

Application News

No. SSK_GCMS_2101

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

GCMS-O를 이용한 식품 중 향 물질의 정성분석 (Qualitative Analysis of Flavor compounds using Gas Chromatography Mass Spectrometer- Olfactometry in Food)

□ 소개

소비자의 기호도 변화 및 품질 향상에 대한 요구의 증가로 인해 식품 제조에 있어서 다양한 첨가물들이 사용되고 있으며, 그 중 식품향을 내기 위해 사용되는 향료 물질의 경우에는 안전성에 대한 연구와 규제에 대한 관심이 계속해서 증가하고 있다. 향료 물질은 음식의 향과 맛을 전달하고 소비자의 식품 품질 인식에 영향을 미치는 주요 요인이지만, 사용되는 향료 물질들이 화학적으로 합성된 것도 많기 때문에 소비자의 입장에서는 이 물질들이 인체에 미치는 위해성 여부에도 많은 의문을 가지고 있다.

일반적으로 냄새를 평가하는 방법은 두가지로 나눌 수 있는데, 첫번째는 관능 평가로 평가자가 자신의 오감을 이용해 냄새를 유발하는 성분을 식별하고, 그 결과와 화합물의 정보를 통해 평가하는 방법이다. 이 방식은 인간의 감각과 직접적으로 연결된 결과를 제공하기 때문에 적절한 평가를 위해서는 냄새를 일관되게 감지하고 편견을 제거해야 하며, 냄새에 민감하게 반응할 수 있는 후각과 스킬을 가져야 한다. 두번째는 기기 분석을 이용하여 냄새 유발 성분에 대해 객관적으로 식별하고 정량화 할 수 있는데 일반적으로 가스크로마토그래프-질량분석기 (Gas Chromatography Mass Spectrometry, GCMS) 시스템을 사용하며 정성 분석 결과를 바탕으로 감지된 성분에 대해 감각 정보를 매칭하여 시료의 냄새와 일치하는지 확인할 수 있다.¹⁾

이 뉴스레터에서는 가스크로마토그래프-질량분석기 (GCMS)와 평가자의 후각을 통해 냄새를 평가하는 Olfactometry를 사용하여 위의 두 냄새 평가 방법을 동시에 적용할 수 있는 Gas Chromatography Mass Spectrometry-Olfactometry (GCMS-O, 그림 1) 분석법을 소개하고자 한다.



그림 1. ACO-6000 (Autosampler) and GCMS-O system

□ GCMS-O 장비 구성 및 분석 조건

시료 분석을 위한 장비는 GL Science 사의 PHASER (GC Olfactory Detection Port)와 Shimadzu 사의 AOC-6000, GCMS-TQ8050을 사용하였으며, 분석 시료는 시중에 판매되는 오렌지 주스를 이용하여 냄새에 기인하는 휘발성 물질들을 정성분석 하였다. 시료에서 휘발되는 성분들의 분석을 위해 SPME fiber (75 µm CAR/PDMS)를 사용하였으며, GCMS의 세부 분석 조건은 아래 <표 1>과 같다.

표 1 . GCMS-O 분석 조건

SPME Conditions	AOC-6000
Sample volume	: 5 mL
SPME fiber	: 75 µm Carboxen/Polydimethylsiloxane (CAR/PDMS), Fused Silica
Incubation temperature	: 80 °C
Incubation time	: 5 min
Agitator speed	: 250 rpm
Sample extract time	: 30 min
Sample desorb time	: 1 min
Conditioning temperature	: 280 °C (Pre : 20 min, Post : 5 min)
GCMS system	GCMS-TQ8050
Column	: Rxi-5ms (30 m x 0.25 mm x 1.0 µm)
Injection mode	: Splitless (Sampling time : 1 min)
Column flow	: 1.2 mL/min
Purge flow	: 3 mL/min
GC temperature	: 50 °C (2 min) → 10 °C/min → 300 °C (3 min)
Ion Source temperature	: 230 °C
Interface temperature	: 250 °C
Acquisition mode	: Scan (35 ~ 500 m/z)

Olfactometry (PHASER)는 GC를 통해 주입된 시료가 컬럼에 연결된 스플리터 (splitter)를 통해 검출기와 냄새를 맡을 수 있는 탐지포트(sniffing port)로 나뉘어 흐르게 된다. 유량 계산은 <그림 2> 에서 보는 것과 같이 Split Manager 소프트웨어를 이용하며, 컬럼의 길이, 내경, 오븐 온도 및 초기 압력 등을 입력하면 자동으로 계산된다. <그림 2>에서는 컬럼을 통해 분리된 성분들이 검출기로 0.24, 탐지포트로 0.76의 비율로 나뉘지는 것을 확인할 수 있으며, 이 때 피크 검출 시간과 실제 냄새가 감지되는 시간차는 0.05 초로 냄새가 감지되었을 때 검출된 피크의 성분을 GCMS library를 이용해 확인할 수 있다.

