



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2019-0081592
(43) 공개일자 2019년07월09일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
G01N 30/74 (2006.01) G01N 30/02 (2006.01)
G01N 30/88 (2006.01)

(52) CPC특허분류
G01N 30/74 (2013.01)
G01N 2030/025 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2017-0184241

(22) 출원일자 2017년12월29일

심사청구일자 2017년12월29일

(71) 출원인
한남대학교 산학협력단
대전광역시 유성구 유성대로 1646 (전민동)

(72) 발명자
김운중
대전광역시 서구 청사로 65 황실타운아파트
101-1002

배지현
대전광역시 동구 동산초교로55번길 20 신동아파밀
리에아파트 112-806

김다은
경기도 김포시 김포한강3로 290-13 고창마을 한양
수자인리버펠리스 612-1303

(74) 대리인
박노춘

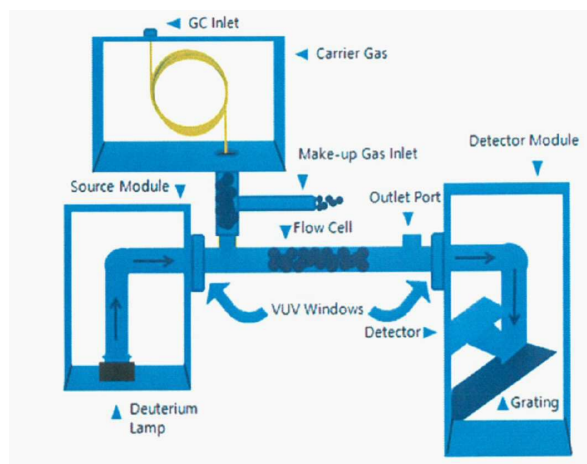
전체 청구항 수 : 총 4 항

(54) 발명의 명칭 향료 조성물의 미량 물질 분석방법

(57) 요약

본 발명은 GC-VUV(Gas Chromatography Vacuum Ultraviolet) 분석을 통한 향료 조성물의 미량 물질 분석 방법에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 GC-VUV 분석을 통하여 향료 조성물을 분석함으로써 GC-MS 로 찾을 수 없는 미량 물질 및 유해 물질을 검출하는 방법에 관한 것이다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

G01N 2030/884 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 A2017-01-DD-0401

부처명 미래창조과학부

연구관리전문기관 연구개발특구진흥재단

연구사업명 기술이전사업화 연구소기업 R&BD 연구개발사업

연구과제명 금속 콤포렉스 표면처리 용액 및 탄소기공막을 이용한 다기능성 공기정화 필터 개선제품화 사업

기여율 1/1

주관기관 한남대학교

연구기간 2017.04.04 ~ 2017.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

향료 조성물을 샘플링하는 단계;
상기 샘플링한 향료 조성물을 GC-VUV에 공급하는 단계;
상기 공급된 향료 조성물에 열을 가하는 단계;
상기 열을 가한 향료 조성물을 컬럼에 주입하는 단계;
상기 컬럼을 통과한 향료 조성물에 자외선을 조사하여 여기 시키는 단계; 및
상기 여기된 향료 조성물을 분석하는 단계를 포함하는 향료 조성물의 미량 물질 분석방법.

청구항 2

제1항에 있어서,
상기 열을 가하는 단계는 50℃에서 320℃까지 10~25℃/min의 승온 속도로 온도를 증가시키는 것을 특징으로 하는 향료 조성물의 미량 물질 분석방법.

청구항 3

제2항에 있어서,
상기 미량 물질은 유해 물질인 것을 특징으로 하는 향료 조성물의 미량 물질 분석방법.

청구항 4

제3항에 있어서,
상기 미량 물질은 2-에틸헥실아세테이트(2-ethylhexylacetate), 1-메틸-4-n-프로필벤젠(1-methyl-4-n-propylbenzene), 1-메틸-4-에틸벤젠(1-Methyl-4-ethylbenzene) 및 부티르산 메틸 에스테르(butyric acid methyl ester) 중 어느 하나 이상인 것을 특징으로 하는 향료 조성물의 미량 물질 분석방법.

발명의 설명

기술분야

[0001] 본 발명은 GC-VUV(Gas Chromatography-Vacuum Ultraviolet) 분석을 통한 향료 조성물의 미량 물질 분석 방법에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 GC-VUV 분석을 통하여 향료 조성물을 분석함으로써 GC-MS 로 찾을 수 없는 미량 물질 및 유해 물질을 검출하는 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0003] 최근 우리가 사용하는 다수의 제품들 중에 유해한 물질이 발견되어 사회 문제가 되고 있는데, 특히 소비자보호원의 조사에 의하면 국내에 수입되고 있는 향수에서 유럽연합(EU)이 안전성 문제로 사용을 금지한 HICC(하이드록시이소헥실-3-사이클로헥센카복스 알데하이드) 성분 및 접촉성 피부염 등 부작용을 일으킬 수 있는 리모넨 성

분이 검출되었다.

