

냉압착 핑크 그레이프프루트 에센셜 오일 분석 과정에서 교차오염 감소 및 재현성 향상

Agilent J&W DB-HeavyWAX GC 컬럼 사용

저자

Vanessa Abercrombie

개요

핑크 그레이프프루트와 같은 시트러스 계열 과일의 냉압착 오일 분석은 고분자 방향족 화합물이 포함된 관계로 교차오염을 유발하고 분석 시간이 길어질 수 있으므로 분석에서 어려움을 겪을 수 있습니다. Agilent J&W DB-HeavyWAX 컬럼은 280°C의 최고 등은 작동 온도와 290°C의 최고 프로그래밍 온도를 가지므로, 전통적인 WAX 컬럼보다 높은 온도에서 분석을 진행할 수 있습니다. 또한 작동 온도 범위가 넓어졌기에 장시간의 냉압착 핑크 그레이프프루트 오일 분석을 가능하게 해, 분석의 속도와 재현성을 향상시킬 수 있습니다. DB-HeavyWAX는 Agilent J&W DB-WAX GC 컬럼과 매우 유사한 선택성을 보였습니다.

소개

에센셜 오일은 방향족 화합물을 다량 포함하고 있어 세정제부터 향수에 이르기까지 많은 가정용 제품에 사용됩니다. 에센셜 오일을 추출하는 대표적인 2가지 방법은 증류와 냉압착입니다. 수증기 증류법은 유기물에 열을 가하는 반면, 냉압착법은 가열 없이 기계적인 처리만으로 오일을 짜내는 방식입니다¹. 이러한 냉압착 오일 추출의 이점은, 수증기 증류 과정에서 소실될 수 있는 높은 끓는점의 화합물 및 고분자 화합물이 그대로 보존된다는 것입니다. 고분자 화합물은 신선하고 향기로운 냄새를 풍기기 때문에 냉압착법은 핑크 그레이프프루트 에센셜 오일과 같은 시트러스 오일 추출법으로 적합합니다².

냉압착 에센셜 오일 내 화합물을 분석할 경우에는 보통 WAX 컬럼으로 알려진 100% 폴리에틸렌 글리콜 상 컬럼을 사용합니다. 전통적인 WAX 컬럼의 최고 등온 작동 온도는 250°C, 최고 프로그래밍 온도는 260°C로 제한되기 때문에, 열 안정성이 떨어지는 문제점을 안고 있습니다. 이와 같은 최고 작동 온도 한계는 냉압착으로 추출한 시트러스 에센셜 오일 내 고분자 화합물 분석에 어려움을 가져다 주곤 합니다. 냉압착 시트러스 에센셜 오일 내 화합물 분석 시 발생하는 이러한 어려움을 극복하는 방법에는 다음과 같은 것들이 있습니다.

- 최종 오븐 온도를 최고 허용 온도로 장시간 동안 유지
- 컬럼 손상의 위험을 감수하고 정해진 최고 작동 온도(MAOT) 이상의 온도에서 분석 시도
- 더 높은 온도 한계를 보이거나 선택성 면에서 최적이지 아닌 상을 충전한 다른 유형의 컬럼 선택

GC 분석에서 최종 온도 유지 시간을 늘리는

것은 늦게 용출되는 화합물의 용출을 촉진할 수 있으나, 전체 분석 시간을 증가시킵니다. 모든 휘발성 화합물을 용출해내기 위해 지정된 MAOT 이상으로 컬럼 온도를 높이는 것은 상을 손상시킬 위험이 있습니다. 이러한 상 손상은 머무름 시간 변동, 컬럼 블리딩 현상의 증가, 간혹 장시간 작업 시 특정 화합물의 머무름 순서 변화 발생 등의 결과를 가져옵니다³.

Agilent J&W DB-HeavyWAX는 온도 한계가 280/290°C로 확장되었기 때문에, 컬럼 상을 손상시키지 않으면서 냉압착 시트러스 오일 내 높은 끓는점의 화합물을 분석할 수 있게 해줍니다. 이 응용 자료는 DB-HeavyWAX 컬럼의 확장된 온도 한계가 가지는 이점에 대해 살펴봅니다. 확장된 온도 한계는 냉압착 핑크 그레이프프루트 에센셜 오일 분석에서 재현성을 높이고 교차오염을 낮출

수 있습니다. 냉압착 핑크 그레이프프루트 에센셜 오일 분석에서 전통적인 WAX 컬럼과 DB-HeavyWAX 컬럼의 열 안정성을 비교하였습니다. 비교 결과 DB-HeavyWAX 컬럼의 한층 더 우수한 열 안정성이 증명되었습니다.

