

Application News

No.M303K

Gas Chromatography Mass Spectrometry

SPME Arrow를 이용한 알코올 음료의 DMTS 분석

디메틸 트리황화물(Dimethyl trisulfide, DMTS)은 숙성된 알코올 음료에서 이취 화합물로 알려져 있습니다. 이는 술의 효소에 의해 발생하는 산화분해 때문입니다. 이에 DMTS를 측정해 알코올 음료의 품질을 조절할 수 있는 능력이 주목받고 있습니다. 또한 DMTS를 농축하기 위한 고체상 마이크로 추출(SPME)의 많은 사용이 보고되었습니다.

이 자료에서는 기존의 SPME 방식보다 농도에 더 효과적인 것으로 나타났던 증기상추출법과 SPME Arrow를 이용한 담금추출법(soaking extraction)에 의한 DMTS 분석을 소개합니다.

■ 표준용액 및 시료용액 준비

보정곡선을 위한 표준물질

DMTS 표준물질은 에탄올로 희석되었으며, 1 µL의 용액이 10% 에탄올 용액 10 mL로 스파이크되었을 때 0.05 - 2 µg/L의 농도를 만들도록 표준 용액을 준비하였습니다. 검정곡선에 사용되는 표준물질은 염화나트륨 3g과 에탄올 10% 용액 10mL를 20mL 스크류캡 바이알에 넣고 각 DMTS 표준용액 1µL를 첨가해 작성했습니다.

알코올 음료 샘플

이 측정을 위해 두 개의 서로 다른 일본 사케를 준비했습니다. 각 일본 사케 샘플은 정제수로 희석하여 10%의 농도로 에탄올을 만들었습니다. 분석에 사용된 시료는 염화나트륨 3g과 희석 시료 각 10mL를 20mL 스크류 캡 바이알에 섞어 작성했습니다.

■ 분석조건

이 실험에 대한 기기 구성 및 분석 조건은 표.1에 열거되어 있습니다.

표.1 기기 구성 및 분석조건

GCMS	: GCMS-QP2020 NX + AOC-6000
Column	: InertCap-PureWAX (Length: 30 m, I.D.: 0.25 m, df: 0.25 µm)
GC Conditions	
Injection Temp.	: 250 °C
Injection Mode	: Split (split ratio 20)
Purge Flow rate	: 3.0 mL/min
Control mode	: Constant linear velocity (50.5cm/min)
Column oven Temp.	: 40 °C (2 min) → (30 °C /min) → 90 °C → (3 °C /min) → 110 °C → (30 °C /min) → 250 °C (5 min)

MS Conditions

Interface Temp. : 250 °C Ion Source Temp. : 200 °C
Measurement Mode : SIM Event Time : 0.3 sec
Monitor Ion : m/z 126, 79

SPME Arrow conditions

SPME Arrow : DVB/Carbon WR/PDMS
(Vapor phase: O.D.: 1.1 mm, film thickness: 120 µm, length: 20 mm)
(Soaking: O.D.: 1.5 mm, film thickness: 120 µm, length: 20 mm)

Conditioning Temp. : 270 °C (Pre Conditioning 5 min)
Incubation Temp. : 35 °C (5 min)
Stirrer Speed : 250 rpm (vapor phase)/0 rpm (soaking)
Sample Extract Time : 30 min (vapor phase)/15 min (soaking)
Sample Desorb Time : 2 min (250 °C: GC injection temperature)

■ 보정곡선

교정 곡선은 그림.1과 같습니다. 증기상추출과 담금추출의 경우 0.05 - 2 µg/L의 농도 범위에서 양호한 선형성을 얻었습니다.

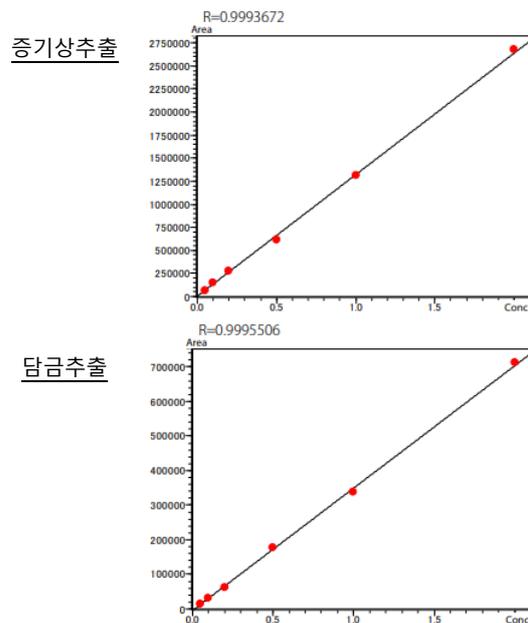


그림.1 보정곡선

■ SIM 크로마토그램

그림.2는 DMTS 0.05µg/L로 스파이크된 일본산 사케(Blank) 및 일본산 사케 샘플의 SIM 크로마토그램입니다. 우리는 DMTS가 다른 종류의 일본 사케로부터 성공적으로 탐지될 수 있다는 것을 확인했습니다.