- [0005] 이러한 유해 미량 물질인 리모넨은 향료의 구성 물질로서 방향성 화학물질이고, HICC는 SCCNFP(화장품 및 식품 이외 제품 과학위원회)의 1999년 보고서 발표 이후 향료 알레르기를 가장 빈번히 일으키는 물질로 알려져 있다.
- [0007] 따라서 소비자들은 피부에 뿌리는 향수와 사람이 섭취하는 가공 식품에 사용되는 친환경 향료에 미량의 유해물질이 있는지에 관심이 있고, 기업들은 이들 미량의 유해물질을 분석하는 기술 확보에 역량을 집중하고 있다. 이러한 미량의 유해물질의 검출은 다양한 방법을 통해 이루어지는데, 대표적인 방법으로는 GS-MS 를 들 수 있다.
- [0009] 이와 관련하여 한국공개특허 제2006-0132600호는 액체크로마토그래프와 가스크로마토그래피로 환경 호르몬, 향료 등을 포함하는 유기화학 물질을 분석하는 방법을 개시하고 있다.
- [0010] 또한 한국공개특허 제2007-0040374호는 향료 및 방향제 분야에서 유용한 화합물의 동정 또는 평가방법을 개시하고 있다.
- [0012] 그러나 상기 선행문헌에 개시된 GS-MS 분석기술은 미량물질의 피크가 겹치는 경우 감도가 좋지 않고, 이성질체와 같은 경우는 검출하기 어려워 향료의 미량 유해물질 검출을 위해서는 효과적이지 않다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0014] (특허문헌 0001) 한국공개특허 제2006-0132600호
(특허문헌 0002) 한국공개특허 제2007-0040374호

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0015] 본 발명은 GC-VUV 분석을 통해 향료 조성물에 포함된 미량의 유해물질을 분석하는 방법을 제공하는데 목적이 있다.
- [0016] 또한 본 발명은 기존의 분석 방법인 GC-MS 에 비해 GC-VUV 분석을 통해 빠른 속도로 미량 물질을 효과적으로 분석하는 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

- [0018] 상기와 같은 목적을 달성하기 위하여 본 발명은 향료 조성물을 샘플링하는 단계; 상기 샘플링한 향료 조성물을 GC-VUV에 공급하는 단계; 상기 공급된 향료 조성물에 열을 가하는 단계; 상기 열을 가한 향료 조성물을 컬럼에 주입하는 단계; 상기 컬럼을 통과한 향료 조성물에 자외선을 조사하여 여기 시키는 단계; 및 상기 여기된 향료 조성물을 분석하는 단계를 포함하는 향료 조성물의 미량 물질 분석방법을 제공한다.
- [0019] 본 발명의 일 실시예에 있어서, 상기 열을 가하는 단계는 50℃에서 320℃까지 10~25℃/min의 승온 속도로 온도를 증가시키는 것을 특징으로 한다.
- [0020] 본 발명의 일 실시예에 있어서, 상기 미량 물질은 유해 물질인 것을 특징으로 한다.
- [0021] 본 발명의 일 실시예에 있어서, 상기 미량 물질은 2-에틸헥실아세테이트(2-ethylhexylacetate), 1-메틸-4-n-프

로필벤젠(1-methyl-4-n-propylbenzene), 1-메틸-4-에틸벤젠(1-Methyl-4-ethylbenzene) 및 부티르산 메틸 에스테르(butyric acid methyl ester) 중 어느 하나 이상인 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

