

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

증류주는 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, 증류 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. 5µL 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 1,000µg/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, 1,000µg/mL로 조제하였습니다. 내부 표준물질(IS)은 440µg/mL IS에 해당하는 농도로 각 검량 농도에 스파이킹하였습니다. 증류주 시료는 중국 현지에서 있는 소매점에서 구매하였고 순수 시료로써 GC에 주입하였습니다.

표 1. Agilent J&W DB-FATWAX UI 컬럼의 증류주 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, 0.25µm(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 ₂): 25mL/분
주입	0.5µL

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 100µg/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.

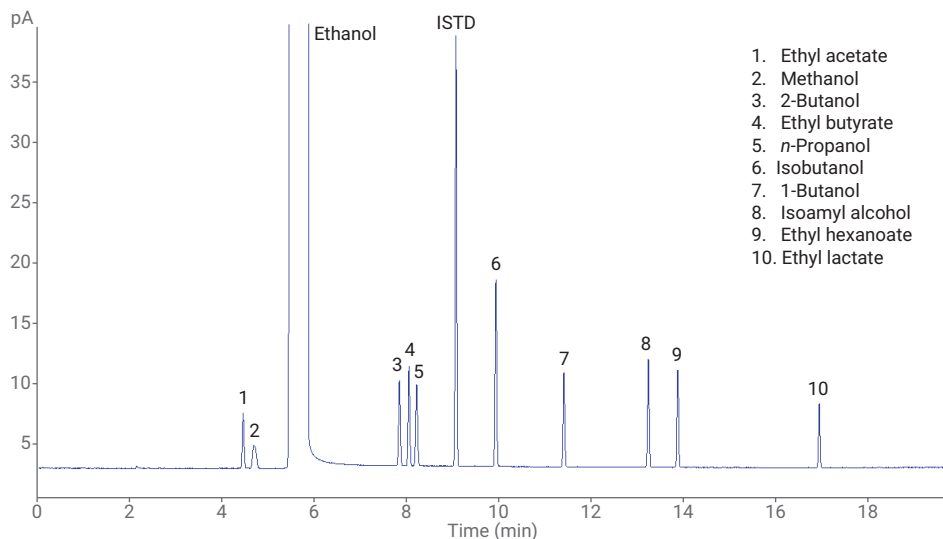


그림 1. J&W DB-FATWAX Ultra Inert 컬럼을 사용한 10가지 표적 화합물(100µg/mL)의 GC/FID 크로마토그램

- | | | | |
|---------------------|------------------------|---------------------------|---------------------|
| 1. Acetaldehyde | 10. Ethyl butyrate | 19. 3-Hydroxyl-2-butanone | 28. 1,2-Propanediol |
| 2. Acetone | 11. <i>n</i> -Propanol | 20. Ethyl heptanoate | 29. Butyric acid |
| 3. Ethyl acetate | 12. Isobutanol | 21. Ethyl lactate | 30. Valeric acid |
| 4. Acetal | 13. Ethyl valerate | 22. <i>n</i> -Hexanol | 31. Hexanoic acid |
| 5. Methanol | 14. 2-Pentanol | 23. Ethyl octanoate | 32. 2-Phenylethanol |
| 6. Isovaleraldehyde | 15. <i>n</i> -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. <i>n</i> -Pentanol | 27. 2,3-Butanediol(meso) | |

