

Agilent QuickProbe GC/MS 시스템을 이용한 60초 식품 스크리닝

저자

Melissa Churley, Philip Wylie,
David Peterson
Agilent Technologies, Inc.

개요

GC/MS 용 직접 삽입 샘플링 장치인 Agilent QuickProbe를 이용하여 추출하지 않은 식품 시료의 스크리닝을 평가했습니다. 추정 물질 및 추가 분석이 필요한 시료의 빠른 식별로, 고속 스크리닝의 이점을 식품 분석에 제공합니다.

서론

식품과 식물성 식품 원료에 대한 일반적인 GC/MS 스크리닝에서는 QuEChERS 또는 기타 액체 추출법과 같은 시료 전처리가 필요합니다. QuickProbe 시스템의 사용으로 시료 전처리가 필요 없는 간단하고 빠른 스크리닝 분석이 가능해집니다. QuickProbe 장치는 짧은 GC 컬럼을 포함하며, Agilent 5975 또는 5977 GC/MSD 기기의 오픈 상단에 장착 됩니다. 샘플링은 유리 프로브를 시료에 접촉하고 프로브를 대기에 개방된 가열 주입구에 삽입하여 수행합니다. 헬륨 유속이 있는 상태에서 컬럼을 초고속으로 가열하여 시료 성분을 분리할 수 있습니다. 데이터 수집과 분석은 Agilent MassHunter Workstation Acquisition 및 Unknowns Analysis 소프트웨어로 수행하며, 스펙트럼은 사용자 또는 상용 라이브러리 검색으로 식별합니다. 다양한 오일, 향신료 혼합물, 음료, 식물 재료 및 향료를 비롯한 많은 식품 시료의 유형을 연구하였습니다. 시료는 여기에서 설명하는 추출하지 않은 시료 또는 기존의 실험실 워크플로로 생성한 추출물로 구성될 수 있습니다.

실험

Agilent 5977B SQ 질량 분석기를 개별 QuickProbe 제어 장치가 장착된 Agilent 7890B GC 기기와 결합하였습니다(그림 1). QuickProbe 시스템(G3971A)은 그림 2와 같이 프린트가 있는 특수 라이너(5190-5104)를 포함한 개방된 주입구와 질량 분석기의 저항체로 사용되는 1.5m x 0.25mm, 0.1µm DB-1HT 컬럼 및 0.7m x 0.18mm, 0.18µm DB1-MS 컬럼을 포함합니다.

헬륨을 운반 가스로 사용하였습니다. GC/MS 시스템을 Autotune하였습니다. 둥근 팁, 유리 시료 프로브(5190-5118)는 비접촉 포장(그림 3)으로 제공되며, 그림 4에 표시된 시료 삽입 장치인 QuickProbe 홀더(G3971-60200)를 사용하여 고정하였습니다. 포켓 팁 프로브(5190-5113)에는 팁에 오목한 표면 또는 “포켓”이 있어, 분말 분석에 유용합니다. 표 1은 기기 조건입니다. 컬럼 온도 유지 시간과 승온 속도를 일부 변경하여 사용하였습니다.



그림 1. Agilent 5977 GC/MS 시스템에 장착된 Agilent QuickProbe(G3971A) 장치



그림 2. 프린트가 있는 특수 라이너(5190-5104)



그림 3. 비접촉 포장의 시료 프로브(둥근 팁, 5190-5118; 포켓 팁, 5190-5113)



그림 4. 왼쪽에 프로브가 삽입된 로딩 위치의 프로브 홀더(G3971-60200)

샘플링은 먼저, 유리 프로브를 프로브 홀더에 삽입한 다음, 로딩 포지션(그림 4)에서 고체 식품 또는 식물 재료를 프로브로 긁어내는 방식으로 수행하였습니다. 액체 시료에서는 프로브 팁을 액체에 담갔습니다. 분말 또는 과립 시료는 유리 프로브를 시료에 문지르거나, 포켓 팁 프로브를 시료에 가볍게 두드려 로딩했습니다. 유리 프로브를 홀더에 먼저 밀어 넣고 시료 주입을 수행합니다. QuickProbe 장치의 시작 버튼과 프로브 홀더의 플런저를 동시에 눌러 실행을 시작하고, 프로브를 인렛의 가장 뜨거운 부분에 배치했습니다. 삽입 시간은 일반적으로 5초이지만, 필요에 따라 달라질 수 있습니다. MassHunter Workstation Acquisition 및 Unknown Analysis 소프트웨어를 데이터 수집과 처리에 사용했습니다. 60의 최소 매치 인자를 NIST 라이브러리 매치에 사용했습니다.

