

# Application News

GC Nexis™ GC-2030/SCD-2030/HS-20 NX

## 헤드스페이스의 Trap 모드를 이용한 맥주 내 황 화합물의 고감도 분석

No. 01-00642-ENK

Highly Sensitive Analysis of Sulfur Compounds in Beer Using the Trap Mode of a Headspace Sampler

### 사용자 활용 포인트

- ◆ HS-20 NX의 Trap 모드를 사용하여 간편하고 농축된 가스의 고감도 분석
- ◆ Loop 모드에서 분석이 어려웠던 미량의 황 화합물을 Trap 모드와 SCD-2030을 활용하여 검출 가능
- ◆ N<sub>2</sub> 가스가 호환되어 He 가스를 사용하지 않고 분석 가능

### ■ 서론

맥주 효모의 발효 과정에서 발생하는 휘발성 황 화합물은 맥주의 맛과 품질에 크게 기여하지만, 이들 화합물은 극소량 존재하기 때문에 검출하기 위해서 사전 농축 기술이나 고감도 검출기의 사용이 필요하다.

이전 발행된 뉴스레터 "Nexis™ SCD-2030을 이용한 맥주의 휘발성 황 화합물 분석<sup>1)</sup>"에서는 맥주 내 휘발성 황 화합물 분석을 위해 황화학발광검출기 (SCD, Sulfur Chemiluminescence Detector)와 헤드스페이스의 Loop 모드를 결합한 방법을 소개하였다. 본 뉴스레터에서는 더 높은 감도를 확인하기 위해 헤드스페이스의 Trap 모드를 사용하여 분석한 결과를 소개하고자 한다.



그림 1. HS-20 NX + Nexis™ GC-2030 + SCD-2030

### ■ 샘플 및 분석 조건

효모 (Yeast A와 Yeast B)의 차이가 있는 2 개의 양조 맥주를 샘플로 사용하였다. NaCl 3 g과 시료 3 g을 동일한 바이알에 넣어준 후 밀봉하였다. 분석은 HS-20 NX의 Trap 모드를 이용하여 5 회 다중 주입을 통해 헤드스페이스 가스를 농축하고 GC에 주입하였다. 자세한 분석 조건은 표 1 과 같다.

### ■ 헤드스페이스 가스의 Trap 농축

HS-20 NX는 Loop 모드 또는 Trap 모드로 작동할 수 있으며, 두 모드는 각 다른 방법으로 헤드스페이스 가스를 샘플링한다. Loop 모드에서는 헤드스페이스 가스를 포집용 튜브에 포집한 후 GC에 주입한다. 반면, Trap 모드에서는 헤드스페이스 가스를 흡착관 튜브에 포집한 후 열탈착 및 GC에 주입한다. Trap 모드는 동일한 바이알에서 여러 번 휘발 가스를 포집하여 흡착관 튜브에 가스를 농축함으로써 고감도를 나타낸다. Trap 모드에 의한 분석 모식도는 그림 2 와 같다. HS-20 NX를 사용하면 소프트웨어에서 Loop 모드와 Trap 모드를 쉽게 전환할 수 있어 샘플과 농도에 따라 유연하게 사용할 수 있다.

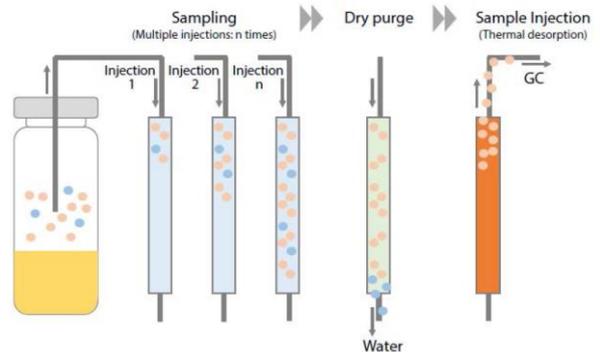


그림 2. Trap 모드에서 헤드스페이스 샘플링

표 1. 시스템 구성 및 분석 조건

System		HS-20 NX Nexis GC-2030/SCD-2030	
<b>HS</b>			
Mode :	Trap (Tenax TA)		
Oven Temp. :	80 °C		
Sample Line Temp. :	100 °C		
Transfer Line Temp. :	100 °C		
Trap Cooling Temp. :	10 °C		
Trap Heating Temp. :	250 °C		
Trap Waiting Temp. :	25 °C		
Multi Injection :	5		
Vial Pressure :	80 kPa		
Dry Purge Pressure :	20 kPa		
Vial heating Time :	35 min		
Vial Pressurization Time :	1 min		
Pressure Equilibrating Time :	0.1 min		
Loading Time :	0.5 min		
Load Equilibrating Time :	0.1 min		
Dry Purge Time :	10 min		
Injection Time :	10 min		
Needle Flush Time :	45 min		
<b>GC</b>			
Injection Mode :	Split		
Split Ratio :	5		
Carrier Gas :	N <sub>2</sub>		
Carrier Gas Control :	Const. Linear Velocity (45 cm/sec)		
Column :	DB-1 (60 m × 0.32 mm I.D., 5 μm)		
Oven Program :	60 °C (3 min) → 15 °C/min → 240 °C (20 min)		
<b>SCD</b>			
Interface Temp. :	200 °C		
Electric Furnace Temp. :	850 °C		
Detector Gas :	H <sub>2</sub> 100 mL		
	N <sub>2</sub> 10 mL		
	O <sub>2</sub> 12 mL		
	O <sub>3</sub> 25 mL		

■ 분석 결과

그림 3은 Trap 모드와 Loop 모드에서 맥주를 분석하여 얻은 크로마토그램이다. 9분에서 19분 사이의 확대된 크로마토그램을 보면 Loop 모드에서 거의 검출되지 않았던 여러 성분이 Trap 모드에서 쉽게 검출되는 등 Loop 모드에 비해 Trap 모드에서 감도가 크게 향상되었음을 알 수 있다.