실험

본 GC/FID 실험에는 split/splitless inlet을 장착한 Agilent 7890 GC/FID, Agilent 7693 샘플러, Agilent MassHunter 제어 소프트웨어가 사용되었습니다.

시료 전처리

Emily's Oils & Essentials (Fair Oaks, CA)에서 구입한 냉압착 핑크 그레이프프루트 에센셜 오일 시료가 주입되었습니다.

기기 조건

GC 조건	
컬럼	Agilent J&W DB-HeavyWAX, 30m × 0.25mm, 0.25µm(p/n 122-7132) Agilent J&W DB-WAX, 30m × 0.25mm, 0.25µm(p/n 122-7032) 시판 WAX 컬럼, 30m × 0.25mm, 0.25µm
운반 가스	Helium, constant flow, 1mL/min
오븐	Program 1: 60°C(2.0min), ramp 5°C/min to 250°C(30min) Program 2: 60°C(2.0min), ramp 5°C/min to 280°C(30min)
주입구	Split mode, 250°C, split ratio 200:1
Inlet liner	Ultra Inert, low pressure drop(p/n 5190-2295)
GC/FID	FID/MSD 장착 Agilent 7890B GC
시료 주입기	Agilent 7693 autosampler
FID 조건	
온도	280°C
수소	30mL/min
공기	400mL/min
Col + make up	25mL/min
유동 경로 소모품	
Septum	Bleed and temperature optimized, BTO, 11mm septa(p/n 5183-4757, 50/pk)
Gold seal	Ultra Inert gold seals(p/n 5190-6145, 10/pk)
바이알	2mL, screw top, amber, write-on spot, certified(p/n 5182-0716, 100/pk)
바이알 삽입튜브 (Insert)	250µL glass inserts, deactivated(p/n 5181-8872, 100/pk)
바이알 캡	9mm blue screw cap, PTFE/red silicone septa(p/n 5185-5820, 500/pk)
Inlet/FID	85:15 Vespel: graphite ferrules(p/n 5062-3508, 10/pk)

결과 및 토의

본 실험에서는 냉압착 핑크 그레이프프루트 에센셜 오일 시료를 DB-HeavyWAX 컬럼에 주입하였습니다. 초기 오븐 온도인 60°C를 2분간 유지한 뒤, 5°C/min의 속도로 온도를 상승시켜 최종 온도에 도달 후

30분간 유지했습니다. 그림 1은 핑크 그레이프프루트 에센셜 오일 분석에서 최종 온도를 280°C, 250°C로 유지시켰을 때의 효과를 나타냅니다. 최종 온도가 높아짐에 따라 후반부에 용출되는 화합물의 피크 모양이 훨씬 우수해졌으며, 더 많은 종류의 화합물 용출도 가능했습니다.

주요 최종 용출 화합물인 Meranzin과 Isomeranzin은 250°C의 최종 온도에서 30분간 유지시켰을 때 용출조차 되지 않았습니다. 이 두 화합물은 후속 주입에서 교차오염 물질로 나타났습니다(그림 2 참조). 컬럼이 280°C의 최종 온도로 작동되지 않은 한, 이러한 교차오염은 지속적으로 나타나 재현성이 떨어지고 부정확한 결과를 초래합니다.

