 $\mu$ g/mL의 농도인 10가지 화합물의 원액은 60:40의 에탄올:물 용액(v/v)으로 조제하였습니다.

원하는 농도를 얻기 위해, 다양한 양의 원액을 에탄올 수용액에 스파이킹하여 각 검량 농도의 6개 바이알을 만들었습니다. 검량 표준물질은 표준 농도 10, 30, 50, 100, 500, 1,000 $\mu$ g/mL로 조제하였습니다. 내부 표준물질(IS)은 440 $\mu$ g/mL IS에 해당하는 농도로 각 검량 농도에 스파이킹하였습니다. 종류주 시료는 중국 현지에 있는 소매점에서 구매하였고 순수 시료로써 GC에 주입하였습니다.

표 1. Agilent J&W DB-FATWAX UI 컬럼의 종류주 분석법 조건

파라미터	값
GC 시스템	8860 GC/FID
주입구	분할/비분할, 250°C, 분할비 30:1 라이너: Ultra Inert(p/n 5190-2295)
컬럼	J&W DB-FATWAX Ultra Inert, 30m × 0.25mm, 0.25 $\mu$ m(p/n G3903-63008)
운반 가스	헬륨, 1mL/분, 일정 유속
오븐	40°C(4분), 5°C/분으로 100°C까지 10°C/분으로 200°C까지(10분)
FID	250°C, 수소: 30mL/분, 공기: 300mL/분, 보조 가스(N <sub>2</sub> ): 25mL/분
주입	0.5 $\mu$ L

## 결과 및 토의

증류주의 향미 물질을 모니터링하기 위한 신뢰성 있는 분석법을 개발하기 위해, 자동 주입 및 FID로 구성된 8860 GC를 사용하였습니다. 그림 1은 시스템으로부터 수집한 100 $\mu$ g/mL인 농도에서의 10가지 표준 화합물 및 1개의 내부 표준물질에 대한 전형적인 크로마토그램을 보여줍니다.

그림 2, 3, 4는 중국 술 시료의 다양한 향미료 내에서 발견된 주요 성분의 크로마토그램 프로파일링 사례입니다. 시스템은 모든 알코올, 알데하이드, 유기산, 에스테르에 대해 우수한 분리능 및 피크 모양을 보여줍니다. 그림 2에서 확인할 수 있는 것처럼 ethyl acetate, acetaldehyde 및 methanol은 베이스라인에서 분리되었습니다. Methanol은 강한 극성을 띠며 쉽게 테일링 현상이 나타날 수 있지만, 이 분석법에서는 뾰족하고 대칭적인 피크 모양을 보였습니다.

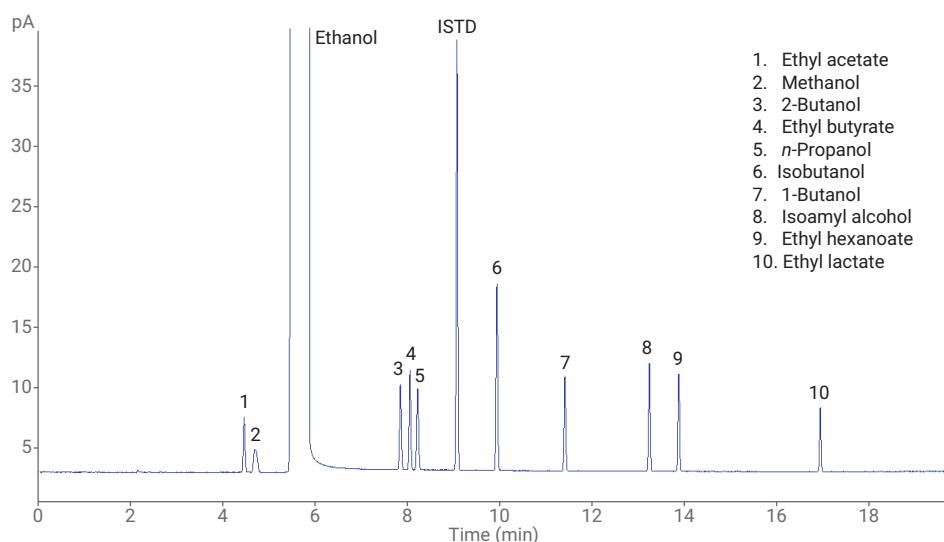


그림 1. J&W DB-FATWAX Ultra Inert 컬럼을 사용한 10가지 표적 화합물(100 $\mu$ g/mL)의 GC/FID 크로마토그램