결과 및 토의

QuickProbe GC/MS 시스템을 사용하여 다양한 식품 성분을 쉽게 구별할 수 있습니다. 크로마토그램은 추출하지 않은 식품 시료에 대한 분석 결과입니다. 질량 스펙트럼 deconvolution과 결합한 크로마토그래피 분리의 강력한 기능으로

매우 복잡한 시료의 스크리닝과 표적물질의 식별을 수행합니다(그림 5~9). 각 성분에 대한 NIST 라이브러리 매치 스코어는 괄호로 표기하였습니다. 본 연구에서는 어유, 참기름 및 식물성 기름과 같은 여러 유형의 오일을 GC/MS QuickProbe 시스템을 이용하여 구별하였습니다.

표 1. 기기 조건

QuickProbe 및 GC 조건	
주입구 온도	250°C(등온)
주입 모드	분할(고정 분할, 약 1:10)
컬럼 온도	35°C, 6초 유지 4°C/초로 325°C까지, 0초 유지(또는 보다 긴 유지)
분석 시간	일반적으로 40~60초
이송 라인 온도	280°C
MS 조건	
이온화원 온도	280°C
사중극자 온도	150°C
이온화	EI 모드
EMV 모드	게인 계수
게인 계수	10(관심 피크를 검출하는데 필요한 최소한의 값이어야 함; 최소값 0.05)
용매 지연	0분
스캔 유형	Scan(38~550μ, 6,250μ/초)
초 당 스캔	9.7

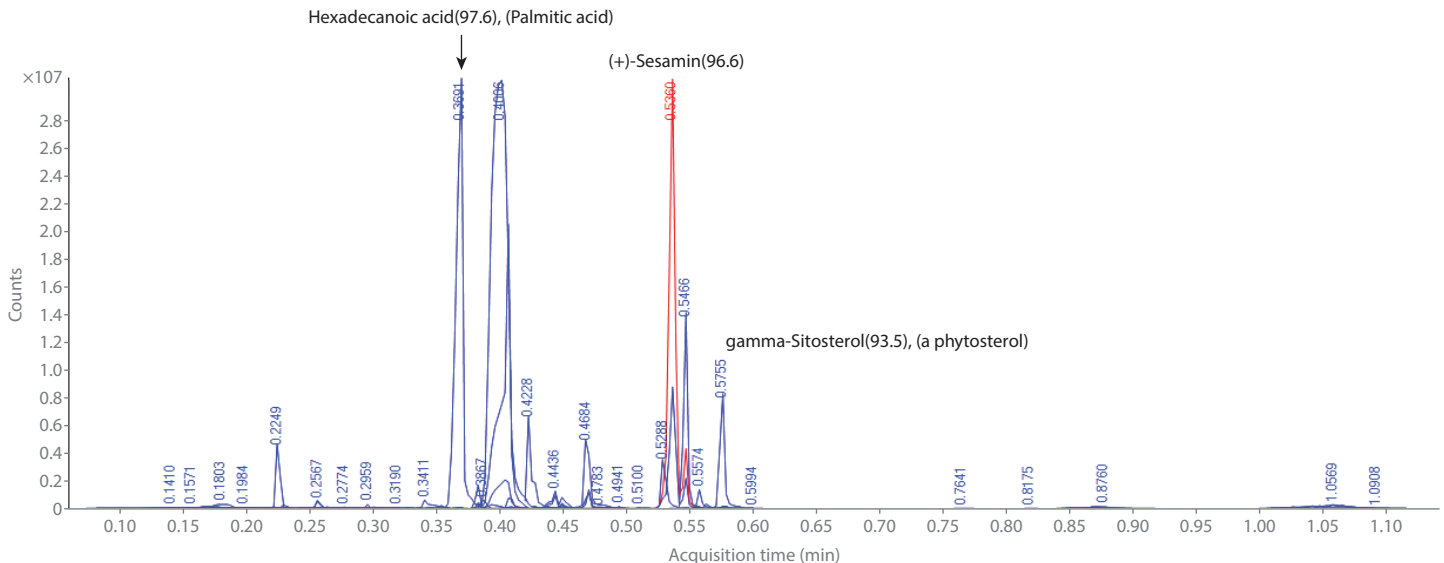


그림 5. 참기름. 특징적인 성분인 sesamin은 96.6의 높은 라이브러리 매치 스코어로 식별되었습니다.

이는, 참기름에는 sesamin(그림 5)이 어유에는 cholesterol(그림 6)과 같은 특징적인 성분이 존재하기 때문에 가능합니다. 그림 7에서 확인되는 식물성 기름의 프로파일은 산화에 의해 형성되고, 튀김 음식의 독특한 향에 기여하는 2,4-decadienal에 대한 피크입니다.