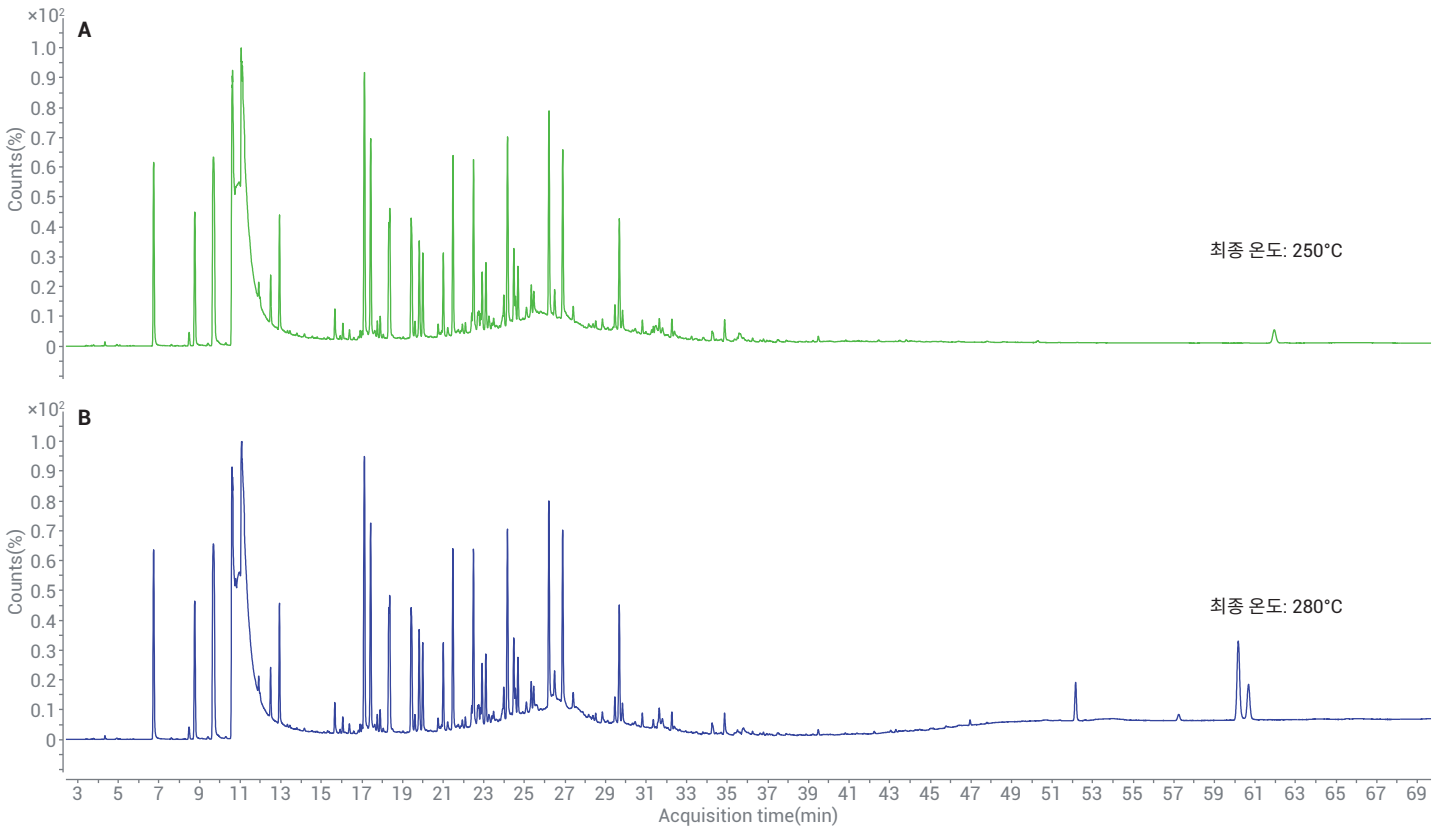


그림 1. 핑크 그레이프프루트 에센셜 오일 시료를 Agilent J&W DB-HeavyWAX 컬럼에 주입해 최종 오븐 온도 250°C와 280°C에서 분석한 결과