- |                     |                     |                           |                     |
|---------------------|---------------------|---------------------------|---------------------|
| 1. Acetaldehyde     | 10. Ethyl butyrate  | 19. 3-Hydroxyl-2-butanone | 28. 1,2-Propanediol |
| 2. Acetone          | 11. n-Propanol      | 20. Ethyl heptanoate      | 29. Butyric acid    |
| 3. Ethyl acetate    | 12. Isobutanol      | 21. Ethyl lactate         | 30. Valeric acid    |
| 4. Acetal           | 13. Ethyl valerate  | 22. n-Hexanol             | 31. Hexanoic acid   |
| 5. Methanol         | 14. 2-Pentanol      | 23. Ethyl octanoate       | 32. 2-Phenylethanol |
| 6. Isovaleraldehyde | 15. n-Butanol       | 24. Acetic acid           | 33. Heptanoic acid  |
| 7. Ethanol          | 16. Isoamyl alcohol | 25. Furfural              | 34. Octanoic acid   |
| 8. 2-Pentanone      | 17. Ethyl hexanoate | 26. 2,3-Butanediol(levo)  | 35. Ethyl palmitate |
| 9. 2-Butanol        | 18. n-Pentanol      | 27. 2,3-Butanediol(meso)  |                     |

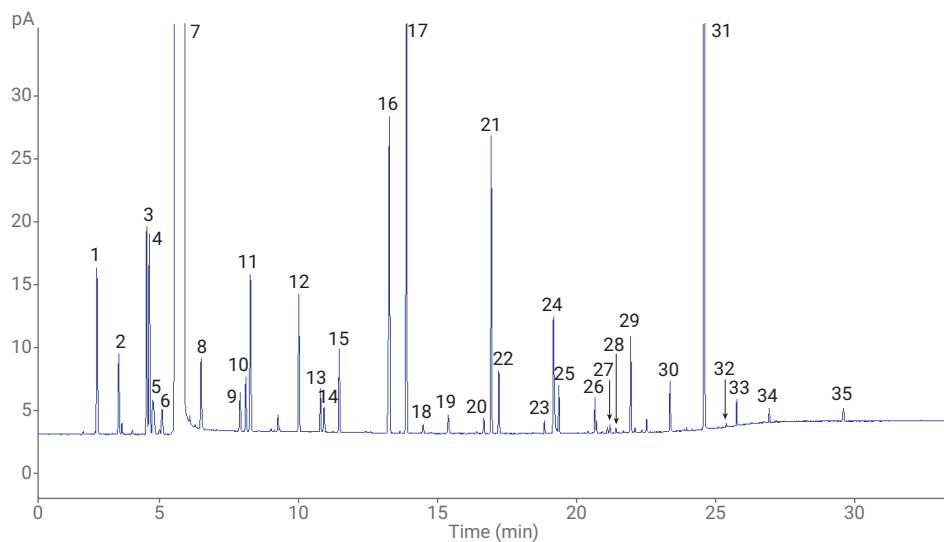


그림 2. Luzhou 풍미인 중국 술 시료의 GC/FID 크로마토그램

1. Acetaldehyde	10. Ethyl butyrate	19. n-Pentanol	28. 2,3-Butanediol(meso)
2. Acetone	11. n-Propanol	20. 3-Hydroxyl-2-butaneone	29. 1,2-Propanediol
3. Ethyl acetate	12. n-Butyl acetate (IS)	21. Ethyl heptanoate	30. Butyric acid
4. Acetal	13. Isobutanol	22. Ethyl lactate	31. Valeric acid
5. Methanol	14. Ethyl valerate	23. n-Hexanol	32. Hexanoic acid
6. Isovaleraldehyde	15. 2-Pentanol	24. Ethyl octanoate	33. 2-Phenylethanol
7. Ethanol	16. n-Butanol	25. Acetic acid	34. Heptanoic acid
8. 2-Pentanone	17. Isoamyl alcohol	26. Furfural	35. Octanoic acid
9. 2-Butanol	18. Ethyl hexanoate	27. 2,3-Butanediol(levo)	36. Ethyl palmitate

