

화장품 내 57가지 알레르겐에 대한 고선택성 GC/TQ 분석

Agilent 8890 GC 및 Agilent 7000E GC/TQ 시스템 특징

저자

Stéphane Découflet,
Hansel Koelblen 및
Michael Rothaupt
Agilent Technologies, Inc.

개요

잠재적인 알레르겐의 종류가 확대됨에 따라 화장품 제조업체는 자사 제품 내 내용물을 식별, 정량 및 표시해야 합니다. 화장품은 복잡한 혼합물로, 크로마토그래피 및 스펙트럼 간섭을 일으킬 수 있는 많은 화합물이 존재하기 때문에 분석하기 까다로울 수 있습니다.

이 응용 자료에서는 듀얼 컬럼이 장착된 Agilent 8890 GC와 Agilent 7000E GC/TQ가 화장품 내 57가지 알레르겐 향료 물질 및 관련 이성질체에 대한 고선택성 분석을 제공함을 보여줍니다. 이 GC/TQ 분석법은 Agilent MassHunter Optimizer 소프트웨어를 사용하여 기존 가스크로마토그래프/질량 선택 검출기(GC/MSD) 분석법에서 빠르고 쉽게 전환할 수 있습니다. GC/TQ 분석법은 고선택성 및 신뢰성 있는 정량으로 동시 용리로 인한 불확실성을 줄여 데이터의 신뢰도를 높이고, 결과적으로 위양성 및 위음성 오류의 위험을 줄입니다.

소개

알레르겐에는 다양한 합성 및 천연 화합물이 포함되어, 민감한 사람들에게 알레르기 반응을 일으킵니다. 알레르겐은 샤워젤, 비누, 샴푸, 크림, 메이크업 등 많은 화장품에서 발견될 수 있습니다. 이러한 화합물은 종종 화장품 제조 과정에서 의도적으로 첨가되는 것이 아니라, 최종 제품을 구성하는 기본 성분에 포함된 물질입니다. 이 연구는 향료 물질에서 일반적으로 발견되는 알레르겐을 측정하는 분석법에 중점을 둡니다.

전 세계 규제 기관은 화장품 및 향수 등 소비자 제품의 알레르겐에 대한 규정을 마련하고 있으며, 자주 업데이트합니다. 2012년, 유럽 소비자 안전 과학 위원회(SCCS)는 사람에게 알레르기 반응을 일으킬 수 있는 향료 물질 87종을 확인했습니다. 이에 따라 2023년에 유럽 위원회는 화장품의 알레르겐 물질 표시에 관한 유럽 의회와 이사회 규정(EC) 1223/2009를 개정하는 규정 2023/1545를 발표했습니다.¹ 새로운 규정에 따라 기존에 등록되었던 알레르겐 26종이 87종으로 늘어났습니다.

이러한 규정은 유럽에만 국한되지 않습니다. 화장품 규제 현대화법 2022(MoCRA)은 1938년 연방 식품, 의약품, 화장품(FD&C)법이 통과된 이후 화장품 규제와 관련해 미국 식품의약국이 가장 크게 개정된 법안입니다.² 이러한 개정된 법률과 규정에 따라 화장품의 안전이 더욱 보장되었습니다. 화장품 내 알레르겐의 존재를 측정하기 위해 GC/TQ 분석과 같은 민감하고 선택적인 분석 기술이 필요합니다.

실험

이 연구에는 7000E GC/TQ로 구성된 8890 GC가 사용되었으며 MassHunter Workstation 소프트웨어로 이를 제어합니다. 화장품과 같은 복잡한 매트릭스 내의 화합물을 분석하려면 결과를 확인하기 위해 서로 다른 극성의 두 컬럼을 사용하는 것이 좋습니다. 이 경우, 극성 고정상으로 Agilent J&W DB-WAX Ultra Inert GC 컬럼을 사용하고 비극성 고정상으로 Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert GC 컬럼을 사용했습니다. Flexible gold-plated 페룰(부품 번호 G2855-28501)이 장착된 콤팩트한 비활성 분배기(splitter)(부품 번호 G3181-60500)는 1.5m 길이의 비활성화된 용융 실리카 튜빙(부품 번호 CP801810)으로 구성되어 질량 분석기를 멈추거나 배기할 필요 없이 두 컬럼을 동시에 연결할 수 있으므로 기기 가동 시간이 극대화됩니다.