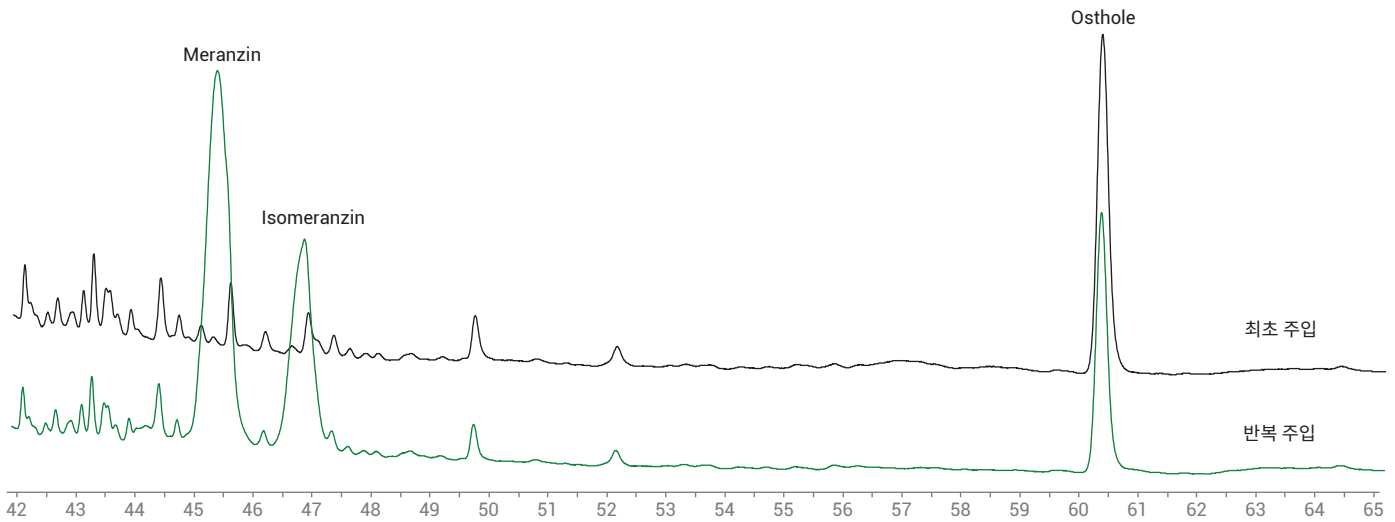


그림 2. 최종 오븐 온도 250°C에서 30분간 유지된 핑크 그레이프프루트 에센셜 오일을 반복 주입했을 때 나타나는 교차오염

그림 3은 냉압착 핑크 그레이프프루트 에센셜 오일 질량분석에서 DB-HeavyWAX 컬럼의 향상된 MAOT 덕분에 확인할 수 있었던 5개 방향족 화합물을 보여줍니다.

그림 4A와 4B는 250/260°C의 최고 작동 온도 한계를 가진 전통 WAX 컬럼을 MAOT를 넘는 온도에서 사용했을 때 보이는 제한성을 나타내고 있습니다. 그림 4A에서 시판 중인 전통 WAX 컬럼에 주입된 냉압착 핑크 그레이프프루트 에센셜 오일 시료는

280°C의 최종 온도로 유지되었습니다. 전통 WAX 컬럼이 MAOT 이상의 온도에 장시간 노출되었을 때 열 안정성과 분리능에 어떤 영향을 미치는지를 알아보기 위해 4개의 분리가 잘 된 피크가 선택되었습니다.