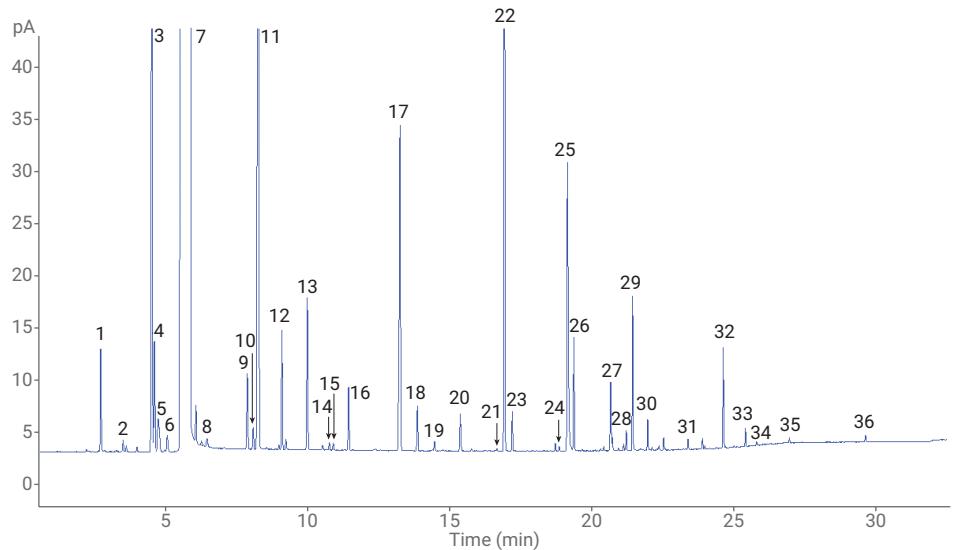


그림 3. Maotai 풍미인 중국 술 시료의 GC/FID 크로마토그램

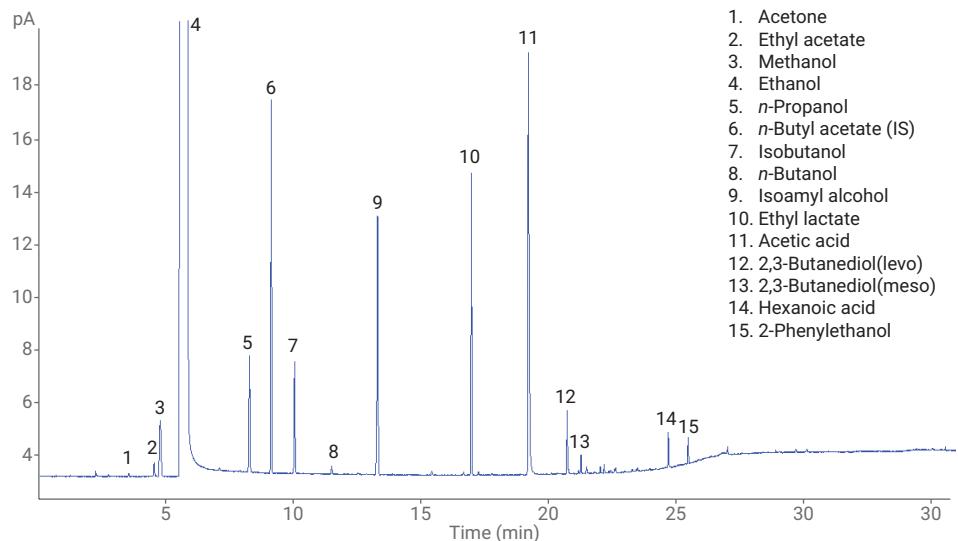


그림 4. Fen 풍미인 중국 술 시료의 GC/FID 크로마토그램

10~1,000 $\mu$ g/mL 범위에서의 10가지 화합물의 상관 계수( $R^2$ )는 0.9992 이상이었습니다. 표 2는 상세한 검량 정보를 나타나고, 그림 5, 6, 7은 methanol, isobutanol 및 ethyl lactate의 검량선을 보여줍니다.