식물 재료는 유리 프로브 주변에서 손으로 나뭇잎을 으스러뜨려 그 성분에 대한 스크리닝을 수행할 수 있었습니다. 특징적인 화합물인 umbellunone은 캘리포니아 월계수(California Bay Laurel) 잎에서 발견되었습니다(그림 8); 이 화합물은 이러한 종과 진짜 월계수 잎(bay leaf) 또는 월계수(*Laurus nobilis*)를 구별할 수 있게 합니다¹.

미국 원주민은 치료적 특성을 가진 캘리포니아 월계수 잎을 다양한 약용으로 사용하였습니다. Umbellunone은 일부 민감한 사람에게는 두통을 유발할 수 있어, "두통 나무"라고도 알려져 있습니다. 또한, methyl eugenol도 시료의 주요 성분으로 확인되었습니다.

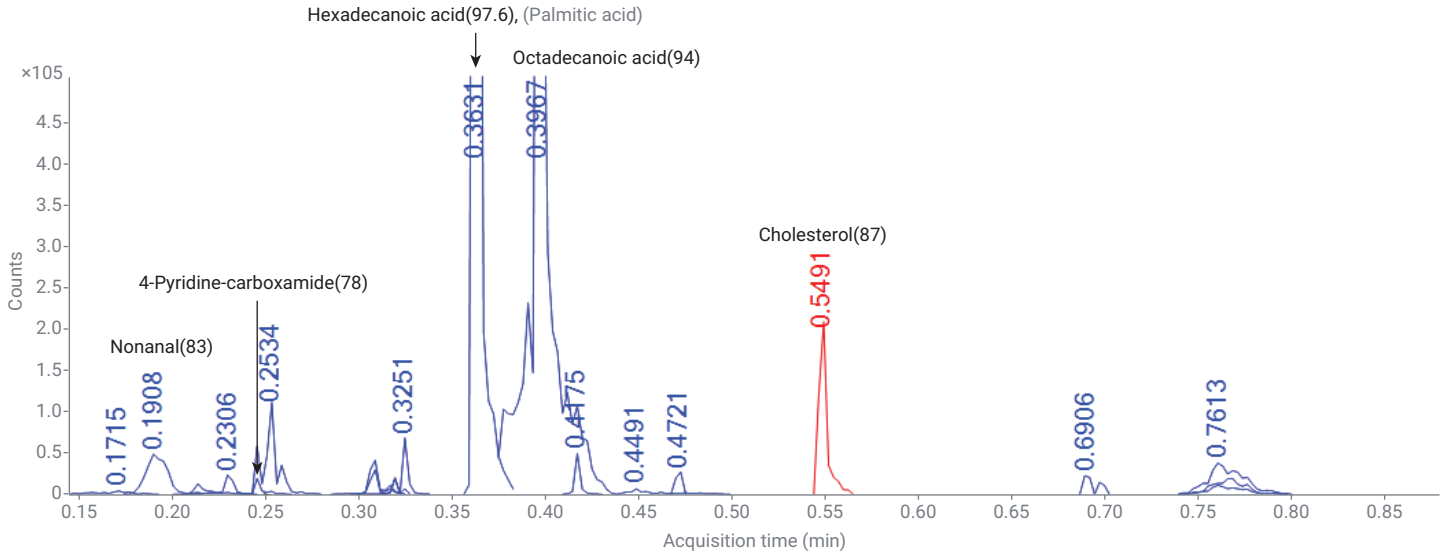


그림 6. Cholesterol 피크가 확인되는 상용 어유

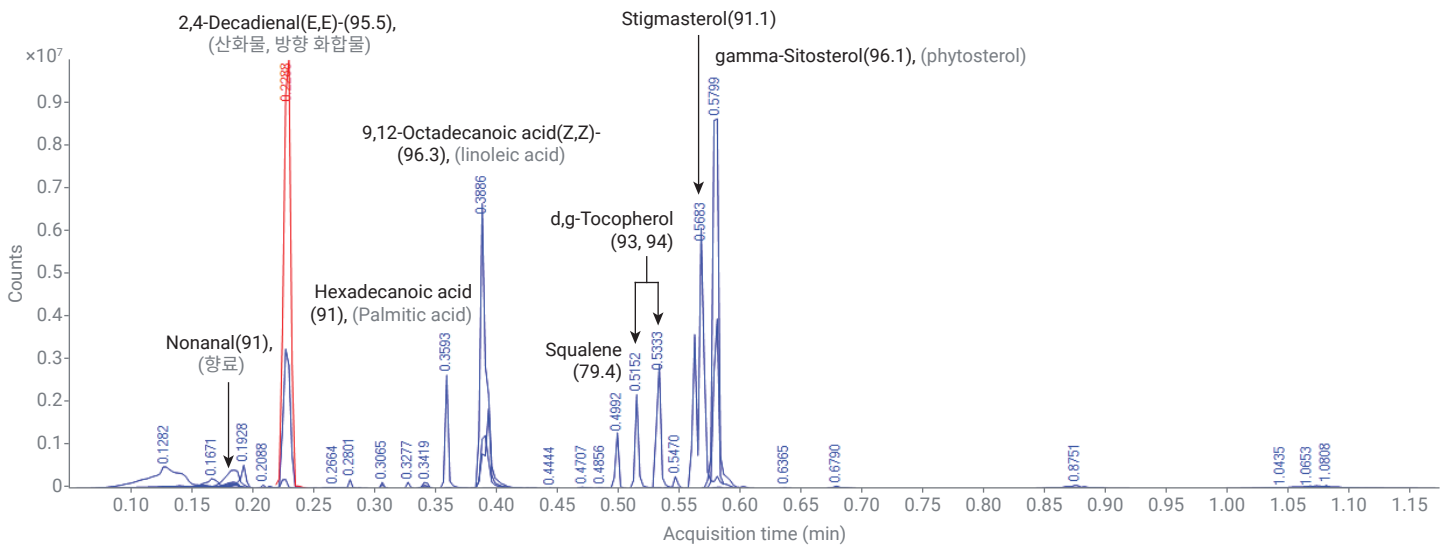