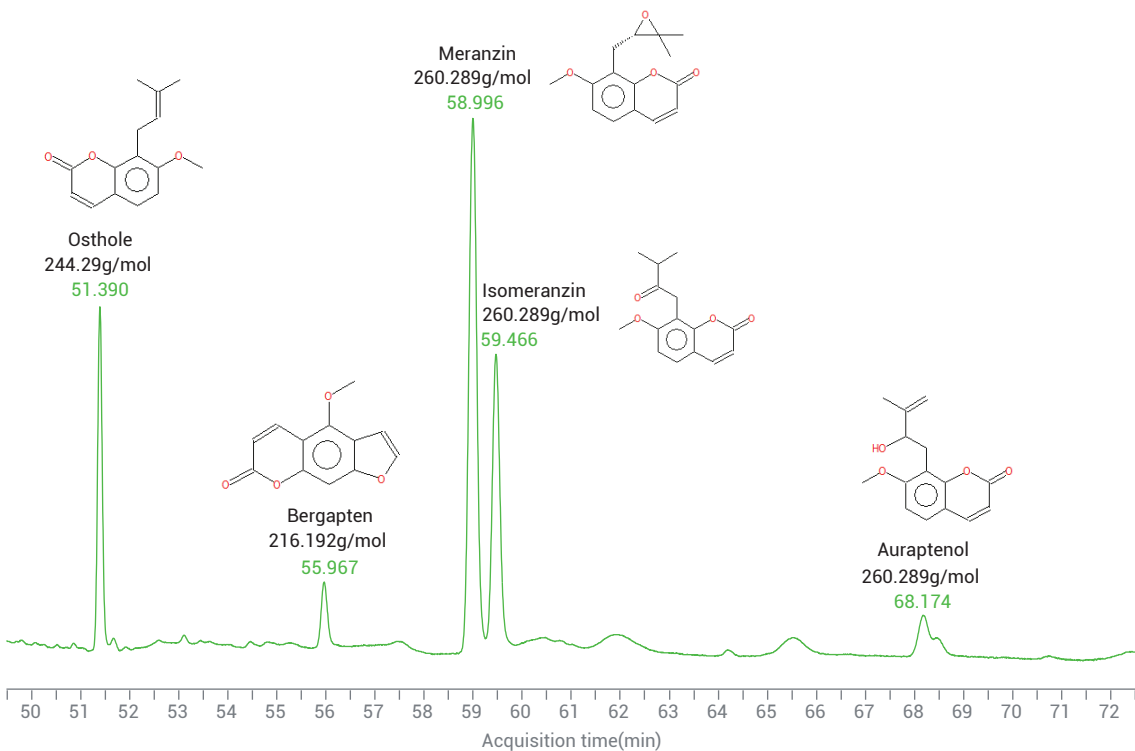


그림 3. 최종 오븐 온도 280°C에서 용출된 냉압착 핑크 그레이프프루트 에센셜 오일 내 고분자 화합물을 질량 분석기로 확인한 결과

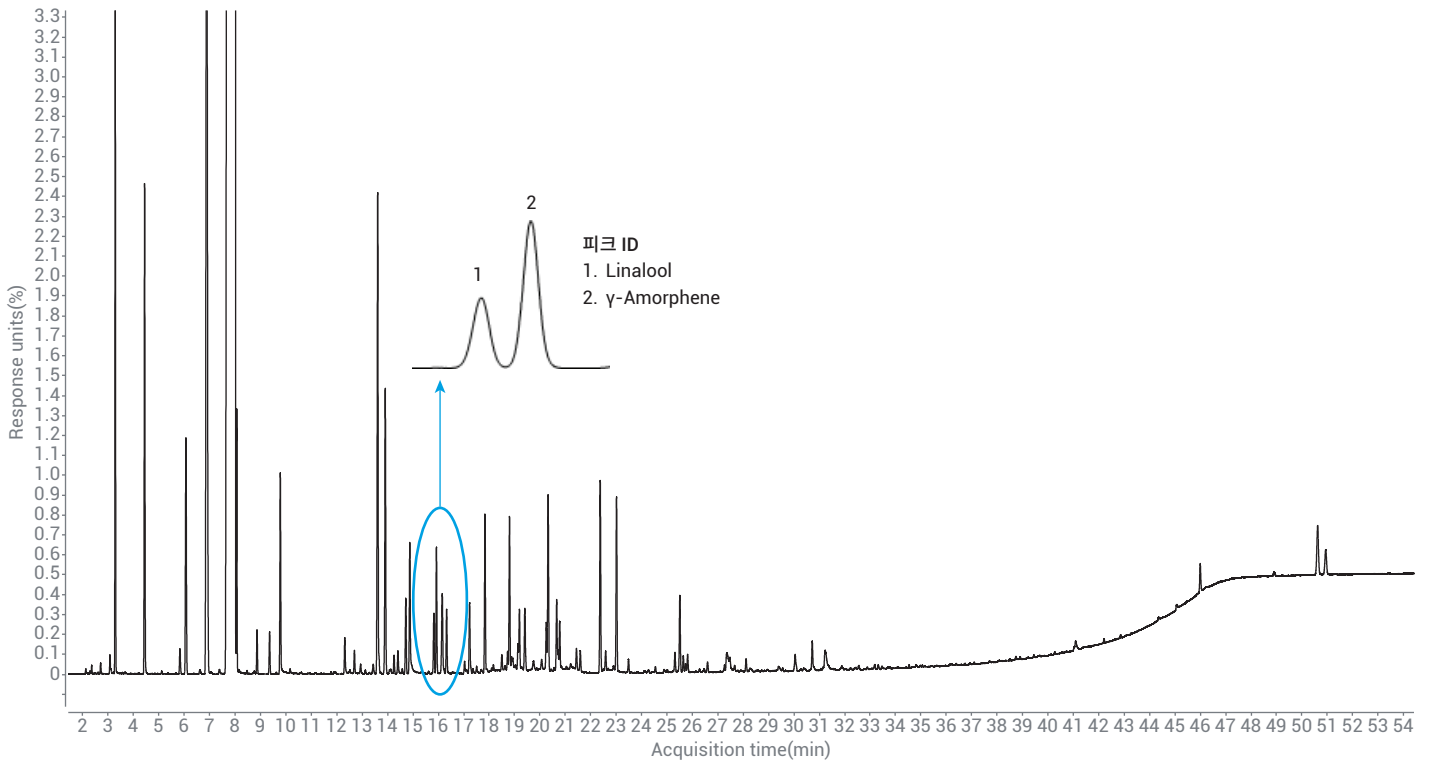


그림 4a. 냉압착 핑크 그레이프프루트 에센셜 오일 시료를 시판 WAX 컬럼에 주입해 최종 오븐 온도 280°C에서 분석한 결과

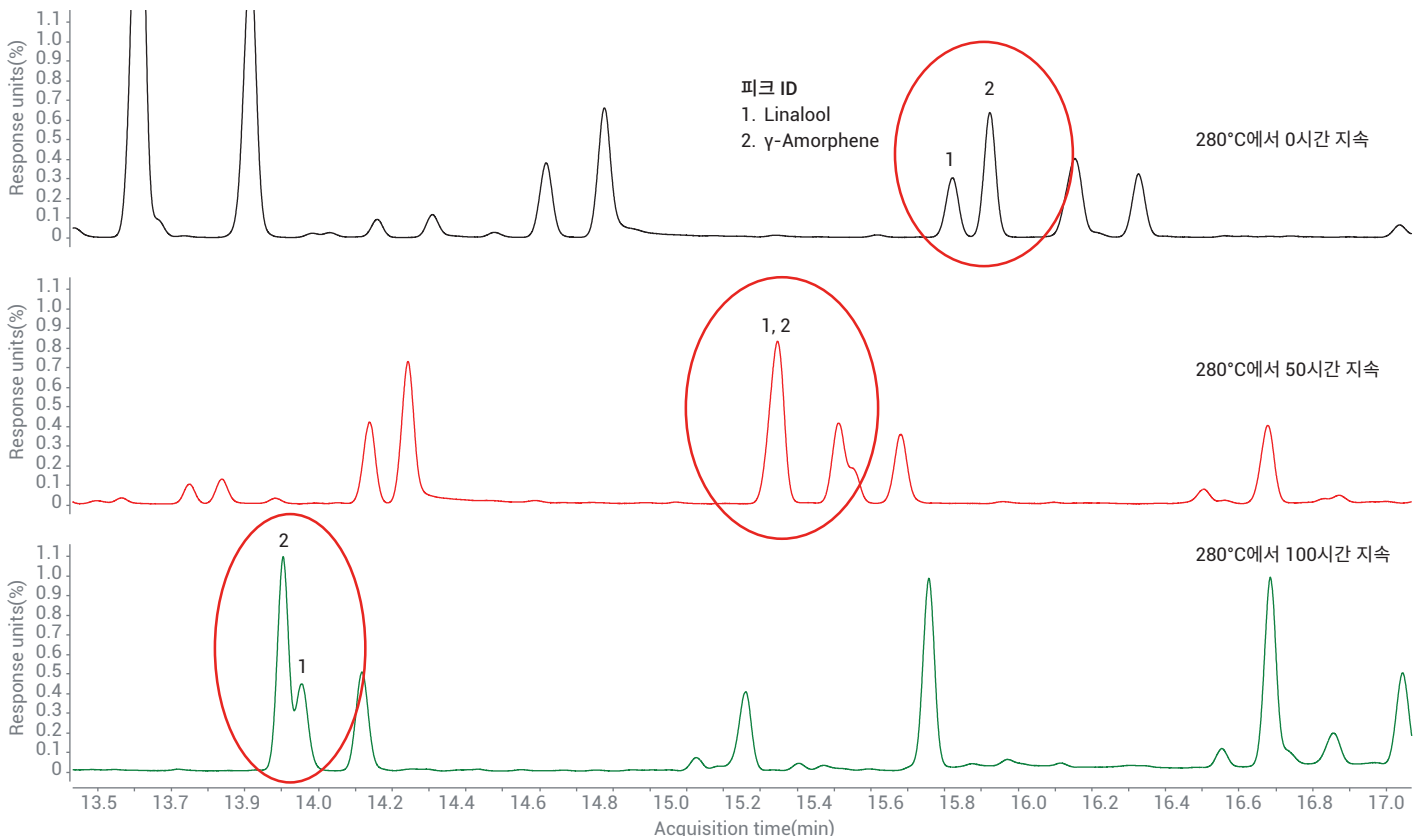


그림 4b. 냉압착 핑크 그레이프프루트 에센셜 오일 시료를 시판 WAX 컬럼에 주입해 280°C에서 100시간 유지해 분석한 결과

그림 4A와 4B는 280°C에서의 작동 시간이 0일 경우 최초 주입된 핑크 그레이프프루트 에센셜 오일 질량 분석에서 γ -amorphene 및 γ -amorphene의 2개 피크가 완전하게 분리되었음을 보여줍니다. 그러나 280°C에서 50시간 작동된 이후에는 피크의 머무름 시간이 더 당겨졌을 뿐만 아니라, linalool과 γ -amorphene이 함께 용출되기도 했습니다. 이 컬럼은 280°C에서 100시간 작동 후에는 더 심각한 머무름 시간 변동, 공용출, linalool과 γ -amorphene 피크 위치 변경 등의 결과를 보였습니다.