표 2. 10가지 표적 화합물의  $R^2$ , RSD, LOD

화합물	RT	$R^2$	RSD(n = 6)		MDL ( $\mu$ g/mL)
			100 $\mu$ g/mL	중국 술	
Ethyl acetate	4.51	0.9992	3	2.8	3
Methanol	4.75	0.9998	1.3	1.2	5
2-Butanol	7.88	0.9998	1.3	1.4	2
Ethyl butyrate	8.09	0.9995	2.5	2.2	2
n-Propanol	8.26	0.9998	1.1	1.1	2
Isobutanol	9.96	0.9998	1.1	1.2	2
1-Butanol	11.43	0.9998	1.4	1.2	2
Isoamyl alcohol	13.25	0.9998	1.2	1.3	2
Ethyl hexanoate	13.88	0.9998	1.6	1.1	2
Ethyl lactate	16.93	0.9999	1.1	1.2	3

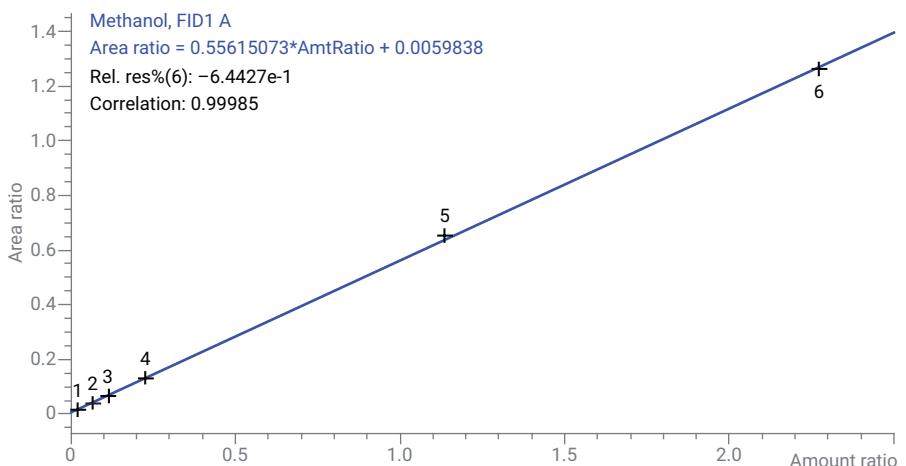


그림 5. Methanol 검량선( $R^2 = 0.99985$ )

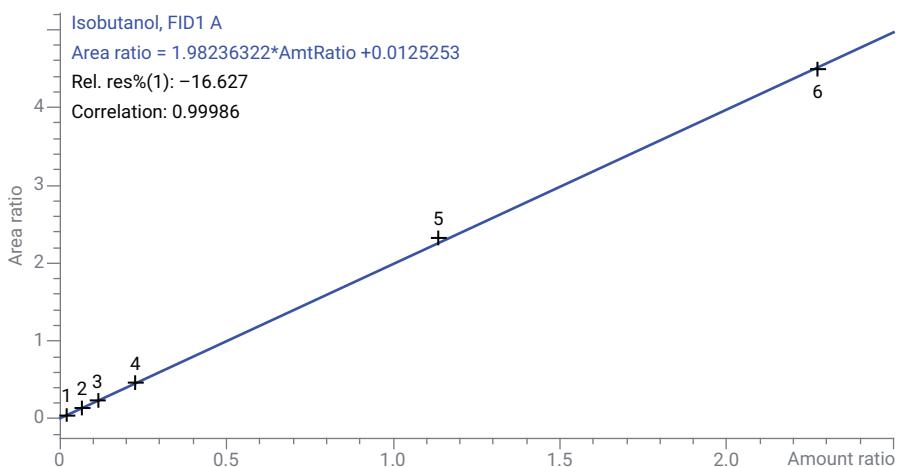


그림 6. Isobutanol 검량선( $R^2 = 0.99986$ )

시스템의 무결성을 검증하기 위해 재현성을 확인하였습니다. 표준물질과 실제 시료 모두에 대해 재현성 시험을 수행하였습니다. 표 2는 대부분 화합물에 대해, 면적 %RSD가 3% 미만임을 보여줍니다. 그림 8은 중국 술을 6회 반복 주입한 크로마토그램 오버레이입니다. 그림을 통해 알 수 있듯이, 머무름 시간과 면적 안정성은 탁월하게 나타났습니다.

분석법 검출 한계(MDL)를 계산하기 위해 신호대 잡음비(S/N)를 사용하였습니다. MDL 시험에는 5 $\mu$ g/mL인 농도의 표준 용액을 사용하였으며, 모든 화합물의 값은 표 2에 나와 있습니다. 모든 화합물의 MDL은 5 $\mu$ g/mL과 같거나 그 이하였습니다.

## 결론

이 응용 자료에서 자동 주입 및 FID로 구성한 8860 GC는 술 내의 알코올, 알데하이드, 유기산, 에스테르 분석을 위한 경제적이고 신뢰성 있는 솔루션을 제공합니다. EPC 제어 및 J&W DB-FATWAX UI 컬럼은 탁월한 피크 모양, 분리능 및 뛰어난 재현성을 제공합니다.