■ 재현성 및 회수율

그림.2는 반복성(CV 값)과 스파이크 및 회수율을 보여줍니다. 증기상추출과 담금추출 모두에 대해 ≤12%의 반복성으로 좋은 결과를 얻었습니다. 스파이크와 회수율은 담금추출의 경우 ≥70%였지만, 증기상추출이 사용되었을 때는 B사의 일본식 사케에서 <70%였습니다.

■ 결과

이 보고서는 SPME Arrow를 사용한 알코올 음료의 DMTS 측정에서 증기상추출과 담금추출을 비교했습니다. 그 결과 담금추출 방법에 의해 더 높은 회수율이 이루어졌다는 것을 보여주었습니다. 증기상추출은 30분이 걸리지만 담금추출은 이 시간을 절반으로 줄일 수 있습니다.

이러한 결과는 SPME Arrow 방법을 사용할 때 담금추출을 이용한 DMTS 분석에 더 효과적이라는 것을 나타냅니다.

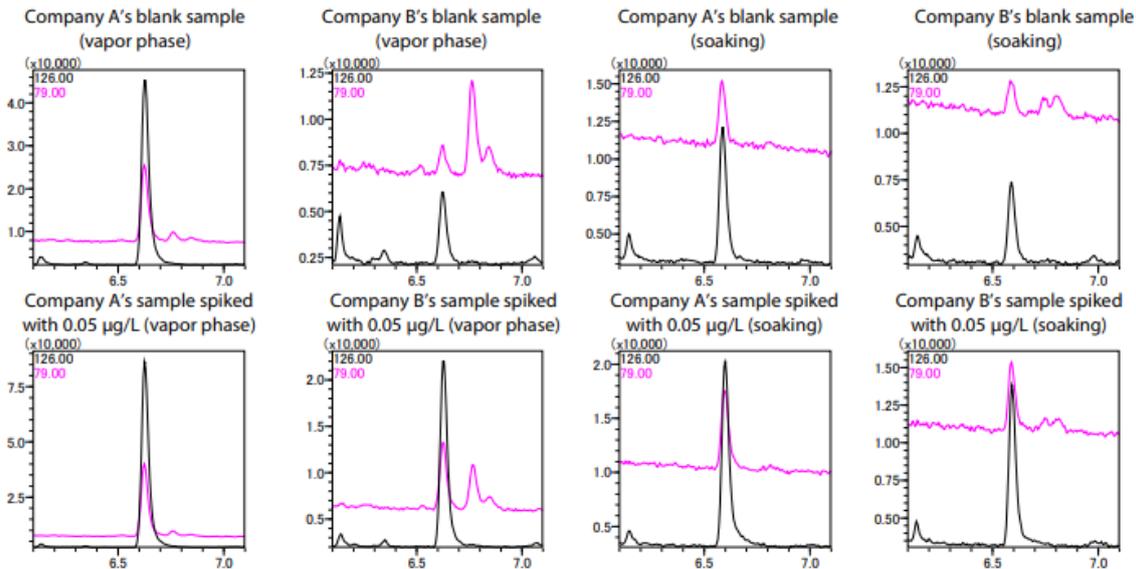


그림.2 일본 사케의 DMTS 크로마토그램

표.1 재현성 및 회수율

		증기상추출			담금추출		
		Mean value (µg/L)	CV value (%)	회수율 (%)	Mean value (µg/L)	CV value (%)	회수율 (%)
Company A	Blank	0.088	5.5	-	0.077	2.5	-
	Spiked with 0.05 µg/L	0.146	3.2	116.0	0.114	5.9	74.0
	Spiked with 1 µg/L	0.923	3.0	83.6	0.943	5.1	85.7
Company B	Blank	0.005	12	-	0.043	9.3	-
	Spiked with 0.05 µg/L	0.036	3.0	63.2	0.088	2.6	88.8
	Spiked with 1 µg/L	0.661	4.5	65.7	0.817	4.8	77.4