그림 1은 기기 구성의 모식도입니다. 두 컬럼 모두 동일한 분석법을 사용했으며, 자세한 내용은 표 1과 표 2에 나와 있습니다. 분석에 사용된 검량 용액은 Millipore Sigma(제품 번호 89131 및 16558)의 향료 알레르겐 혼합물 A1과 A2를 사용하여 연속 희석을 통해 제조했습니다.

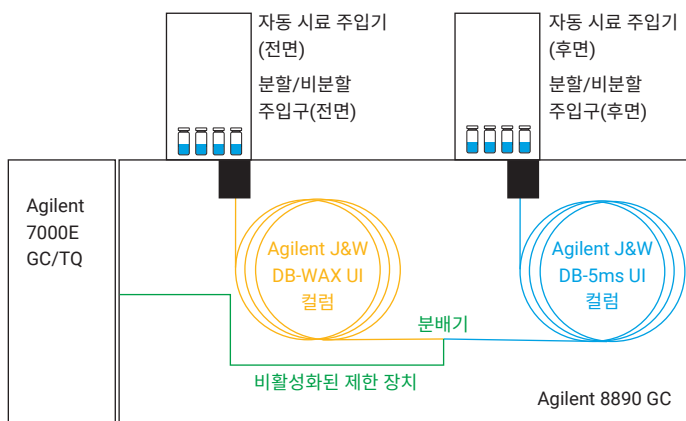


그림 1. 알레르겐의 듀얼 컬럼 분석을 위한 GC/TQ 기기 설정.

표 1. Agilent 8890 GC와 Agilent 7000E GC/TQ를 사용하여 알레르겐을 분석하기 위한 분석법 파라미터.

	극성 분석법	비극성 분석법
주입량	1µL	
주입 모드	분할(1:10)	
라이너	Agilent Ultra Inert 라이너(부품 번호 5190-2295)	
컬럼	Agilent J&W DB-WAX Ultra Inert GC 컬럼, 20m × 0.18mm, 0.18µm (부품 번호 121-7022UI)	Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert GC 컬럼, 20m × 0.18mm, 0.18µm (부품 번호 121-5522UI)
컬럼 유속	일정 유속: 1mL/min(사용하지 않을 때는 0.5mL/min)	
오븐 프로그램	50°C에서 0.5분간 유지; 7°C/min으로 200°C까지 승온; 25°C/min으로 240°C까지 승온; 240°C에서 10분간 유지	
MS 이송 라인	240°C	
이온 소스 온도	250°C	
사중극자 온도	150°C	
수집 모드	MRM/스캔(MS2)	

표 2. Agilent 7000E GC/TQ에서 알레르겐 분석을 위한 GC/TQ 다중 반응 모니터링(MRM) 전이. (다음 페이지에서 계속).