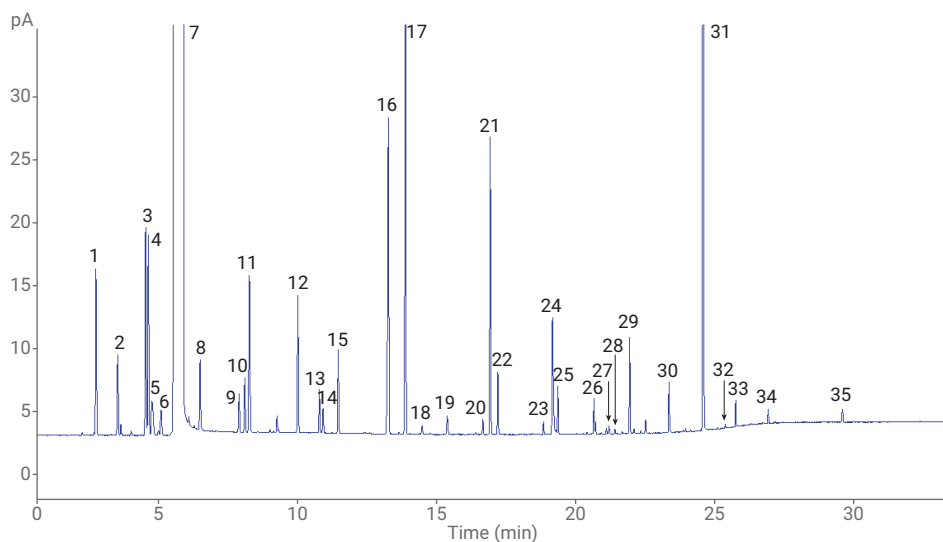


그림 2. Luzhou 풍미인 중국 술 시료의 GC/FID 크로마토그램

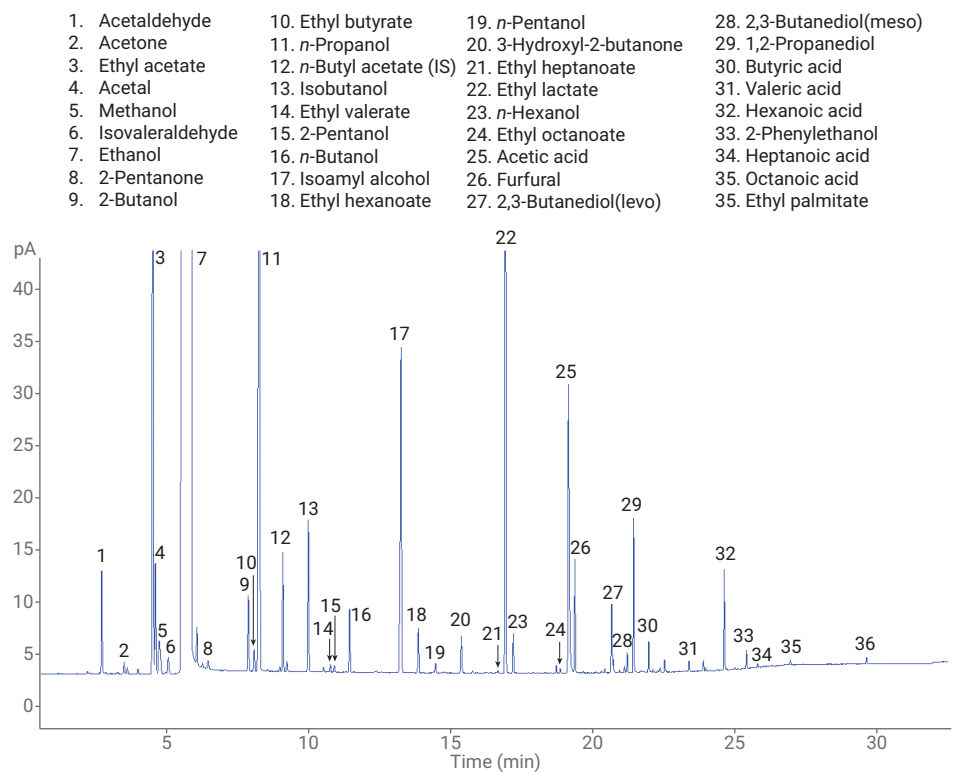


그림 3. Maotai 풍미인 중국 술 시료의 GC/FID 크로마토그램

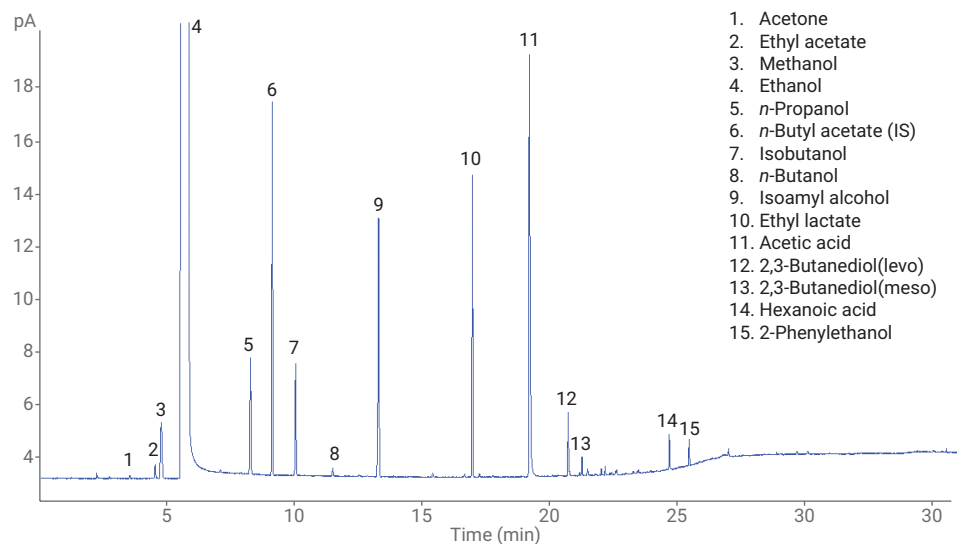


그림 4. Fen 풍미인 중국 술 시료의 GC/FID 크로마토그램

10~1,000µg/mL 범위에서의 10가지 화합물의 상관 계수(R^2)는 0.9992 이상이었습니다. 표 2는 상세한 검량 정보를 나타내고, 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)		
			100µg/mL	중국 술	MDL (µg/mL)
