

Application News

No.G338K

Gas Chromatography

Nexis™ SCD-2030을 이용한 맥주 중 황화수소의 정량분석

맥주는 효모의 발효과정에서 다양한 휘발성 황화합물이 생성됩니다. 특히 황화수소는 맥주의 풍미에 영향을 주는 것 중 하나로 제품에 따라서는 가장 제거하고 싶은 off-flavor중의 하나입니다. 맥주 내의 황화수소를 정량하는 것은 그 품질과 제조과정을 관리하는 데 중요한 요소가 됩니다.

화학발광검출기(Sulfur Chemiluminescence Detector; SCD)는 황화합물을 선택적이면서 고감도로 검출할 수 있는 검출기입니다. 헤드스페이스(HS) 전처리 장치를 이용하게 되면 음료 중의 휘발성 황화합물 분석을 가능하게 합니다. 본 Application News에서는 SCD와 HS를 사용하여 시판 맥주 제품 중에 포함된 황화수소를 측정·정량을 하였습니다.

北野理基、武守佑典

■ 시료 및 분석조건

황화수소 표준시약은 시장에서 구하기가 매우 어렵습니다. 또한, 수용성이 높고 전이되기 때문에 기상으로의 휘발성이 적은 화합물입니다. 본 Application News에서는 탄산수와 황화나트륨 9수화물을 이용하였습니다. 약산성인 탄산수 중에 황화나트륨수용액을 첨가하면 황화수소가 발생합니다. 이러한 원리로 20 mL 헤드스페이스 Vial에 탄산수를 5 g 채취하고 S²⁻로서 0.1,0.2,0.5,1,2.5,10 ng/mL가 되도록 황화나트륨 9수화물 수용액을 첨가하여 표준시료를 준비하였습니다.

맥주 시료는 5종류(라거(Lager)맥주 3종, 에일(Ale)맥주 2종) 준비하였습니다. 표준시료와 마찬가지로 각각 헤드스페이스 Vial(20mL)에 5 g 채취해서 측정시료로 하였습니다.

맥주는 개봉 후에 빠르게 변질되므로 Vial에 봉입한 후에는 1시간 이내로 측정을 하였습니다. 분석 조건은 표 1에 나타냅니다.



그림 1. Nexis™ GC-2030/SCD-2030/HS-20

표 1 분석조건

Model	: Nexis GC-2030/SCD-2030/HS-20
<HS>	
Mode	: Loop
Oven Temperature	: 60 °C
Sample Line Temp.	: 120 °C
Transfer Line Temp.	: 150 °C
Vial Pressure	: 80 kPa
Vial Heat-retention Time	: 10 min
Vial Pressurization Time	: 1 min
Vial Pressurization Equil. Time	: 0.1 min
Loading Time	: 1 min
Loading Pressurization Time	: 0.1 min
Injection Time	: 1 min
Needle Flush Time	: 5 min
<GC>	
Injection Mode	: Split
Split Ratio	: 5
Carrier Gas	: He
Carrier Gas Control	: Constant Pressure (20 kPa)
Column	: SH-Rtx™-1 (60 m X 0.53 mm I.D., df = 7 μm)
Post Column	: Deactivated fused silica tubing (0.3 m X 0.32 mm I.D.)
Oven Temperature	: 30 °C (1.5 min), 10 °C/min to 50 °C, 25 °C/min to 220 °C (2 min)
Detector	: SCD
Interface Temp.	: 200 °C
Electric Furnace Temp.	: 850 °C
Detector Gas	: H ₂ 100 mL/min N ₂ 10 mL/min O ₂ 12 mL/min O ₃ 25 mL/min

■ 검량선

그림 2에 검량선을 나타냅니다. 0.1~10 ng/mL의 농도 영역에서 상관계수 R>0.999 이상으로 양호한 직선성을 보였습니다.