화합물 번호	화합물 명칭	CAS 등록 번호	전이 1 (m/z)	전이 2 (m/z)	전이 3 (m/z)
1	Pinene <alpha->	80-56-8	121.0 → 77.0	93.0 → 77.0	136.0 → 93.0
2	Pinene <beta->	127-91-3	121.0 → 93.0	93.0 → 77.0	136.0 → 93.0
3	Terpinene <alpha->	99-86-5	121.0 → 93.0	93.0 → 77.0	136.0 → 93.0
4	Limonene	138-86-3	136.0 → 94.0	68.0 → 67.0	93.0 → 77.0
5	Terpinolene	586-62-9	121.0 → 93.0	93.0 → 77.0	136.0 → 93.0
6	Camphor	76-22-2	152.0 → 108.0	108.0 → 93.1	95.0 → 67.0
7	Benzaldehyde	100-52-7	106.0 → 105.0	105.0 → 77.0	77.0 → 51.0
8	Linalol	78-70-6	121.0 → 93.0	93.0 → 77.0	136.0 → 93.1
9	Linalyl acetate	115-95-7	121.0 → 93.0	93.0 → 77.0	136.0 → 93.1
10	Caryophyllene <(B)->	87-44-5	189.0 → 91.1	133.0 → 105.1	93.0 → 77.0
11	Menthol	89-78-1	123.0 → 81.0	95.0 → 67.0	138.0 → 95.0
12	Oct-2-ynoate <methyl-> (Folione)	111-12-6	123.0 → 67.0	95.0 → 67.0	139.0 → 77.0
13	Salicylaldehyde	90-02-8	122.0 → 121.0	121.0 → 65.0	93.0 → 65.0
14	Terpineol <alpha->	98-55-5	121.0 → 93.0	93.0 → 77.0	136.0 → 93.0
15-1	Neral	106-26-3	109.0 → 81.0	69.0 → 41.1	134.0 → 119.0
15-2	Geranial	141-27-5	137.0 → 43.0	84.0 → 83.0	152.0 → 137.0
16	Carvone	99-49-0	108.0 → 93.0	82.0 → 39.1	150.0 → 108.0
17	Geranyl acetate	105-87-3	121.0 → 76.9	93.0 → 77.0	136.0 → 121.0
18	Damascone <delta->	57378-68-4	123.0 → 81.0	69.0 → 41.1	192.0 → 135.0
19	Salicylate <methyl->	119-36-8	152.0 → 92.0	120.0 → 92.0	92.0 → 63.0
20	Acetate DMBC (dimethylbenzylcarbiny)	151-05-3	117.0 → 91.0	132.0 → 117.0	91.0 → 65.0
21	Damascone <alpha-, trans->	43052-87-5	123.0 → 81.0	69.0 → 41.1	192.0 → 135.0
22	Citronellol	106-22-9	81.0 → 53.1	81.0 → 41.1	138.0 → 95.0
23	Damascone <(E)-beta->	23726-91-2	123.0 → 81.0	192.0 → 177.1	177.0 → 77.0
24	Damascenone <(E)-, beta->	23696-85-7	121.0 → 77.0	69.0 → 41.1	190.1 → 121.0
25	Anethole <(E)->	104-46-1	117.0 → 91.0	147.0 → 91.0	148.0 → 77.0
26	Ionone <alpha-, isomethyl->	127-51-5	135.0 → 91.0	107.0 → 91.0	150.0 → 135.0
27	Geraniol	106-24-1	123.0 → 43.1	93.0 → 77.0	123.0 → 77.0
28	Benzyl alcohol	100-51-6	107.0 → 79.0	108.0 → 79.0	79.0 → 77.0
29-1	Ebanol 1	67801-20-1	149.0 → 107.1	121.0 → 77.0	164.0 → 149.1
29-2	Ebanol 2	67801-20-1	149.0 → 107.0	121.0 → 77.0	164.0 → 149.1
30	Hydroxycitronellal	107-75-5	111.0 → 69.0	95.0 → 67.0	139.0 → 43.0
31	Cinnamaldehyde <(E)->	104-55-2	103.0 → 77.0	131.0 → 77.0	132.0 → 131.0
32	Butylphenyl methylpropional (lilial)	80-54-6	147.0 → 117.0	189.0 → 91.0	204.0 → 189.0
33-1	Iso E Super <beta->	54464-57-2	119.0 → 91.0	191.0 → 109.1	121.0 → 93.0
33-2	Iso E Super <alpha->	68155-66-8	135.0 → 107.0	69.0 → 41.1	191.0 → 121.1
34	Salicylate <amyl->	2050-08-0	138.0 → 92.0	120.0 → 92.0	208.0 → 120.0
33-3	Iso E super <gamma->	68155-67-9	150.0 → 135.0	135.0 → 107.0	191.0 → 121.1
35	Trimethyl-benzenepropanol (majantol)	103694-68-4	105.0 → 77.0	106.0 → 91.0	178.0 → 106.0
36	Eugenol	97-53-0	131.0 → 77.0	164.0 → 77.0	149.0 → 77.0
37	Vertofix coeur	32388-55-9	203.0 → 43.1	231.0 → 43.1	246.0 → 43.1
38	Cinnamaldehyde <amyl->	122-40-7	133.0 → 55.0	129.0 → 128.0	201.0 → 145.0
39	Eugenyl acetate	93-28-7	131.0 → 77.0	164.0 → 77.0	149.0 → 77.0
40	Anisyl alcohol <para->	105-13-5	137.0 → 77.0	109.0 → 77.0	138.0 → 77.0
41	Cinnamyl alcohol <(E)->	104-54-1	92.0 → 39.1	92.0 → 91.0	115.0 → 89.0

표 2. Agilent 7000E GC/TQ에서 알레르겐 분석을 위한 GC/TQ 다중 반응 모니터링(MRM) 전이. (이전 페이지에서 계속됨).