그림 7. 식물성 기름 프로파일(면화씨)

그림 9는 후추 향신료 혼합물의 크로마토그램입니다. 후추의 piperine 화합물은 허브와 향신료에서 발견되는 *n*-isobutyl-2,4-decadienamide와 함께 이 시료에서 확인되었습니다. 비타민 E도 검출되었으며, 라이브러리 매치 스코어는 81 이었습니다.

QuickProbe GC/MS 시스템은 시료 전처리 없이 1분 이내에 여러 식품 시료를 성공적으로 특성 규명하였습니다. 액체(오일), 과립 또는 전체 식품 및 식물 재료와 같은 다양한 시료 유형을, 등근 팁 또는 포켓 팁 유리 프로브를 이용하여

샘플링하였습니다. 열 탈착 기법을 이용한 고체 식물 재료(즉, 대마초)를 샘플링하는 다른 방법 또한 성공적으로 사용되고 있으며, 이는 다른 자료에서 설명됩니다(애질런트 발행물 5994-1357EN).

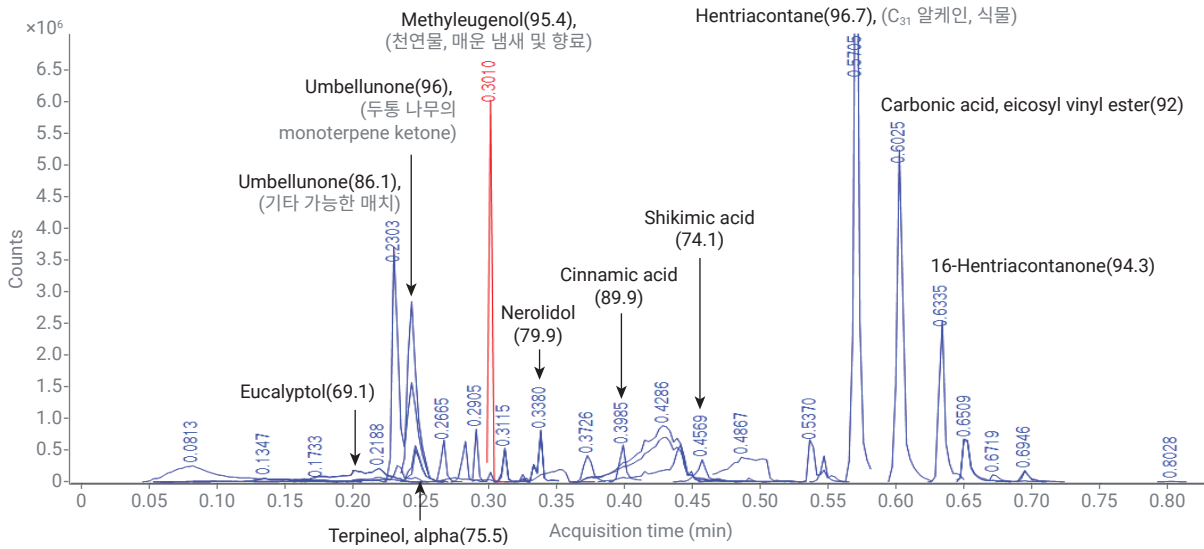


그림 8. 캘리포니아 월계수 잎(두통 나무)