- [0023] 본 발명은 GC-VUV 분석을 통해 향료 조성물에 포함된 미량의 유해물질을 분석하는 방법을 제공할 수 있다.
- [0024] 또한 본 발명은 GC-VUV 분석을 통해 기존의 분석 방법인 GC-MS 에서 검출되지 않는 미량물질을 빠른 속도로 효과적으로 분석하는 방법을 제공할 수 있다.
- [0025] 아울러 본 발명은 샘플링 조건 및 열처리 조건을 최적화함으로써, 기존 GC-MS보다 빠른 속도로 2-에틸헥실아세테이트(2-ethylhexylacetate), 1-메틸-4-n-프로필벤젠(1-methyl-4-n-propylbenzene), 1-메틸-4-에틸벤젠(1-Methyl-4-ethylbenzene), 부티르산 메틸 에스테르(butyric acid methyl ester) 등의 미량물질을 효과적으로 검출할 수 있어 유해물질이 포함되지 않는 친환경 향료 조성물을 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0027] 도 1은 본 발명의 GC-VUV의 구조를 나타낸다.
 도 2는 본 발명의 천연 차나무 향료의 GC-MS 및 GC-VUV 분석 결과를 나타낸다: (a) GC-MS, (b) GC-VUV.
 도 3은 본 발명의 천연 로즈마리 향료의 GC-MS 및 GC-VUV 분석 결과를 나타낸다: (a) GC-MS, (b) GC-VUV.
 도 4는 본 발명의 합성 딸기 향료의 GC-MS 및 GC-VUV 분석 결과를 나타낸다: (a) GC-MS, (b) GC-VUV.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0028] 이하 실시예를 바탕으로 본 발명을 상세히 설명한다. 본 발명에 사용된 용어, 실시예 등은 본 발명을 보다 구체적으로 설명하고 통상의 기술자의 이해를 돕기 위하여 예시된 것에 불과할 뿐이며, 본 발명의 권리범위 등이 이에 한정되어 해석되어서는 안 된다.
- [0029] 본 발명에 사용되는 기술 용어 및 과학 용어는 다른 정의가 없다면 이 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 통상적으로 이해하고 있는 의미를 나타낸다.
- [0031] 본 발명은 GC-VUV(Gas Chromatography Vacuum Ultraviolet)를 통한 향료 조성물의 미량 물질 분석방법에 관한 것이다.
- [0032] 상기와 같은 목적을 달성하기 위하여 본 발명은 향료 조성물을 샘플링하는 단계; 상기 샘플링한 향료 조성물을 GC-VUV에 공급하는 단계; 상기 공급된 향료 조성물에 열을 가하는 단계; 상기 열을 가한 향료 조성물을 컬럼에 주입하는 단계; 상기 컬럼을 통과한 향료 조성물에 자외선을 조사하여 여기 시키는 단계; 및 상기 여기된 향료 조성물을 분석하는 단계를 포함한다.
- [0034] GC-VUV는 도 1과 같은 구조를 통해 향료 조성물을 분석한다.
- [0035] 시료를 샘플링하여 GC-VUV에 주입하고 열을 가하여 시료를 기화시킨 다음, 이를 GC 컬럼에 주입한다. 컬럼을 통과한 시료는 VUV 검출기의 transfer line을 통해서 Flow cell을 지나가게 된다.
- [0036] 이때 Flow cell을 통과하는 시료는 램프에서 나오는 VUV 파장을 흡수하여 여기 되고, 이러한 과정을 통해 검출기에서 흡수 파장을 검출하게 된다.
- [0037] 검출기에서 싱크로트론과 동등한 흡수 스펙트럼을 얻게 되며, 소프트웨어를 통해 직관적으로 확인할 수 있다. 이후 소프트웨어 상의 library를 통해 정성 분석하며, 각 성분의 흡수단면적(Absorption cross section)을 이용하여 정량 분석할 수 있다.
- [0038] VUV(Vacuum Ultraviolet, 진공 자외선)는 전자기 복사(Electromagnetic radiation)의 일종으로 자외선 영역

(10~400nm) 중 240nm 이하의 단파장을 말하며, 가스 상 화합물이 VUV 파장인 115~185nm 영역의 파장을 강하게 흡수하기 때문에 화합물의 분석에 사용될 수 있다.

