커피 중 초산에틸 시험법

- □ 헤드스페이스/기체크로마토그래프-질량분석기를 이용한 정성 및 정량
- 1. 시험법 적용범위

커피에 적용한다.

2. 분석원리

시료 중 초산에틸을 벤질알콜로 추출한 후 헤드스페이스를 이용하여 일정 온도에서 가열 하고 평형상태에 있는 기체상의 일정량을 기체크로마토그래프로 분리하여 질량분석기로 검출하는 방법이다.

3. 장치

가. 헤드스페이스/기체크로마토그래프/질량분석기(HS/GC/MS)

4. 시약 및 시액

- 가. 용매 : 기체크로마토그래프용 또는 이와 동등한 것
- 나. 물 : 3차 증류수 또는 이와 동등한 것
- 다. 표준용액: 초산에틸 표준품을 벤질알콜에 녹여 1,000 mg/L가 되도록 표준원액을 조제한다. 이 용액을 벤질알콜로 0.2~20 mg/L가 되도록 희석하여 표준용액으로 사용한다.
- 라. 내부표준용액 : 시클로헥산 표준품을 벤질알콜에 녹여 1,000 mg/L로 한다.
- 마. 기타시약 : 특급 또는 이와 동등한 것

5. 시험용액의 조제

시료를 분쇄하여 균질화한 후 0.5~g을 정밀히 달아 20~mL 헤드스페이스 바이알에 넣고 내부표준용액 15μ l을 첨가한 후, 벤질알콜로 최종 부피를 3~mL가 되도록 조제한다.

6. 시험조작

- 가. 헤드스페이스 반응조건
- 1) 가열온도: 80℃
- 2) 가열시간: 10분
- 나. 기체크로마토그래프 측정조건
- 1) 칼럼 : DB-624 칼럼(30 m × 0.25 mm, 1.4 μm) 또는 이와 동등한 것

2) 주입부 온도: 230℃

3) 오븐 온도: 35℃에서 시험용액을 주입한 후 4분간 유지하고, 65℃까지 3℃/분 비율로 온도를 상승시킨 후, 240℃까지 35℃/분 비율로 온도를 상승시켜 6분간 유지한다.

4) 이동상가스 및 유량: 헬륨, 1 mL/분

5) 주입모드: Split mode(10:1, Split ratio)

6) 주입량: 500 µl

다. 질량분석기 조건

1) 이온화방법 : EI mode(70 eV)

2) Ion source temperature: 230° C

3) 분석방법: SIM(Selected Ion Monitoring) 모드

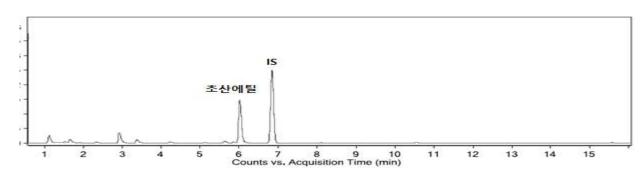
4) 정량 및 정성 이온

물질명 (Compound)	머무름 시간 (분)	분자량(MW)	이온(m/z)
초산에틸	6.0	88.11	<u>43</u> , 61
시클로헥산	6.9	84.16	<u>56</u> , 84

※ 밑줄 표시 되어 있는 것은 정량이온이며 그 외 이온들은 정성이온임

7. 정량시험

가. 상기와 같은 조건으로 얻어진 크로마토그램상의 피크가 표준용액 피크의 머무름 시간과 일치할 때, 피크의 면적 또는 높이를 측정하여 작성한 검량선으로부터 초산에틸의 함량을 정량한다.



초산에틸(10mg/L) 및 시클로헥산 표준용액의 크로마토그램

나. 정량한계: 0.2 mg/kg