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
<i>n</i> -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

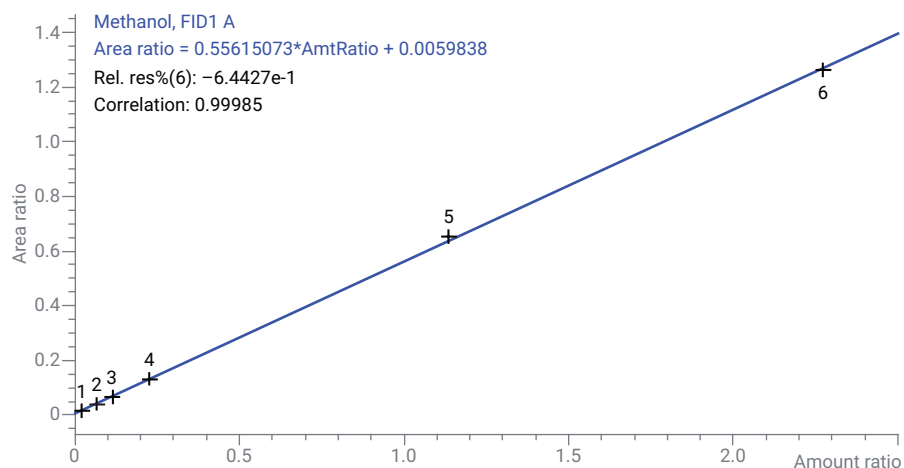


그림 5. Methanol 검량선($R^2 = 0.99985$)

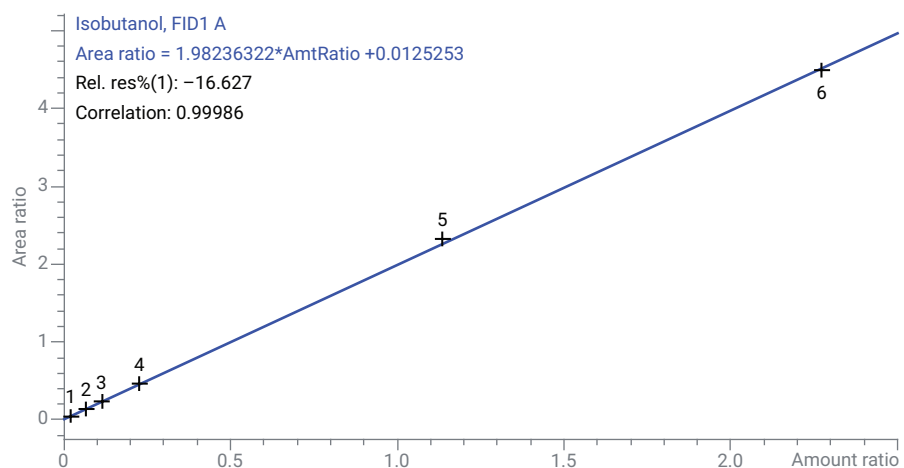


그림 6. Isobutanol 검량선($R^2 = 0.99986$)

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 5µg/mL인 농도의 표준 용액을 사용하였으며, 모든 화합물의 값은 표 2에 나와 있습니다. 모든 화합물의 MDL은 5µg/mL과 같거나 그 이하였습니다.