- [0039] GC-VUV는 GC-MS에서 구분하기 어려운 이성질체를 구별할 수 있으며, 피크가 겹치더라도 파장을 구별할 수 있다는 장점이 있다.
- [0040] GC-VUV에서는 전통적인 UV/VIS 흡수 분광학에서 확인할 수 없는 $\sigma \rightarrow \sigma^*$ (매우 높은 에너지를 요구하며, 100~180nm의 진공 UV 영역으로 원자외선 영역) 영역의 반응 및 $\pi \rightarrow \pi^*$ (UV/VIS 영역에서 항상 발견 되지 않으며, 125~240nm의 영역) 영역의 반응을 확인할 수 있어 이성질체와 미량물질을 구분할 수 있다.
- [0041]
- [0042] 본 출원인은 향료 조성물에 포함된 다양한 미량물질을 분석하기 위하여 샘플링 조건 및 열처리 조건을 다양하게 변경시켜 실험을 수행하였으며, 열처리 조건에 따라 향료 조성물의 분석 피크가 변화함을 확인하였고, 본 실험에서 사용된 향료 조성물의 경우, 특정 열처리 조건에서 기존 GC-MS 분석에서는 검출되지 않는 2-에틸헥실아세테이트(2-ethylhexylacetate), 1-메틸-4-n-프로필벤젠(1-methyl-4-n-propylbenzene), 1-메틸-4-에틸벤젠(1-Methyl-4-ethylbenzene), 부티르산 메틸 에스테르(butyric acid methyl ester) 등의 유해한 미량물질을 빠른 속도(30분 이내, 바람직하게는 15분 이내)로 효과적으로 검출할 수 있음을 확인하였다.
- [0044] 상기 열을 가하는 단계는 공급된 향료 조성물에 열을 가하는데, 이때 공급되는 향료 조성물은 50℃에서 320℃까지 10~25℃/min의 승온 속도로 열을 가함으로써 열처리된다.
- [0045] 특히, 상기 향료 조성물에 열을 가하는 단계는 50℃에서 1~10분 유지한 후, 50℃에서 250℃까지 10~25℃/min의 승온 속도로 열을 가한 다음, 250℃에서 1~10분 유지한 후, 250℃에서 320℃까지 10~25℃/min의 승온 속도로 열을 가한 다음, 320℃에서 1~10분 유지하는 것이 바람직하다.
- [0046] 또한 상기 향료 조성물에 열을 가하는 단계는 50℃에서 1~10분 유지한 후, 50℃에서 150℃까지 10~25℃/min의 승온 속도로 열을 가한 다음, 150℃에서 1~10분 유지한 후, 150℃에서 250℃까지 10~25℃/min의 승온 속도로 열을 가한 다음, 250℃에서 1~10분 유지한 후, 250℃에서 320℃까지 10~25℃/min의 승온 속도로 열을 가한 다음, 320℃에서 1~10분 유지하는 것이 바람직하다.
- [0047] 상기와 같은 열처리 조건을 수행함으로써 자외선 조사에 의해 여기 되는 반응을 효과적으로 검출할 수 있어, 향료 조성물에 포함된 미량의 유해물질을 정확하게 분석할 수 있다.
- [0049] 천연 차나무 향료를 분석한 경우, GC-MS로는 유해물질로 벤젠을 검출하였으나, GC-VUV로는 훨씬 미량의 유해물질인 1-methyl-4-n-propylbenzene을 검출하였으며, 이외에 methyl cis-9,10-methylenehexadecanoate 등을 검출하여 미량물질을 보다 정확하게 검출할 수 있다.
- [0051] 천연 로즈마리 향료를 분석한 경우, GC-MS로는 검출되지 않은 유해물질인 1-methyl-4-ethylbenzene을 검출하였으며, 이외에 methyl cis-9,10-methylenehexadecanoate 등을 검출하여 미량물질을 보다 정확하게 검출할 수 있다.
- [0053] 합성 딸기향료를 분석한 경우, GC-MS로는 검출되지 않은 유해물질 성분인 butyric acid methyl ester 및 2-ethylhexyl acetate를 검출하였으며, 합성 딸기향료에도 인체에 유해한 미량물질이 있음을 확인할 수 있다.
- [0054] 이러한 미량의 유해성분을 검출할 수 있는 GC-VUV의 장점은 검출 속도인데, 본 발명에서는 향료 조성물의 열처리 시 승온 속도를 조절하여 분석 시간을 조절할 수 있다.
- [0055] 본 발명의 향료 조성물을 50℃에서 320℃까지 10℃/min, 15℃/min, 20℃/min의 속도로 승온하는 경우 미량의 유해물질이 모두 검출되었으며, 승온 속도가 증가하는 경우, 샘플링 타임이 줄어들게 되므로 현장에서 빠르게 미량 유해 물질을 검출하여 친환경 향료 개발에 사용할 수 있다.