화합물 번호	화합물 명칭	CAS 등록 번호	전이 1 (m/z)	전이 2 (m/z)	전이 3 (m/z)
42-1	Galaxolide 1	1222-05-05	213.0 → 171.0	243.0 → 213.1	258.0 → 243.1
42-2	Galaxolide 2	1222-05-05	213.0 → 171.0	243.0 → 213.1	258.0 → 243.1
43-1	alpha-Santalol	115-71-9	122.0 → 94.0	94.0 → 79.0	93.0 → 77.0
43-2	beta-Santalol	77-42-9	122.0 → 94.0	94.0 → 79.0	93.0 → 77.0
44	Farnesol	4602-84-0	133.0 → 105.0	69.0 → 41.1	93.0 → 77.0
45	Isoeugenol	97-54-1	131.0 → 77.0	164.0 → 77.0	149.0 → 77.0
46	Cinnamaldehyde <alpha-hexyl-> (jasmonal)	101-86-0	117.0 → 91.0	129.0 → 128.0	216.0 → 129.0
47	Hexadecanolact-16-one	109-29-5	193.0 → 81.1	97.0 → 55.0	236.0 → 80.9
48	Phthalide <3-propylidene-> cis and trans	17369-59-4	159.0 → 131.0	159.0 → 103.0	146.0 → 105.0
49	Isoeugenyl acetate	93-29-8	149.0 → 77.0	164.0 → 77.0	165.0 → 77.9
50	Coumarin	91-64-5	118.0 → 89.0	146.0 → 118.0	90.0 → 89.0
51-1	Lyrall 1	31906-04-4	136.0 → 79.0	93.0 → 77.0	192.0 → 91.0
51-2	Lyrall 2	31906-04-4	136.0 → 79.0	93.0 → 77.0	192.0 → 91.0
52	Amyl cinnamyl alcohol	101-85-9	133.0 → 115.0	133.0 → 55.0	133.0 → 77.0
53	Vanillin	121-33-5	123.0 → 52.0	152.0 → 151.0	151.0 → 52.0
54	Benzyl benzoate	120-51-4	194.0 → 165.0	105.0 → 77.0	212.0 → 105.0
55	Benzyl salicylate	118-58-1	228.0 → 91.0	91.0 → 65.0	228.0 → 65.0
56	Sclareol	515-03-7	191.1 → 94.9	177.0 → 121.1	257.1 → 119.2
57	Cinnamate <benzyl->	103-41-3	192.0 → 191.0	131.0 → 77.0	237.8 → 192.0

결과 및 토의

이전 연구에서는 선택 이온 모니터링(SIM) 모드에서 GC/MSD를 사용하여 57종의 의심 알레르겐을 분석하는 방법을 보여주었습니다.³ SIM 모드에서 GC/MSD를 사용하는 경우 분석법을 개발하는 동안 모든 표적 피크를 적절히 분리할 수 있는지, 정량에 사용되는 SIM 이온의 간섭이 발생하지 않는지 신경써야 합니다. 많은 표적 분석 물질이 포함된 복잡한 매트릭스의 경우, GC/MSD를 사용해 충분한 크로마토그래피 분리능을 얻는 것은 어려울 수 있습니다. 그러나 이렇게 복잡한 분석 작업을 Triple Quadrupole GC/MS(GC/TQ)로 전환하면 선택성이 크게 향상될 수 있습니다.