주요 피크 (그림 3의 A - J)의 S/N 비율은 표 2와 같다. S/N 결과는 Trap 모드가 Loop 모드에 비해 6 ~ 20배 정도 감도가 향상되는 것으로 나타났다. 또한, 두 맥주에 존재하는 S-메틸티오아세테이트 (S-Methylthioacetate)의 양에 상당한 차이를 보였다 (그림 4). S-메틸티오아세테이트는 발효 중 효모에 의해 생성되며 맥주의 향에 기여하는 것으로 알려져 있다.<sup>2)</sup> 이러한 분석 결과는 S-메틸티오아세테이트가 두 맥주의 아로마 차이에 중요한 역할을 할 가능성이 있음을 보여준다.

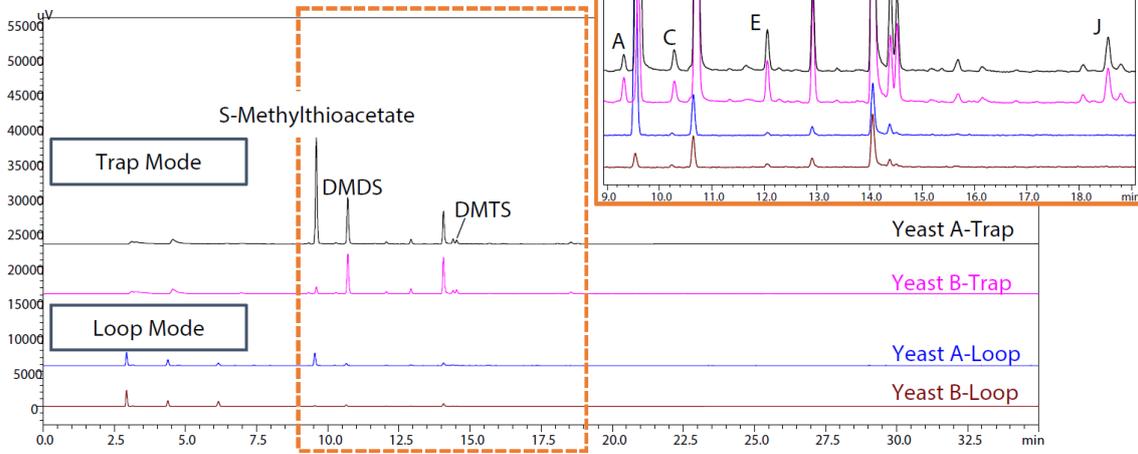


그림 3. 각 맥주의 Trap 과 Loop 모드의 크로마토그램

표 2. 주요 피크 (A-J)의 S/N 비율

Peak	Yeast A		Yeast B	
	Trap	Loop	Trap	Loop
A	13.6	N.D.	18.1	N.D.
B	1896.7	287.0	104.2	14.1
C	17.6	N.D.	15.5	N.D.
D	828.5	45.0	627.2	30.9
E	34.4	N.D.	30.7	N.D.
F	79.9	9.4	78.2	8.9
G	586.8	57.5	573.7	51.9
H	76.6	10.8	42.9	6.2
I	57.3	N.D.	52.0	N.D.
J	28.3	N.D.	24.8	N.D.

■ 결론

본 뉴스레터는 맥주 내 휘발성 황 화합물 분석의 감도를 향상시키기 위해 헤드스페이스 HS-20 NX의 Trap 모드와 SCD-2030 검출기를 이용하여 분석하였다. Trap 모드로 분석하여 Loop 모드 대비 6 ~ 20배의 감도가 향상됨을 확인하였으며, Loop 모드에서 검출되지 않은 여러 화합물의 검출을 가능하게 하였다.

Trap 모드에서 양조 효모 (효모 A 및 B)를 제외한 동일한 조건에서 양조된 두 개의 맥주 시료를 분석한 결과, 효모 A를 양조한 맥주에서 훨씬 더 많은 양의 S-메틸티오아세테이트가 나타났으며, S-메틸티오아세테이트가 두 맥주의 아로마 차이를 나타내는 잠재적 화합물로 확인되었다.

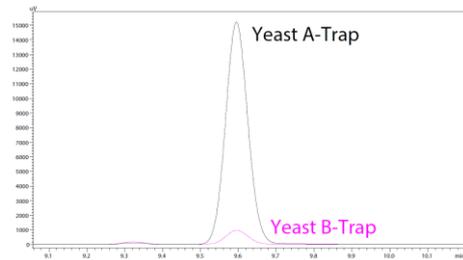


그림 4. 확대한 S-메틸티오아세테이트의 크로마토그램

■ 참고문헌

- 1) Shimadzu Application News No.G304A "Analysis of Volatile Sulfur Compounds in Beer Using Nexis™ SCD-2030"
- 2) Identification and Determination of S-Methyl Thioacetate in Beer, Nippon Nogeikagaku Kaishi, Vol.54, No. 9, 1980