- [0057] 이하 실시예를 통해 본 발명을 상세히 설명한다. 하기 실시예는 본 발명의 실시를 위하여 예시된 것일 뿐, 본 발명의 내용이 하기 실시예에 의하여 한정되는 것은 아니다.
- [0059] (GC-MS) (Instrument: Agilent 7890B-GC/5977a-MS)
- [0060] Injection: 1 μ l
- [0061] Inlet heater: 280 $^{\circ}$ C
- [0062] Split ratio: 10 to 1
- [0063] Column: HP-5ms (30m*250 μ m, film: 0.25 μ m) agilent
- [0064] Flow rate: Helium, 1ml/min
- [0065] Oven: 40 $^{\circ}$ C(5min) 유지, 5 $^{\circ}$ C/min로 120 $^{\circ}$ C까지 승온, 20 $^{\circ}$ C/min로 300 $^{\circ}$ C까지 승온
- [0066] Aux heater: 280 $^{\circ}$ C
- [0067] Solvent delay: 2.0min
- [0068] Scan: 10-600m/z
- [0070] (GC-VUV) (Instrument: VUV-ANALYTICS VGA-100)
- [0071] Inlet: 320 $^{\circ}$ C, split: 20 to 1
- [0072] Injection volume: 1 μ l
- [0073] Column: RXI-1MS 30M 0.25MMID 0.5UM
- [0074] Oven: 50 $^{\circ}$ C에서 2분 유지, 10 $^{\circ}$ C/min의 속도로 250 $^{\circ}$ C까지 승온, 250 $^{\circ}$ C에서 5분 유지, 10 $^{\circ}$ C/min의 속도로 320 $^{\circ}$ C까지 승온, 320 $^{\circ}$ C에서 5분 유지
- [0075] Makeup gas: N₂
- [0076] Column flow: 2ml/min
- [0077] Split ratio: 30 to 1
- [0079] (실시예 1)
- [0080] 천연 차나무 향료로 Tea tree E.O(New diractions, Australia)를 사용하였다.
- [0081] 천연 차나무 향료 1 μ l를 가한 후 GC-MS와 GC-VUV를 통하여 분석한 결과는 도 2와 같다.
- [0082] GC-VUV에서, 공급된 향료 조성물에 열을 가하고 자외선을 조사하여 여기 시킨 후 상기 여기된 향료 조성물을 분석하였다.
- [0083] 이때 열처리하는 향료 조성물을 50 $^{\circ}$ C에서 2분 유지한 후, 50 $^{\circ}$ C에서 250 $^{\circ}$ C까지 10 $^{\circ}$ C/min의 속도로 열을 가한 다음, 250 $^{\circ}$ C에서 5분 유지한 후, 250 $^{\circ}$ C에서 320 $^{\circ}$ C까지 10 $^{\circ}$ C/min의 속도로 열을 가한 다음, 320 $^{\circ}$ C에서 5분 유지하였다.
- [0085] 도 2에서 알 수 있듯이, GC-VUV를 사용한 경우, 30분 이내에 분석이 완료되고, 유해물질은 15분 이내에 분석이 완료됨을 알 수 있다.
- [0086] 표 1은 GC-MS와 GC-VUV를 사용하여 분석된 미량물질을 나타내고 있다.

표 1

[0089]

GC-MS	GC-VUV
Hexane	Alpha-Pinene
1R-Alpha-Pinene	1-methyl-4-n-propylbenzene
Alpha Terpinene	Gamma-Terpinene
	Methyl cis-9,10-methylene hexadecanoate
Benzene	Palmitic acid methyl ester
Gamma-Terpinene	

[0092]

천연 차나무 향료를 분석한 결과, GC-MS로는 유해물질로 벤젠을 검출하였으나, GC-VUV로는 훨씬 미량의 유해물질인 1-methyl-4-n-propylbenzene을 검출하였으며, 이외에 methyl cis-9,10-methylenehexadecanoate 등을 검출하여 미량물질을 보다 정확하게 검출할 수 있다.

[0094]

(실시예 2)

[0095]

천연 로즈마리 향료로 Rosemary E.O(Florida Chemical, USA)를 사용하였다.

[0096]

천연 로즈마리 향료 1 μ l를 가한 후 GC-MS와 GC-VUV를 통하여 분석한 결과는 도 3과 같다.

[0097]

GC-VUV에서, 공급된 향료 조성물에 열을 가하고 자외선을 조사하여 여기 시킨 후 상기 여기된 향료 조성물을 분석하였다.

[0098]

이때 열처리하는 향료 조성물을 50 $^{\circ}$ C에서 2분 유지한 후, 50 $^{\circ}$ C에서 250 $^{\circ}$ C까지 10 $^{\circ}$ C/min의 속도로 열을 가한 다음, 250 $^{\circ}$ C에서 5분 유지한 후, 250 $^{\circ}$ C에서 320 $^{\circ}$ C까지 10 $^{\circ}$ C/min의 속도로 열을 가한 다음, 320 $^{\circ}$ C에서 5분 유지하였다.

[0100]

도 3에서 알 수 있듯이, GC-VUV를 사용한 경우, 30분 이내에 분석이 완료되고, 유해물질은 15분 이내에 분석이 완료됨을 알 수 있다.

[0101]

표 2는 GC-MS와 GC-VUV를 사용하여 분석된 미량물질을 나타내고 있다.

표 2

[0104]

GC-MS	GC-VUV
Gamma-Terpinene	Alpha-Pinene
Camphene	Beta-Pinene
Bicyclo[3,1,1]heptane	1-methyl-4-ethylbenzene
1,8-Cineole	1,8-Cineole
Camphor	Camphor
Bornyl acetate	Methyl cis-9,10-methylene hexadecanoate
trans-Caryophyllene	Palmitic acid methyl ester