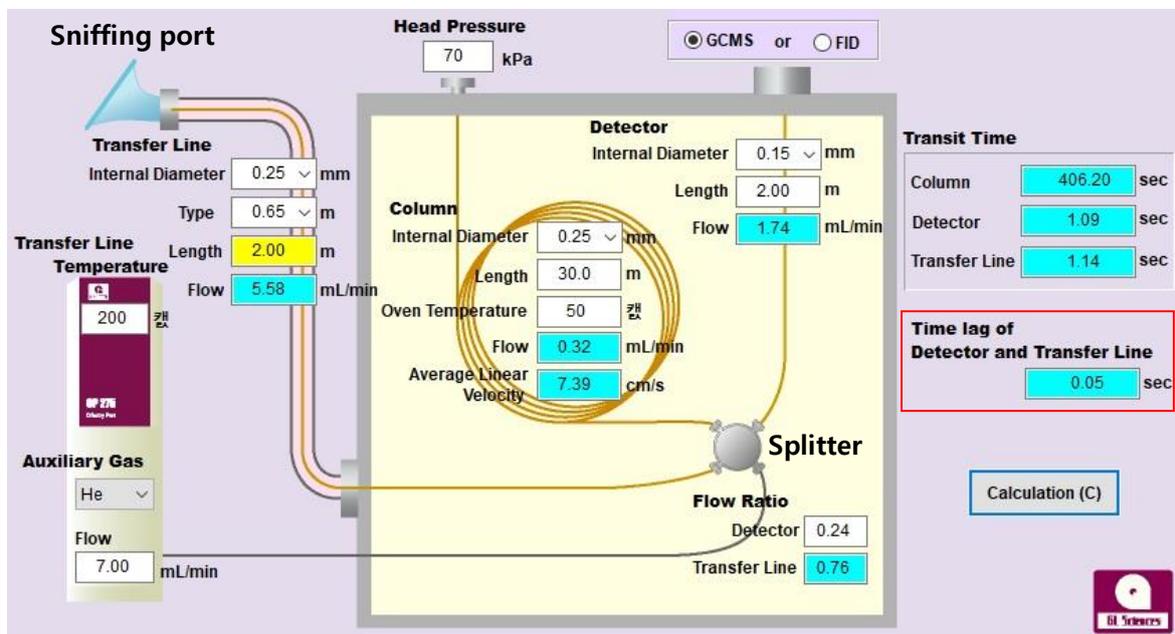


그림 2. Olfactometry의 가스 유량 흐름도 (Olfactometry software: Split Manager)

□ 결과

시료로 사용된 오렌지 주스에 대한 분석 크로마토그램은 <그림 3> 과 같으며, 이 중 냄새가 감지된 부분에서 검출된 피크는 총 6개로 나타났다. 이 6개의 피크에 대해 GCMS library (NIST14, Wiley09) 를 이용하여 정성하였으며, 그 결과와 각 성분에 대한 특성을 <표 2>에 정리하였다.