GC/TQ 기기는 데이터 수집을 위한 다중 반응 모니터링(MRM) 모드를 제공합니다. MRM 모드는 충돌 유도 분리(CID)로 인해 발생하는 이온을 측정하는 데 사용됩니다. CID 반응의 특성은 분자 구조뿐만 아니라 질량에 따라서도 달라지며 선택성을 크게 향상시킬 수 있습니다. MRM/스캔 모드에서 동시 수집의 이점이 추가되어 사용자는 표적 물질을 정확하게 분석할 수 있을 뿐만 아니라 전체 스캔으로 더욱 완벽한 시료 특성화를 보장할 수 있습니다.

Agilent MassHunter Optimizer 소프트웨어를 사용하면 GC/MSD 분석법을 GC/TQ 분석법으로 빠르고 쉽게 전환할 수 있습니다. GC/MSD 분석법에서 이미 제공된 SIM 이온은 MassHunter Optimizer에서 GC/TQ의 전구 이온으로 설정할 수 있으며, 이후 GC/TQ 분석법의 모든 표적 분석 물질에 대한 최적의 MRM 전이를 측정하도록 해당 소프트웨어의 자동 실행을 설정할 수 있습니다. 모든 GC 분석법 파라미터와 GC/MS 소스 파라미터는 두 기기 분석법 모두에서 동일하게 유지할 수 있습니다.

MassHunter Optimizer 소프트웨어로 최적화된 분석법을 사용하여 두 개의 Agilent J&W GC 컬럼에서 57가지 알레르겐을 분리하는 과정을 그림 2에 나타내었습니다. 모든 표적 화합물에 대해 충분한 분리능이 얻어졌으며, 이는 7000E GC/TQ 시스템이 향상된 선택성을 제공한다는 것을 보여줍니다. 그림 3에는 대표적인 검량선 6개와 1mg/kg 알레르겐 표준물질 분석이 나타나 있습니다. 검량선은 1-100mg/kg의 농도 범위에 있는 알레르겐 표준물질에 대한 감응을 나타냅니다. 곡선 피팅은 원점을 무시하고 1/x 가중치와 모든 상관 계수(R^2) > 0.997인 이차식이며, 이는 두 J&W GC 컬럼 모두에서 이 GC/TQ 분석법이 신뢰할 수 있는 정량임을 나타냅니다.