## 참고 문헌

- Kenneth L.; Zhou, Y. Analysis of Distilled Spirits Using an Agilent J&W DB-WAX Ultra Inert Capillary GC Column, *Agilent Technologies Application Note*, 발행물 번호 5991-6638EN, **2016**.
- Cai, X. Y.; Yin, J. J.; Hu, G. D. Determination of Minor Flavor Components in Chinese Spirits by Direct Injection Technique with Capillary Columns. *Chin. J. Chromatogr.* **1997**, 15(5).

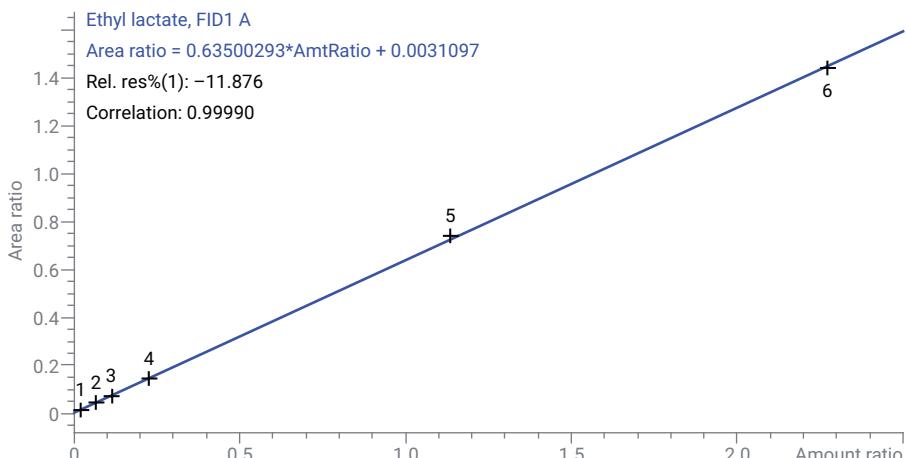


그림 7. Ethyl lactate 검량선( $R^2 = 0.99985$ )

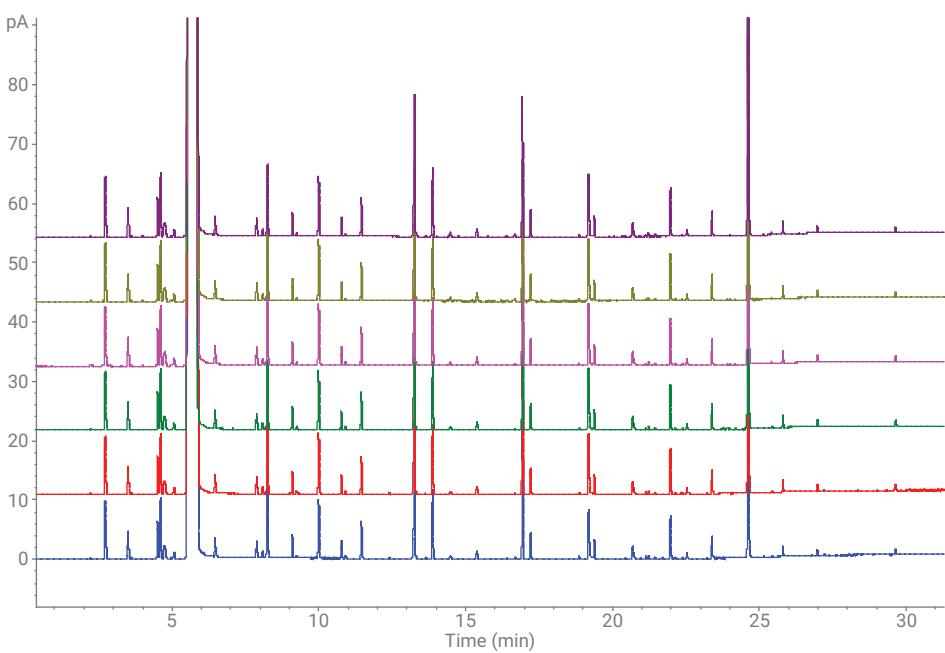


그림 8. 중국 술의 6회 반복 주입 GC/FID 크로마토그램 오버레이

[www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2019  
2019년 1월 2일, 한국에서 인쇄,  
5994-0490KO

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