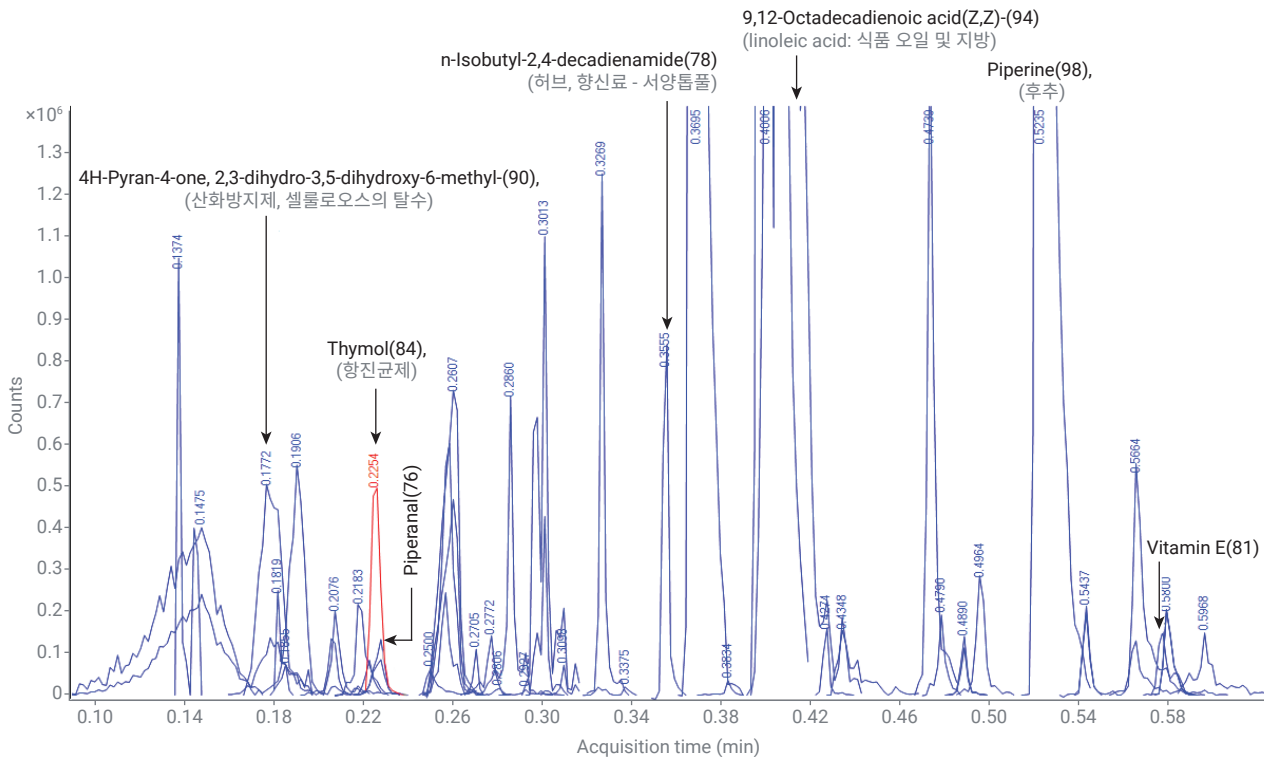


그림 9. 후추 향신료 혼합물

결론

Agilent QuickProbe GC/MS 시스템의 강력함은 질량 분석기와 연결된 짧은 GC 컬럼을 이용하여, 사전 추출 없이 복잡한 식품과 식물에 대한 빠른 크로마토그래피 분석을 수행하는 기능에 있습니다. 특징적인 시료 성분은 NIST 라이브러리 스펙트럼 매치와 Agilent Unknowns Analysis 소프트웨어를 사용하여 식별됩니다. 따라서, QuickProbe GC/MS 시스템을 사용하여 60초, 식품 스크리닝을 수행할 수 있습니다.

참고 문헌

1. Wang, M. *et al.* Application of GC/Q-TOFQ Combined with Advanced Data Mining and Chemometric Tools in the Characterization and Quality Control of Bay Leaves. *Planta Med* **2018** Sep, *84(14)*, 1045–1054. doi: 10.1055/a-0585-5987. Epub 2018 Mar 14.

www.agilent.com/chem

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
2019년 12월 11일, 한국에서 인쇄
5994-1505KO
DE.568912037

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