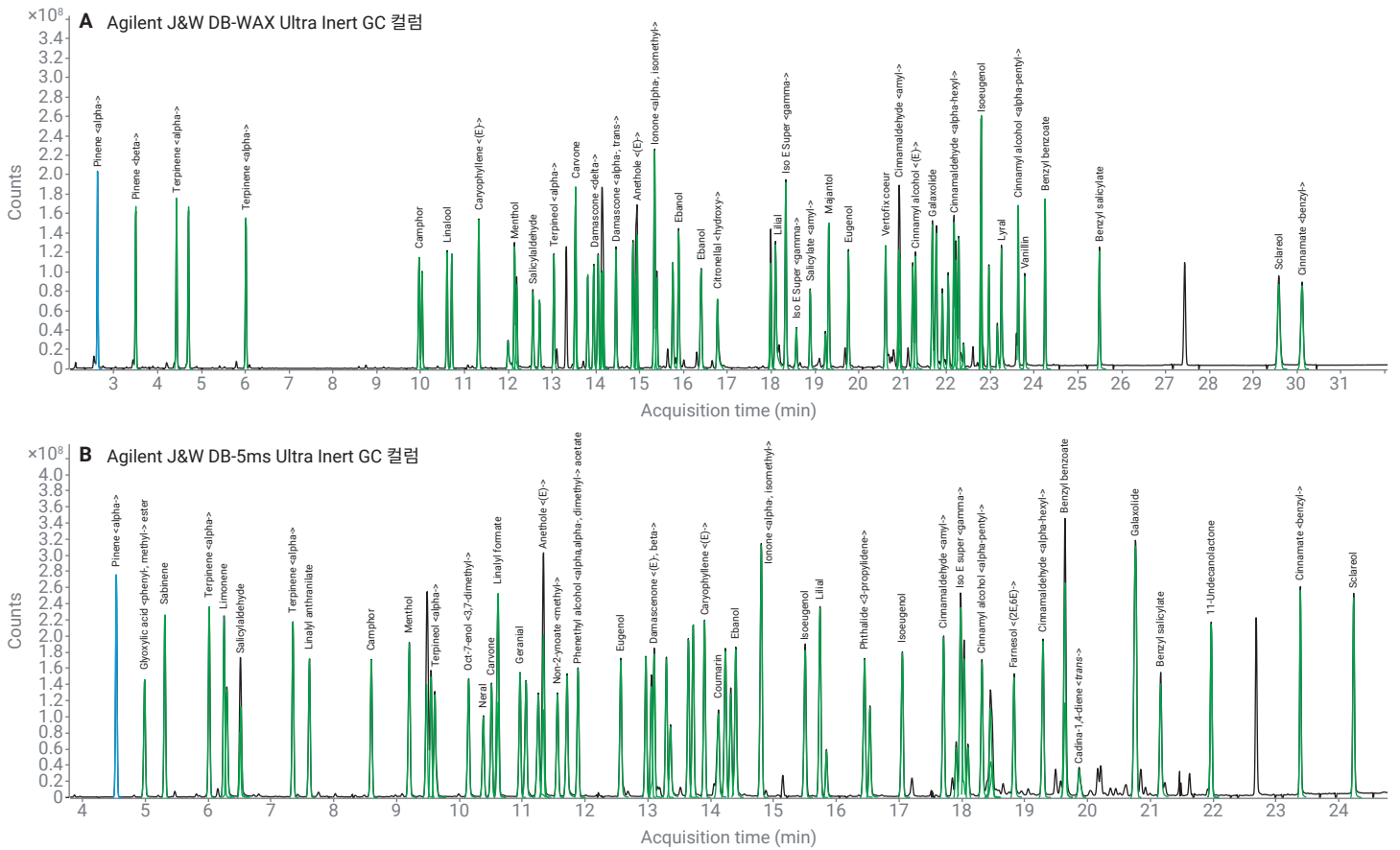


그림 2. 두 개의 Agilent J&W GC 컬럼, 즉 (A) 극성 컬럼 및 (B) 비극성 컬럼에서 100mg/kg 알레르겐 표준물질의 크로마토그래피 분리.

