

Application News

No.M306K

Gas Chromatography Mass Spectrometry

GC-MS를 이용한 보리의 지방산 고속분석

- FAME37의 모든 지방산을 10분만에 분석하여 다검체 처리
- 진공 제거 필요 없는 스마트 EI/CI 이온원의 CI 이온화법으로 피크의 동정확도 향상
- 선속도 일정 모드를 이용하여 FID에 적용 가능

국립연구개발법인 농업·식품 산업기술 종합 연구기구와 Shimadzu는 [음식]의 기능성 성분 해석을 목적으로 한 공동 연구에 의해 농산물이나 식품에 포함되는 기능성 성분의 간편하고 신속, 정확한 분석법 개발을 실시하고 있습니다. 지방산은 영양성분인 동시에 기능성 성분으로 고도불포화지방산과 중성지방산 등이 알려져 있어 곡류, 콩류 등 농산물의 기능성 성분을 한꺼번에 분석할 때는 지방산에도 주목할 필요가 있습니다. 이 자료에서는 FAME37 (Merk Millipore, P/N : CRM48775)에 포함되는 27종의 지방산을 측정 대상으로 보리 중에 존재하는 글리세이드(트리글리세이드, 디글리세이드, 모노글리세이드, 레시틴 등), 유리지방산 스테롤에스테르와 같은 지방산을 고속으로 분석하는 방법을 검토한 결과를 보고합니다.



■ 시료 전처리

보리의 지방산 추출과 유도체화는 나카라이테스크 사의 지방산 메틸화 키트(P/N: 06482-04)를 사용했습니다. (그림. 1) 최종 추출 시약은 사용방법에 기재된 1mL가 아닌 2mL를 사용하였습니다.



그림. 1 지방산메틸화키트

■ 장치 구성과 분석 조건

표. 1에 나타난 바와 같이 본 실험에서는 GCMS-QP2020 NX를 이용하였습니다. 이 시스템은 높은 승온 속도 설정과 고속 Scan 스피드에서도 고감도를 유지하는 ASSP™ 특허기술을 통해 지방산의

고속분석을 가능하게 했습니다.

GC-MS의 분석조건 (표. 2)에서는 제어모드에 선속도 일정모드를 사용해 FID로 이관이 가능합니다. 20000 μ/sec의 고속 Scan을 이용한 Scan/SIM 동시 분석을 사용하는 것으로 기존에 70분 걸리던 분석을 약 10분 만에 완료할 수 있습니다.

표. 1 장치 구성

GC-MS	: GCMS-QP2020 NX
Auto injector	: AOC-20i Plus
Auto sampler	: AOC-20s Plus
Column	: DB-FastFAME (20 m × 0.18 mm I.D., df = 0.20 μm) P/N : G3903-63010
Glass insert	: Inert insert with wool for split

표. 2 분석 조건

GC	
Injection Temp.	: 250 °C
Injection mode	: Split
Split ratio	: 10
Carrier Gas	: He
Control mode	: Constant linear speed (53.4cm/sec)
Column oven Temp.	: 60 °C (1min) - 40 °C/min - 200 °C (3min) - 25 °C/min - 250 °C (1min)
Purge flow rate	: 5 mL/min
Sample injection	: 1μL
MS	
Ion source	: Smart EI/CI ion source
Ion source Temp.	: 230 °C
Interface Temp.	: 250 °C
Ionization	: EI, CI (isobutane)
Measurement mode	: Scan/SIM Simultaneous Measurement (FAAST)
Scan mass range(m/z)	: 35-600 (ASSP High Speed Scan 20000μ/s)