- [0107] 천연 로즈마리 향료를 GC-VUV로 분석한 결과, GC-MS로는 검출되지 않은 유해물질인 1-methyl-4-ethylbenzene을 검출하였으며, 이외에 methyl cis-9,10-methylenehexadecanoate 등을 검출하여 미량물질을 보다 정확하게 검출할 수 있다.
- [0108] (실시예 3)
- [0109] Ethyl butyrate 30%, Iso-amyl acetate 5%, cis-3-hexanol 15%, Linalool 10%, Ethyl Maltol 25%, r-decalacetone 5%, butyric acid 10% 을 혼합하여 합성 딸기향료를 제조하였다.
- [0110] 천연 합성 딸기향료 1 μ l를 가한 후 GC-MS와 GC-VUV를 통하여 분석한 결과는 도 4와 같다.
- [0111] GC-VUV에서, 공급된 향료 조성물에 열을 가하고 자외선을 조사하여 여기 시킨 후 상기 여기된 향료 조성물을 분석하였다.
- [0112] 이때 열처리는 향료 조성물을 50 $^{\circ}$ C에서 2분 유지한 후, 50 $^{\circ}$ C에서 250 $^{\circ}$ C까지 10 $^{\circ}$ C/min의 속도로 열을 가한 다음, 250 $^{\circ}$ C에서 5분 유지한 후, 250 $^{\circ}$ C에서 320 $^{\circ}$ C까지 10 $^{\circ}$ C/min의 속도로 열을 가한 다음, 320 $^{\circ}$ C에서 5분 유지하였다.
- [0114] 도 4에서 알 수 있듯이, GC-VUV를 사용한 경우, 15분 이내에 분석이 완료됨을 알 수 있다.
- [0115] 표 3은 GC-MS와 GC-VUV를 사용하여 분석된 미량물질을 나타내고 있다.

표 3

[0117]

GC-MS	GC-VUV
Hexane	Butyric acid methyl ester
Hexanedioic acid	2-Ethylhexyl acetate
Hexanoic acid	Linalool

- [0119] 합성 딸기향료를 GC-VUV로 분석한 결과, GC-MS로는 검출되지 않은 유해물질 성분인 butyric acid methyl ester 및 2-ethylhexyl acetate를 검출하였으며, 합성 딸기향료에도 인체에 유해한 미량물질이 있음을 확인할 수 있다.

- [0121] (실시예 4)
- [0122] GC-VUV 분석에서, 50 $^{\circ}$ C에서 250 $^{\circ}$ C까지의 승온 속도를 5 $^{\circ}$ C/min, 15 $^{\circ}$ C/min, 20 $^{\circ}$ C/min, 30 $^{\circ}$ C/min로 조절한 것을 제외하고는 실시예 1 내지 3과 동일한 방법으로 GC-VUV를 통하여 향료 조성물을 분석하였다.

- [0124] 1-Methyl-4-n-propylbenzene, 1-Methyl-4-ethylbenzene, Butyric acid methyl ester 및 2-Ethylhexyl acetate의 검출여부를 분석하여 검출되면 ○, 검출되지 않으면 ×로 표시하였다.

표 4

[0126]

승온 속도	천연 차나무 향료	천연 로즈마리 향료	합성 딸기 향료	
	1-Methyl-4-n-propylbenzene	1-Methyl-4-ethylbenzene	Butyric acid methyl ester	2-Ethylhexyl acetate
5 $^{\circ}$ C/min	×	○	×	×
15 $^{\circ}$ C/min	○	○	○	○

20℃/min	○	○	○	○
30℃/min	×	×	×	○

[0128] 50℃에서 250℃까지의 승온 속도를 15℃/min, 20℃/min 로 조절한 경우, 4가지 미량물질이 모두 검출되고, 승온 속도를 5℃/min, 30℃/min로 조절한 경우, 일부 미량물질은 검출되지 않았다.

[0130] (실시예 5)

[0131] GC-VUV 분석에서, 250℃에서 5분 유지하는 단계 없이, 50℃에서 320℃까지 10℃/min의 속도로 열을 가한 것을 제외하고는 실시예 1 내지 3과 동일한 방법으로 GC-VUV를 통하여 향료 조성물을 분석하였다.

[0133] 1-Methyl-4-n-propylbenzene, 1-Methyl-4-ethylbenzene, Butyric acid methyl ester 및 2-Ethylhexyl acetate의 검출여부를 분석하여 검출되면 ○, 검출되지 않으면 ×로 표시하였다.

표 5

천연 차나무 향료	천연 로즈마리 향료	합성 딸기 향료	
1-Methyl-4-n-propylbenzene	1-Methyl-4-ethylbenzene	Butyric acid methyl ester	2-Ethylhexyl acetate
○	×	×	○

[0137] 250℃에서 5분 유지하는 단계 없이, 50℃에서 320℃까지의 승온 속도를 10℃/min 로 조절한 경우, 일부 미량물질은 검출되지 않았다.

[0139] (실시예 6)

[0140] GC-VUV 분석에서, 50℃에서 2분 유지한 후, 50℃에서 150℃까지 10℃/min의 승온 속도로 열을 가한 다음, 150℃에서 5분 유지한 후, 150℃에서 250℃까지 10℃/min의 승온 속도로 열을 가한 다음, 250℃에서 5분 유지한 후, 250℃에서 320℃까지 10℃/min의 승온 속도로 열을 가한 다음, 320℃에서 5분 유지하는 것을 제외하고는 실시예 1 내지 3과 동일한 방법으로 GC-VUV를 통하여 향료 조성물을 분석하였다.