그림 4B에 나타난 머무름 시간 변동은 280°C에서 반복된 사용 끝에 시판 WAX 컬럼의 상이 현저하게 손상되었음을 보여줍니다. 이러한 상 손상은 4개 화합물이 온도 프로그램의 각기 다른 시점에 용출되는 결과를 낳았으며, 화합물의 용출 순서도 바뀌었습니다.

그림 5는 DB-HeavyWAX 컬럼을 높은 온도에서 장시간 사용했을 때 나타내는 향상된 열 안정성을 보여줍니다. 280°C에서 100시간 사용 뒤에도 경쟁사의 WAX 컬럼과 달리 DB-HeavyWAX 컬럼의 용출 순서는 변함이 없었습니다. 장시간의 고온 작동에서도 안정적으로 유지된 용출 순서는 DB-HeavyWAX 컬럼의 우수한 열 안정성을 증명합니다.

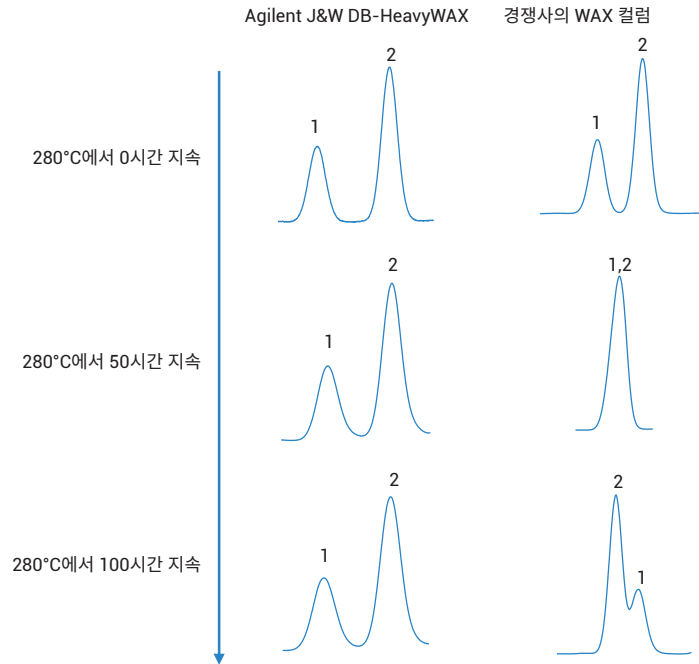


그림 5. Agilent J&W DB-HeavyWAX 컬럼과 시판 중인 전통적인 WAX 컬럼을 280°C에서 100시간 유지했을 때 컬럼 고정상의 열 안정성 비교

그림 6은 DB-WAX 컬럼과 DB-HeavyWAX 컬럼을 이용하여 최종 오븐 온도 250°C에서 동일한 냉압착 핑크 그레이프프루트 에센셜 오일을 분석한 결과를 보여줍니다. 이 온도는 최종 피크가 용출되는 60분 후까지 유지되었습니다. DB-WAX 컬럼과 DB-HeavyWAX 컬럼 모두 냉압착 핑크 그레이프프루트 에센셜 오일 분석에서 유사한 선택성을 나타냈습니다.

결론

Agilent DB-HeavyWAX 컬럼은 향상된 최고 온도 한계를 보입니다. 온도 범위가 확장된 이 컬럼을 이용하면 시료 간 교차오염의 우려 없이 냉압착 시트러스 에센셜 오일에서 높은 끓는점의 화합물을 재현성 있게 분석할 수 있습니다. 전통적인 WAX 컬럼은 상대적으로 낮은 최고 온도 한계를 가지며, 280°C와 같은 고온에서 장시간 사용 시 머무름 시간을 안정적으로 유지할 수 없습니다.

DB-HeavyWAX 컬럼은 온도 한계가 향상되었기 때문에 280°C에서 100시간 이상 사용 후에도 우수한 열 안정성을 보였습니다. DB-HeavyWAX 컬럼은 Agilent DB-WAX와 유사한 선택성을 나타내며, DB-WAX 컬럼을 DB-HeavyWAX 컬럼으로 대체 시 분석법을 손쉽게 이전할 수 있습니다. 온도 한계가 향상된 DB-HeavyWAX 컬럼은 280°C의 최고 등온 작동 온도, 290°C의 최고 프로그래밍 온도를 가집니다.