결론

이 응용 자료에서 자동 주입 및 FID로 구성된 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

1. 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**.
2. 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).

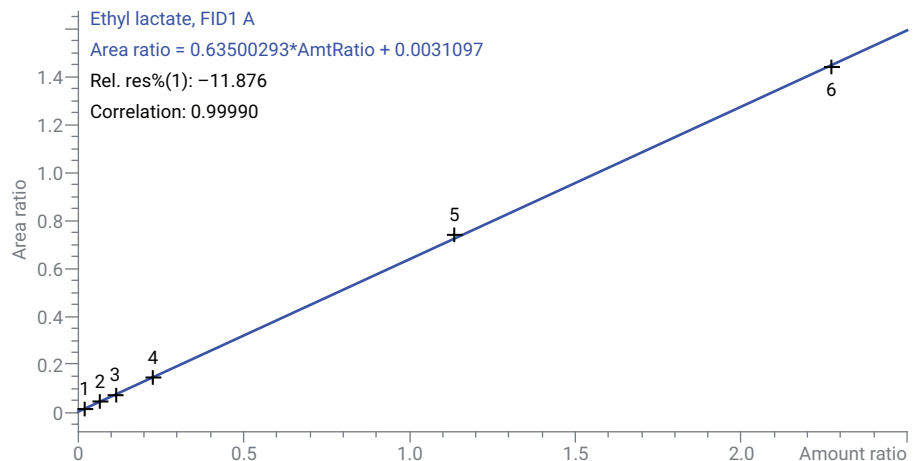


그림 7. Ethyl lactate 검량선($R^2 = 0.99985$)

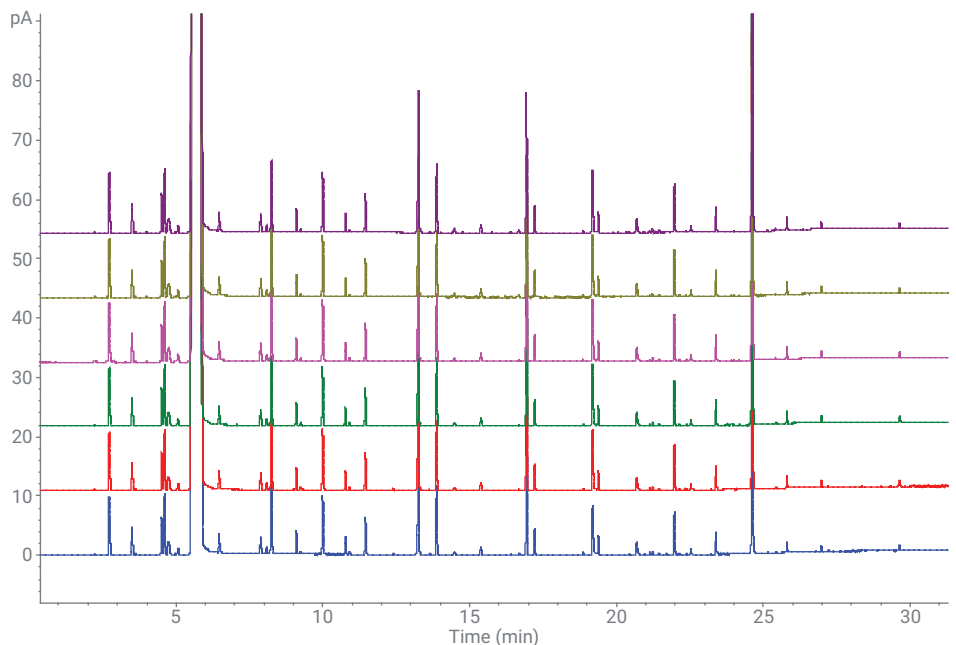


그림 8. 중국 술의 6회 반복 주입 GC/FID 크로마토그램 오버레이

www.agilent.com/chem

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
한국에질런트테크놀로지스(주) 생명과학/화학분석 사업부
고객지원센터 080-004-5090 www.agilent.co.kr

 **Agilent**
Trusted Answers