[0142] 1-Methyl-4-n-propylbenzene, 1-Methyl-4-ethylbenzene, Butyric acid methyl ester 및 2-Ethylhexyl acetate의 검출여부를 분석하여 검출되면 ○, 검출되지 않으면 ×로 표시하였다.

표 6

천연 차나무 향료	천연 로즈마리 향료	합성 딸기 향료	
1-Methyl-4-n-propylbenzene	1-Methyl-4-ethylbenzene	Butyric acid methyl ester	2-Ethylhexyl acetate
○	○	○	○

[0146] 승온 속도를 상기 조건으로 조절하는 경우, 4가지 미량물질이 모두 검출되었다.

[0148] (실시예 7)

[0149] GC-VUV 분석에서, 50℃에서 250℃까지의 승온 속도를 30℃/min로 조절한 것을 제외하고는 실시예 1 내지 3과 동일한 방법으로 GC-VUV를 통하여 향료 조성물을 분석하였다.

[0150] 이때 검출기에 스펙트럼 필터를 설치하여 스펙트럼 필터링을 통해 분석을 수행하였다.

[0151] 특정 파장에 해당하는 영역만을 검출하는 스펙트럼 필터를 사용함으로써 특정 화합물에 대한 분석을 구체적으로 수행할 수 있다.

[0152] 예를 들면, 지방족 화합물을 분석하기 위해 124-160nm에 해당하는 스펙트럼 필터를 사용할 수 있고, 방향족 화합물을 분석하기 위해 170-200nm에 해당하는 스펙트럼 필터를 사용할 수 있으며, conjugation된 방향족 화합물을 분석하기 위해 200-240nm에 해당하는 스펙트럼 필터를 사용할 수 있다.

[0153] 본 실시예에서는 벤젠계 화합물의 검출을 위해 177-182nm에 해당하는 스펙트럼 필터를 사용하였고, 지방족 화합물을 분석하기 위해 124-160nm에 해당하는 스펙트럼 필터를 사용하였다.

[0154] 1-Methyl-4-n-propylbenzene, 1-Methyl-4-ethylbenzene, Butyric acid methyl ester 및 2-Ethylhexyl acetate의 검출여부를 분석하여 검출되면 ○, 검출되지 않으면 ×로 표시하였다.

표 7

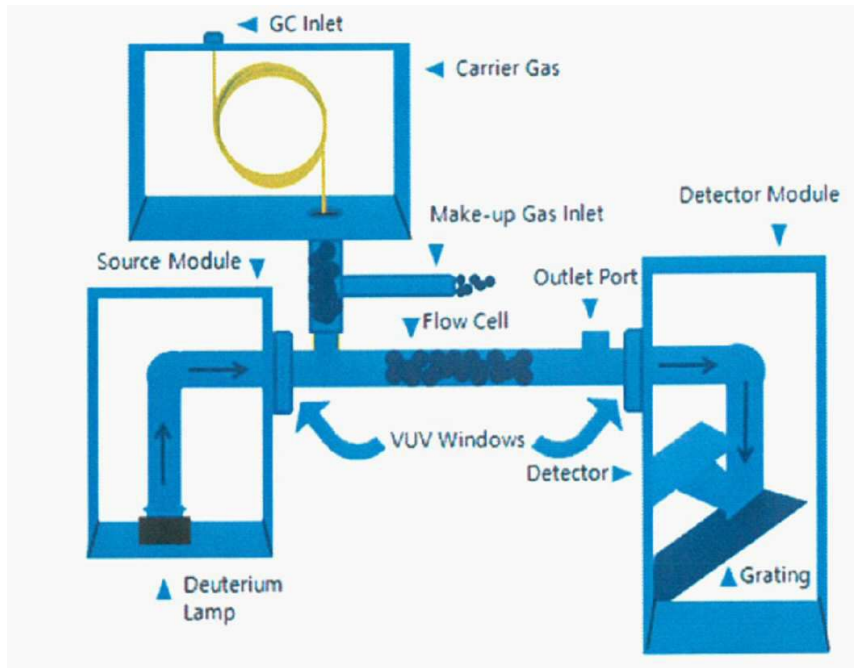
[0156]

천연 차나무 향료	천연 로즈마리 향료	합성 딸기 향료	
1-Methyl-4-n-propylbenzene	1-Methyl-4-ethylbenzene	Butyric acid methyl ester	2-Ethylhexyl acetate
○	○	○	○

