

Application News

GC Nexis™ GC-2030

에센셜 오일 향기 성분 분석

-고점성 시료의 안정적 연속분석 제안-

No. 01-00004-K

User Benefits

- ◆ Sampler Navigator 기능을 이용해 고점성 시료를 안정적으로 연속분석할 수 있는 조건을 쉽게 설정할 수 있습니다.
- ◆ 세척용 바이알의 최대 개수가 증가함에 따라 용매 고갈을 방지하고 다검체 분석을 연속적으로 실시할 수 있습니다.
- ◆ 여러 종류의 세정 용매를 조합하여 세정 성능을 최대화할 수 있습니다.

■ 소개

식물과 과일에서 수증기 증류 등을 통해 얻은 에센셜 오일은 화장품과 식품의 첨가물로 널리 이용되고 있습니다. 에센셜 오일 중에는 점성이 높은 것이 많아 GC 에서의 분석 시에는 희석이 권장되지만 미량 향기성분 측정은 어렵습니다. 본 글에서는 AOC-30i 의 Sampler Navigator 기능을 이용하여 페퍼민트 오일을 분석하여 미량향기 성분을 측정하였습니다.



그림 1. Nexis™ GC-2030 + AOC-30i

■ 시린지 세척용매의 선택

에센셜 오일은 점성이 높아 바늘 끝에 시료가 남기 쉽고 극성이 다른 화합물이 섞인 복잡한 시료입니다. 연속 분석 시 캐리오버나 샘플 오염을 막기 위해서는 시린지 세척이 중요합니다. AOC-30i 에서는 세정용 바이알 4 개를 탑재할 수 있습니다. 여러 종류의 용매로 주사기를 세정할 수 있어 다양한 화합물이 섞인 복잡한 시료에도 대응 가능합니다. 에센셜 오일 분석에서는 극성 용매의 에탄올이나 아세톤, 무극성 용매의 헥산을 조합하여 세정 성능을 최대화할 수 있습니다. 나아가 세정 바이알 수가 증가함에 따라 바늘 끝에 붙은 시료가 세정 용매에 오염되거나 세정 용매의 고갈이라는 연속분석에서 일어날 수 있는 트러블을 막을 수 있습니다.

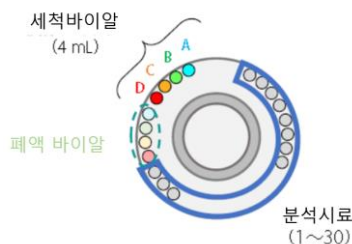


그림 2. AOC-30i 의 터렛

■ Sampler Navigator 주입 조건 설정

에센셜 오일 등의 점성이 높은 시료를 분석할 경우 시린지 내에 기포가 혼입되어 정확하게 일정량을 주입하지 못할 수 있습니다. 그림 3 상에 레몬오일을 '표준' 조건으로 연속 분석했을 때의 크로마토그램을 나타냈습니다. 8 번째 분석에서 제대로 주입할 수 없음을 알 수 있습니다. 점성시료를 분석할 때는 시료의 주입속도나 시린지 세척회수를 검토할 필요가 있습니다. LabSolutions™ GC 에서는 샘플의 성상이나 분석목적에 따라 AOC-30i 의 권장조건이 프리셋으로 준비되어 있습니다(그림 4). 각 프리셋은 분석자의 노하우를 반영한 것으로 원 클릭으로 권장 조건으로 설정할 수 있습니다. 「고점성시료」의 프리셋은 점성시료를 안정적으로 주입하기 위한 조건을 설정하고 있어 그림 3 아래에 나타나듯이 에센셜오일의 주입조건으로 사용할 수 있습니다.

* 이 결과는 예시입니다. 점성은 기온·습도로 변화하기 때문에 결과 재현은 보장할 수 없습니다.

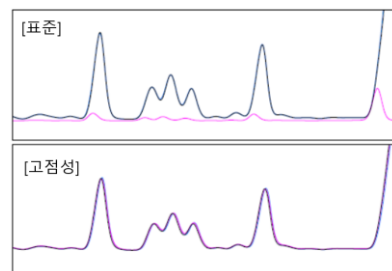


그림 3. 레몬오일 연속 10 회 분석에 대한 7, 8, 9 회째 크로마토그램



Sampler Navigator 기능 목적에 따른 주입 조건 선택
상세 주입 조건 편집도 가능 ※ 프리셋 자체가 변경되지는 않습니다.

그림 4. LabSolutions™ GC 의 설정 화면

■ 페퍼민트 오일 분석

페퍼민트 오일 분석을 Nexis GC-2030+AOC-30i 를 이용하여 다음과 같은 조건에서 실시했습니다. 시린지는 Xtra Life Microsyringe, 10ul (P/N 227-35400-01)을 사용하였습니다. 세정 용매에는 아세톤(A, C), 에탄올(B), 헥산(D)을 사용했습니다. ※ 이 때, A → 주입 → B → C → D 의 순서로 세척합니다.