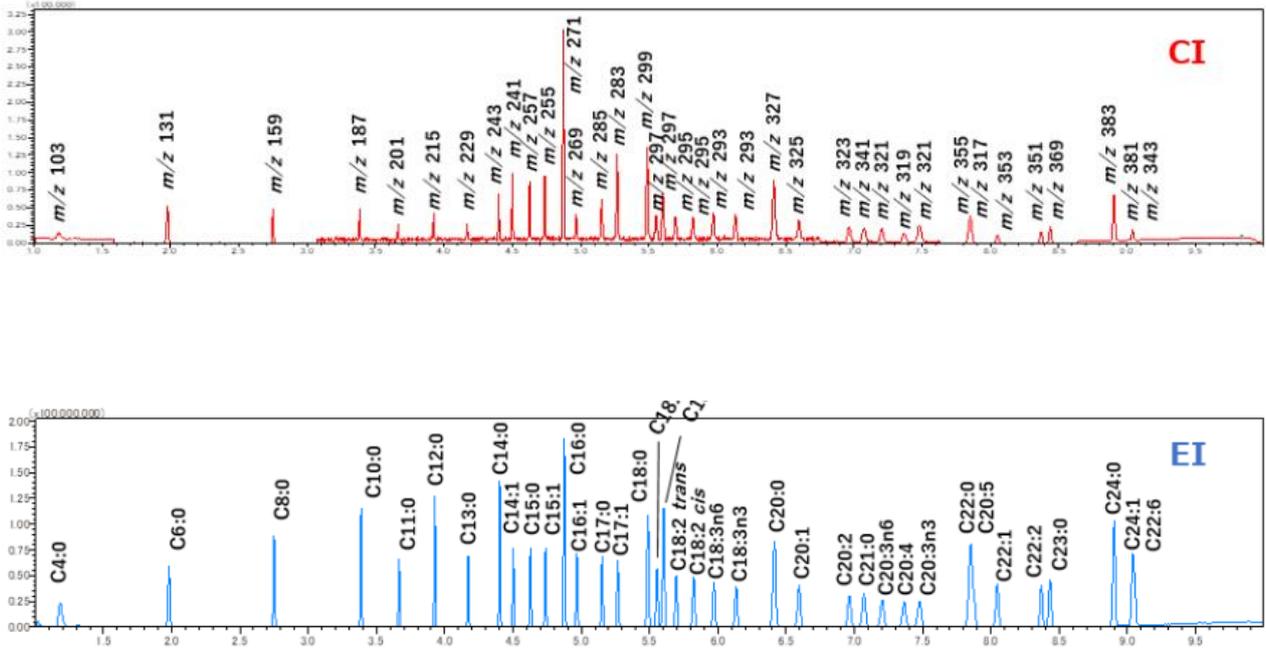


그림. 2 희석한 FAME 37 표준시료(20 µg/mL)를 스마트 EI/CI 이온원으로 측정된 크로마토그램

■ 스마트 EI/CI 이온소스

EI 이온화법으로 측정하면 지방산의 매스 스펙트럼이 유사하기 때문에 동정하기 어려울 수 있습니다. CI 이온화법으로 분자량 m/z를 확인함으로써 피크 동정 정확도를 높일 수 있습니다. 스마트 EI/CI 이온소스는 진공을 떨어뜨리지 않고 동일한 배치 내에서 EI 이온화법과 CI 이온화법으로 측정할 수 있습니다. 스마트 EI/CI 이온원의 CI 이온화법으로 취득한 크로마토그램을 그림. 2(위)에 나타냈습니다.

■ CI 이온화법의 유효성

이웃하는 지방산 피크의 매스 스펙트럼은 아래와 같이 EI 이온화법에서는 유사하지만 CI 이온화법을 이용하여 분자량 m/z를 확인할 수 있으며 동정 가능했습니다.

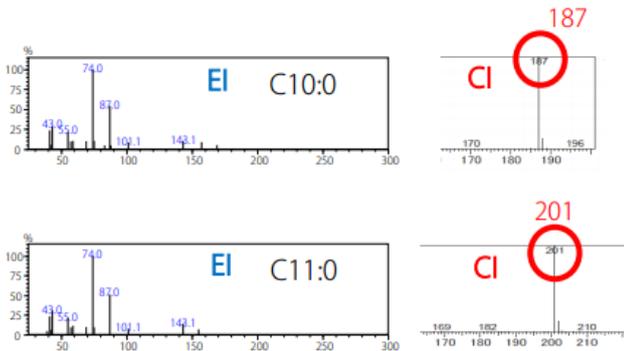


그림. 3 EI와 CI 스펙트럼 비교

■ 검량선

FAME 37의 모든 화합물에 대하여 검량선을 티법으로 제작하였습니다. FAME 37 표준액 중 각 성분의 농도가 동일하지 않아 희석에 의해 제작된 검량선도 화합물별로 농도 범위가 달랐습니다. 아래에 예시를 나타냅니다.

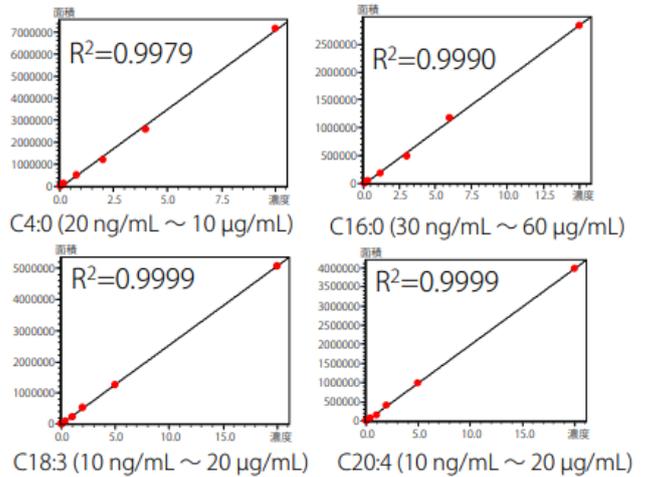


그림. 4 FAME 37의 검량선

■ 결론

GCMS-QP2020NX를 이용하여 지방산 분석법을 개발하였습니다. 개발한 고속분석방법에 따라 보리 48샘플의 정량을 분석하여 품종에 따른 지방산 함유량의 차이 등을 확인하였습니다.