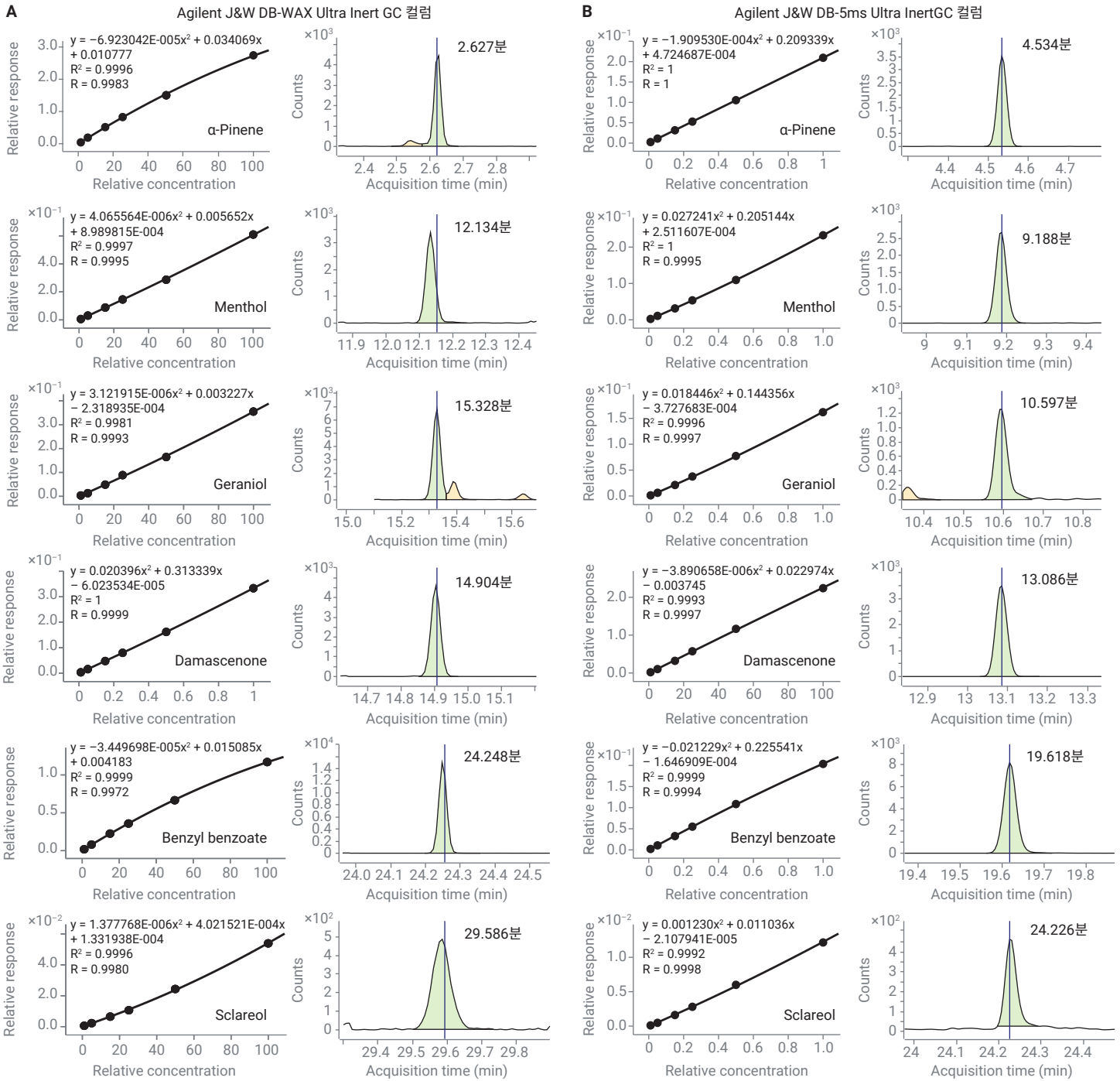


그림 3. Agilent 7000E GC/TQ에서 두 개의 Agilent J&W GC 컬럼을 사용하여 검출한 6가지 알레르겐에 대한 예시 검량선 및 1mg/kg 표준물질 크로마토그램.

결론

기존 GC/MSD 기반 알레르겐 분석을 GC/TQ로 전환하는 작업이 빠르고 쉽게 이루어졌으며 분석법 선택성도 향상되었습니다. 새로운 GC/TQ 분석법에도 동일한 크로마토그래피 및 MS 소스 분석법 파라미터, 컬럼 및 소모품을 사용할 수 있습니다. 새로운 MS 수집 방법의 경우, Agilent MassHunter Optimizer 소프트웨어를 자동화하여 원래 GC/MSD 분석법의 SIM 이온을 사용하여 GC/TQ 분석법에 최적의 MRM 전이를 측정할 수 있습니다. 그 결과, GC/TQ 분석법 선택성이 향상되어 데이터의 신뢰도가 높아지고, 동시 용리되는 표적 알레르겐에 대한 위양성 및 위음성 오류의 위험이 줄어듭니다. 이 연구에서 소개한 새로운 GC/TQ 분석법은 Agilent 8890 GC와 Agilent 7000E GC/TQ를 사용하여 화장품에 존재하는 57가지 알레르겐 향료 물질 및 관련 이성질체 분석에 대한 신뢰성 있는 정량을 제공합니다.

참고 자료

1. Regulation (EC) No 1223/2009 of the European Parliament and of the Council of 30 November 2009 on Cosmetic Products. *Official Journal of the European Union*, **2009**.
2. Modernization of Cosmetics Regulation Act of 2022 (MoCRA). U.S. Food and Drug Administration, **2023**.
3. Analytical Method to Quantify 57 Suspected Allergens (and isomers) in Ready to Inject Fragrance Materials by Gas Chromatography and Mass Spectrometry. The International Fragrance Association, Analytical Working Group, **2016**.

www.agilent.com

DE01330524

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2024
2024년 10월 7일, 한국에서 인쇄
5994-7523KO

한국애질런트테크놀로지스(주)
대한민국 서울특별시 서초구 강남대로 369,
DF타워 9층, 06621
전화: 82-80-004-5090 (고객지원센터)
팩스: 82-2-3452-2451
이메일: korea-inquiry_lsca@agilent.com