표 1. 분석조건

Model	: Nexis GC-2030 / AOC-30i
Injection Volume	: 0.5 µL
Injection Temp.	: 260 °C
Injection Mode	: Split (1:100)
Carrier Gas	: He
Carrier Gas Control	: linear velocity 40 cm/sec)
Column	: SH-Rtx™-Wax (P/N 221-75897-30) (30 m × 0.32 mm I.D., 1.0 µm)
Column Temp	: 90 °C - 8 °C/min -240 °C (15 min)
Detector	: FID
Detector Temp	: 300 °C
Detector Gas	: H2 32.0 mL/min, Air 200 mL/min
Makeup Gas	: He (24 mL/min)
Injector Setting	: pumping 0 Pre-Sample cleaning 0 times Medium velocity of sample injection Medium plunger suction rate Waiting time after suction 3.0 sec

※ Automatically set by presetting "Highly viscous sample"

■ 결과

그림 5 의 크로마토그램에서 17 개 성분을 동정했습니다. 동정된 17 개 성분에서 5 회의 연속 분석으로 면적 재현성 0.8% 이하로 양호한 결과를 얻을 수 있었습니다(표 2). 「고점성 시료」에서는 주사기의 동작속도를 통상보다 느리게 하고, 또 세정회수를 늘림으로써 분석을 계속할 수 있도록 설정합니다.

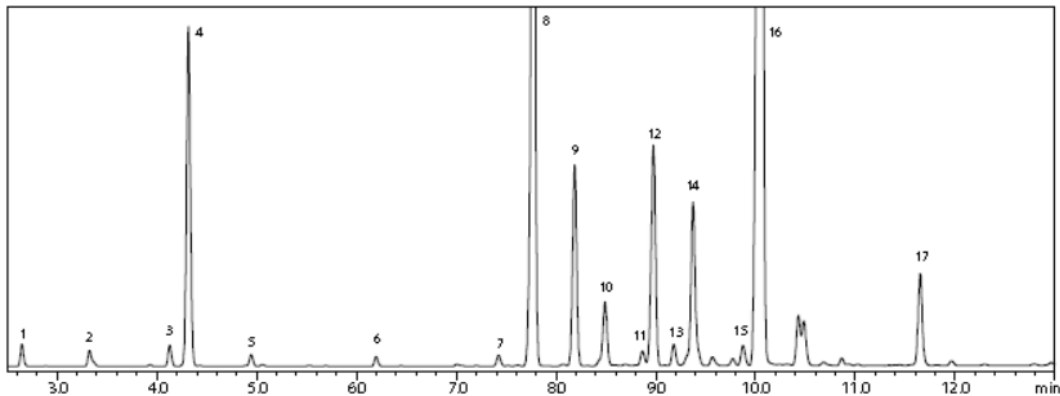


그림 5. 페퍼민트 오일의 크로마토그램

표 2. 각 화합물의 면적 재현성(n=5)

No.	Compound	Retention time (min)	Area reproducibility (RSD%)
1	β-Pinene	2.632	0.67
2	Sabinene	3.306	0.70
3	D-Limonene	4.107	0.68
4	Eucalyptol	4.294	0.62
5	p-Cymene	4.919	0.65
6	3-Octanol	6.173	0.63
7	trans-Sabinene hydrate	7.398	0.67
8	D-Menthone	7.748	0.61
9	D-isomenthone	8.161	0.60
10	β-Bourbonene	8.471	0.61
11	Menthyl formate	8.844	0.72
12	Menthyl acetate	8.958	0.59
13	Isopulegol	9.156	0.65
14	Neomenthol	9.352	0.63
15	Terpinen-4-ol	9.542	0.56
16	Menthol	10.038	0.61
17	Peritone	11.625	0.62

■ 고찰

에센셜 오일과 같은 점성시료를 희석하지 않고 주입하는 경우는 Sampler Navigator 의 「고점성시료」 프리셋을 참고해 분석하는 것을 권장합니다. 재현성 좋고 안정적이며 연속 분석이 가능합니다.

재현성 좋게 분석하고 싶은 경우는 시린지 토출이 잘 되는 것을 확인한 후 펌핑 회수를 증가시키거나 시료 주입 시 플런저 주입속도를 빠르게 해 주십시오. 또한 '고점성 시료' 프리셋에서도 연속해서 분석할 수 없는 경우는 플런저 흡인 속도와 주입 속도를 저속으로 하는 것을 권장합니다.

■ 점성 시료 분석의 주의점

비휘발성 성분이 많이 포함된 점성시료는 희석하여 분석할 것을 권장합니다. 예로서 식용유와 같은 트리아실글리세롤 등이 많이 포함된 시료는 반드시 희석해 주십시오.

연구용으로만 사용하세요. 진단과정에 사용하지 마세요.

본 문서는 해당 국가에서 사용할 수 없는 내용이 포함되어 있을 수 있습니다. 확인이 필요하실 경우 시마즈 사이언티픽 코리아로 문의 바랍니다. 본 문서에 사용된 회사 이름, 제품/서비스 이름 및 로고는 상표기호 "TM" 또는 "®"와 함께 사용되는지 여부와 관계없이 Shimadzu Corporation, 자회사 또는 계열사의 상표 및 상표 이름입니다. 제 3자의 상표 및 상표명은 기호 "TM" 또는 "®"와 함께 사용되는지 여부와 관계없이 기업 또는 그 제품/서비스를 참조하기 위해 본 문서에 사용될 수 있습니다. 본 문서의 내용은 어떠한 종류의 보증 없이 "있는 그대로" 제공되며, 제품의 외관 및 사양은 성능 개량을 위해 예고 없이 변경될 수 있습니다. 사진에 포함된 PC 또는 프린터는 별도 구매 제품입니다. 시마즈, 시마즈 사이언티픽 코리아는 본 문서의 사용과 관련하여 직접 또는 간접적으로 어떠한 손상에 대한 책임을 지지 않습니다.