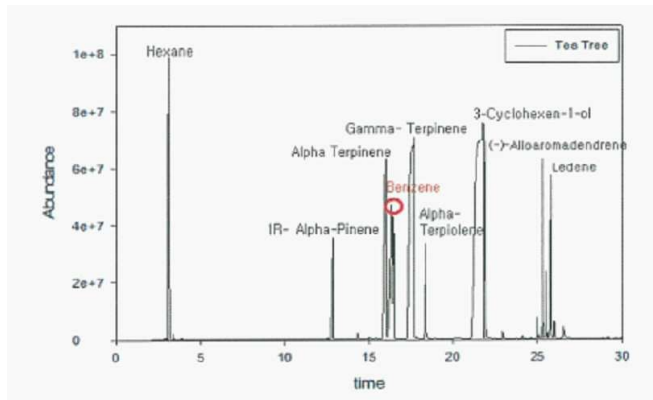
[0158] 실시예 4에서, 승온 속도를 30℃/min로 조절한 경우, 1-Methyl-4-n-propylbenzene, 1-Methyl-4-ethylbenzene, Butyric acid methyl ester 가 검출되지 않았으나, 스펙트럼 필터를 사용함으로써 4가지 화합물 모두 검출되었다.

도면

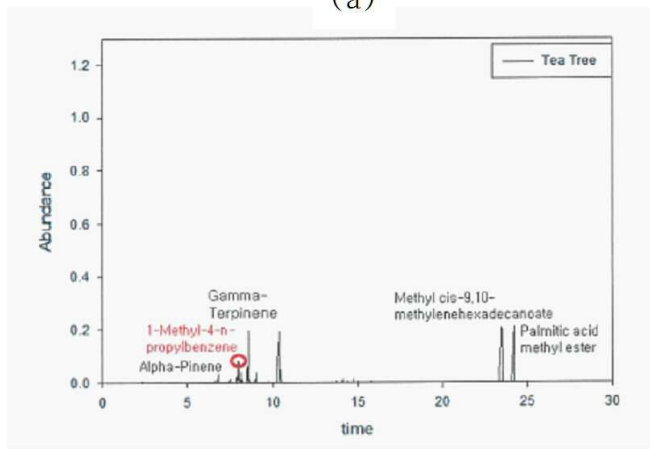
도면1



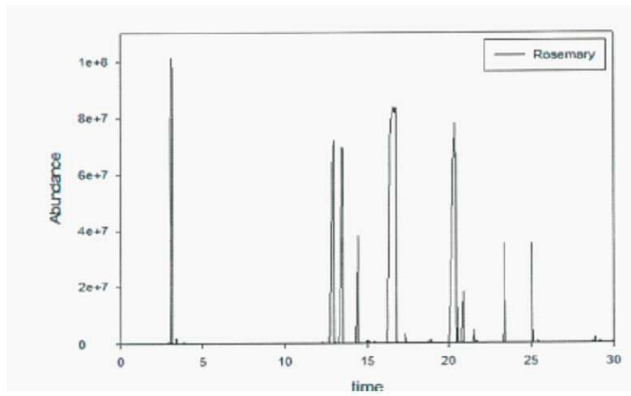
도면2



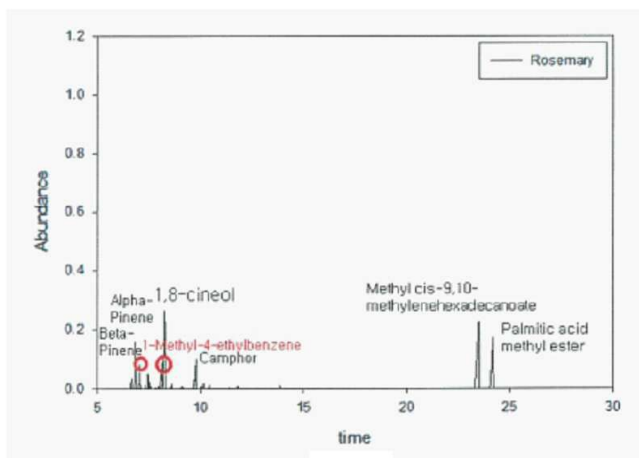
(a)



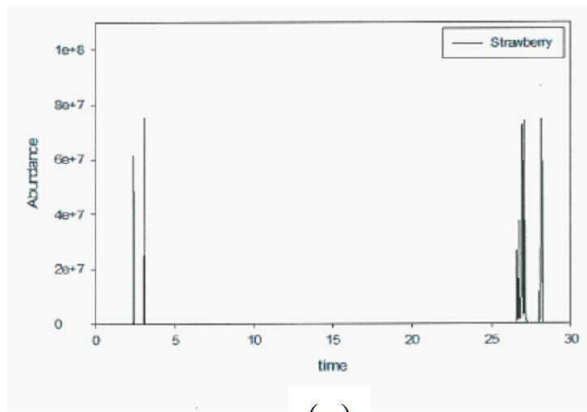
도면3



(a)



도면4



(a)