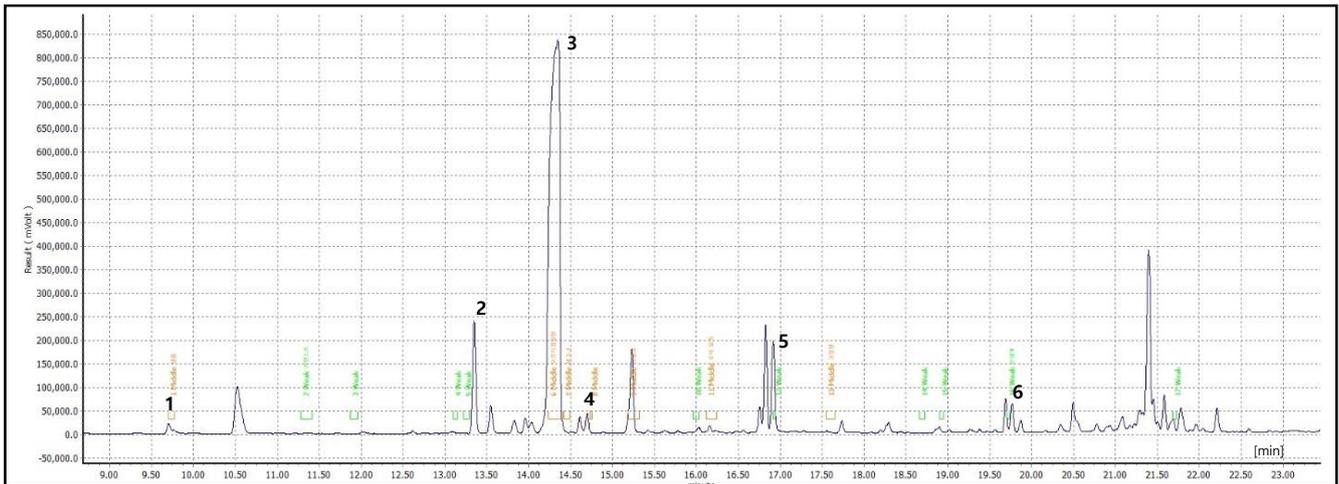


그림 3. GCMS-O를 이용한 오렌지 주스의 분석 크로마토그램

표 2. 냄새가 감지된 6개 피크에 대한 정성결과 및 각 성분의 특성

No.	Compound	R.T (min)	Remark*
1	Butanoic acid, ethyl ester	9.7	가공된 오렌지 주스에 향미증진제로 쓰이는 핵심 성분
2	Beta-Myrcene	13.4	식품에 사용되는 합성 향미 물질로, 향미 산업에서 사용되는 중간생성물
3	D-Limonene	14.3	감귤류 과일 껍질 기름의 주요 성분
4	Gamma-Terpinene	14.7	향미 성질을 갖고 있어 주로 산업용 유체에 쾌적한 냄새를 부여하기 위해 사용
5	Alpha-Terpinene	16.9	라일락과 비슷한 쾌적한 냄새를 갖고 있으며 향수, 화장품, 맛에 흔히 쓰이는 성분
6	Dodecanal	19.7	향료의 성분으로, 감귤류에서 자연적으로 발생

* en.wikipedia.org 에서 인용함.

<표 2>에서 보는 것과 같이 검출된 6개 피크의 특성을 살펴보면 대부분의 성분들이 식품의 향미를 더하기 위해 첨가제로 사용되는 향료 물질이거나, 주스의 주원료인 오렌지와 같은 감귤류에서 자연적으로 발생하는 물질로 확인되었다. 이와 같은 결과는 GCMS-O를 이용하여 냄새가 감지된 구간에서 검출된 피크의 정성 결과를 바탕으로 냄새 원인 물질을 규명할 수 있음을 보여준다.

□ 결론

이 뉴스레터는 식품에서 기인하는 냄새 성분을 GCMS-O를 이용하여 확인하고자 오렌지 주스를 이용하여 분석하였다. 분석 결과, 냄새가 감지되는 부분에서 검출된 피크가 실제 식품의 첨가제로 사용되는 향료 물질이거나 주원료에서 자연적으로 발생하는 물질인 것을 GCMS library를 통해 확인할 수 있었으며, 이와 같은 결과를 바탕으로 GCMS-O를 이용하여 식품 분야 뿐만 아니라 향 및 이취 발생의 원인을 구명하고자 하는 다양한 분야에 적용 가능할 것으로 판단된다.

□ 참고문헌

- 1) Shimadzu Technical Report, New Approach for Off-Flavor-Complaint Product Analysis Using GC/MS Off-Flavor Analyzer (C146-E293)



SHIMADZU Scientific Korea Corp.
www.shimadzu.co.kr

For Research Use Only. Not for use in diagnostic procedures. Not available in the USA, Canada, and China. This publication may contain references to products that are not available in your country. Please contact us to check the availability of these products in your country.

The content of this publication shall not be reproduced, altered or sold for any commercial purpose without the written approval of Shimadzu. Company names, products/service names and logos used in this publication are trademarks and trade names of Shimadzu Corporation, its subsidiaries or its affiliates, whether or not they are used with trademark symbol "TM" or "®".

Third-party trademarks and trade names may be used in this publication to refer to either the entities or their products/services, whether or not they are used with trademark symbol "TM" or "®". Shimadzu disclaims any proprietary interest in trademarks and trade names other than its own.

The information contained herein is provided to you "as is" without warranty of any kind including without limitation warranties as to its accuracy or completeness. Shimadzu does not assume any responsibility or liability for any damage, whether direct or indirect, relating to the use of this publication. This publication is based upon the information available to Shimadzu on or before the date of publication, and subject to change without notice.

Copyright © 2018 SHIMADZU group. All rights reserved.