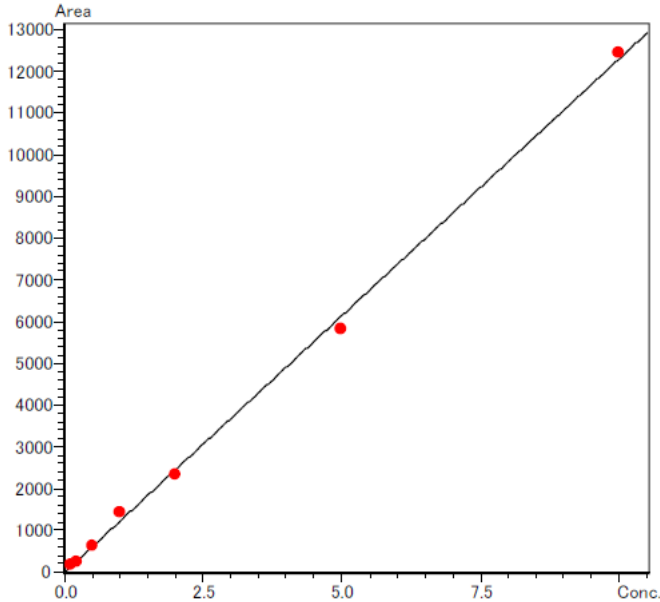


그림 2. 황화수소의 검량선

■ 맥주시료의 분석결과

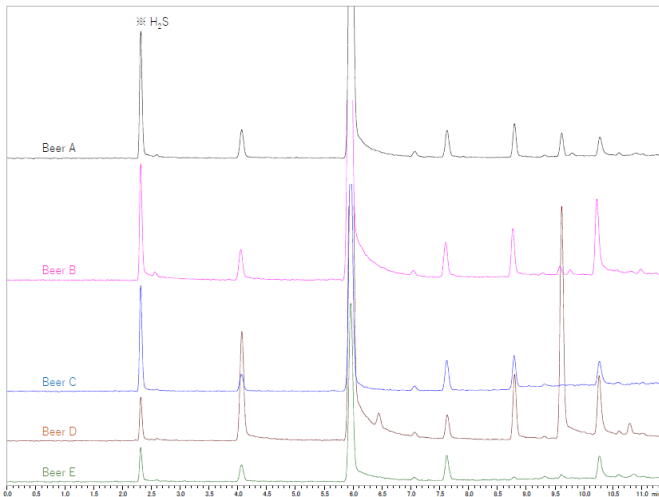


그림 3. 각 맥주시료의 크로마토그램

그림3은 각 맥주시료의 크로마토그램입니다. 다수의 휘발성 황화합물이 검출되었습니다.

※표시로 나타낸 피크가 황화수소입니다.

표 2에 나타낸 것과 같이 황화수소 농도 결과는

0.87~3.49 ng/mL로 나타났습니다. 맥주 시료 A, B, C가 라거(Lager)맥주이며, D와 E가 에일(Ale)맥주입니다. 이 2종류의 맥주 간에 황화수소 농도의 차이를 확인할 수 있으며, 발효과정의 차이와 풍미에 미치는 영향을 황화수소 농도로 볼 수 있습니다.

표 2 각 맥주시료의 황화수소 농도

Sample	Concentration of H ₂ S (ng/mL)
Beer A	3.49
Beer B	3.41
Beer C	2.65
Beer D	1.20
Beer E	0.87

■ 고찰 및 정리

Nexis SCD-2030과 HS-20의 시스템을 이용함으로써 ng/mL 레벨 이하의 황화수소를 분석, 정량할 수 있음을 확인하였습니다.

맥주 시료 간의 황화수소 농도는 이들 제조과정 등에서 차이가 있음을 확인하였으며, 맥주의 향·풍미에 영향을 미치는 것으로 제품을 관리하는데 있어 황화수소 농도를 관찰하는 것은 하나의 지표로 삼을 수 있을 것으로 기대됩니다.