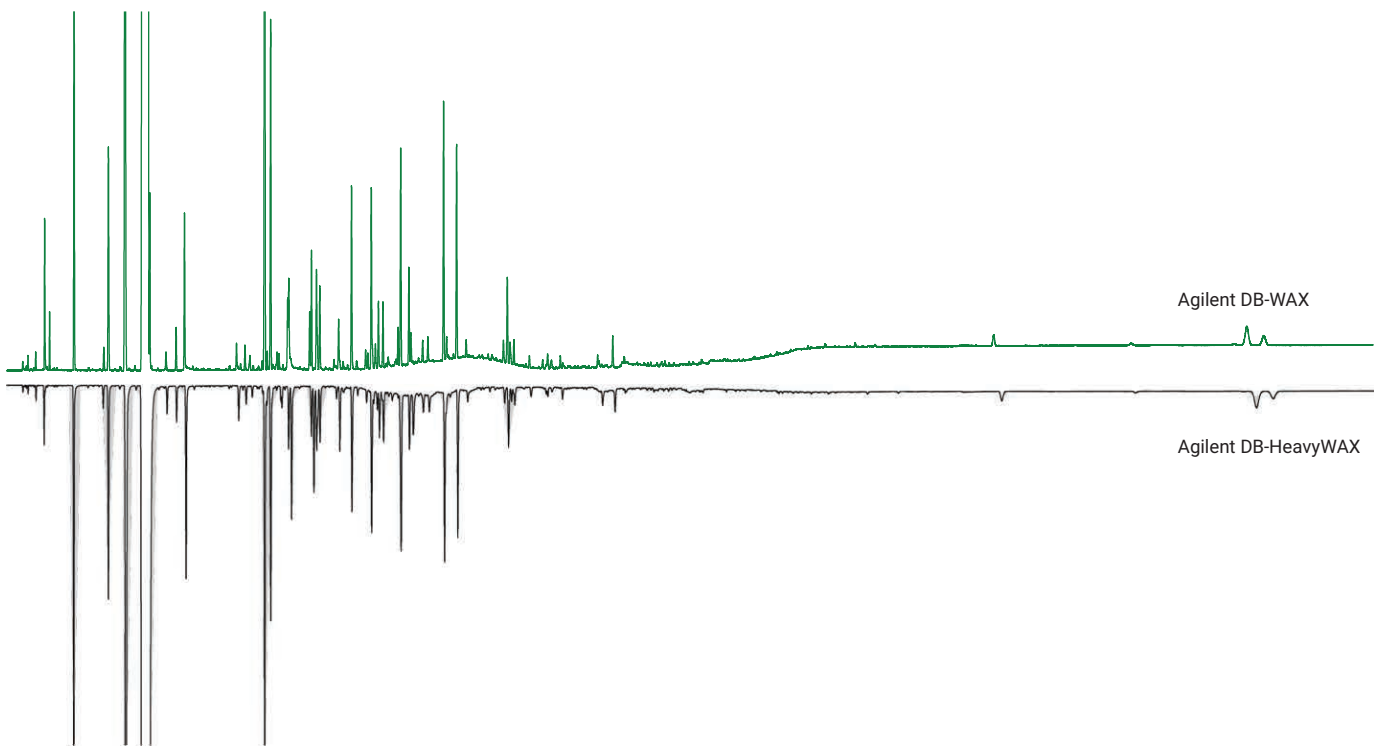


그림 6. 핑크 그레이프프루트 에센셜 오일 분석에서 Agilent J&W DB-HeavyWAX 컬럼과 유사한 선택성을 보인 Agilent J&W DB-WAX 컬럼

참조

1. <https://naha.org/explore-aromatherapy/about-aromatherapy/how-are-essential-oils-extracted>, Accessed 8 January **2018**
2. Lin, J.; Rouseff, R. L. Characterization of aroma-impact compounds in cold-pressed grapefruit oil using time-intensity GC-olfactometry and GC-MS. *Flavor and Fragrance Journal* **2001**, *16*, 457-463
3. Abercrombie, V.; Provoost, L. Increased Thermal Stability and Maximum Temperature of the Agilent J&W DB-HeavyWAX Column. *Agilent Technologies 응용 자료*, 발행물 번호 5991-9035EN, **2018**

www.agilent.com/chem

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2018
2018년 2월 28일, 한국에서 인쇄
5991-9078KO

서울시 용산구 한남대로 98, 일신빌딩 4층 우)04418
한국애질런트테크놀로지스(주) 생명과학/화학분석 사업부
고객지원센터 080-004-5090 www.agilent.co.kr