

■ 서론

유기산은 산성을 나타내는 유기 물질이며, 대부분이 카르복실기를 포함하는 이온 화합물이다. 유기산은 식품, 화학, 에너지, 환경 등 다양한 분야에서 사용되고 있으며, 어떤 분야에서는 다성분 동시분석이 필요하다. HPLC를 이용한 유기산 분석의 가장 간단한 방법은 역상 분리-자외선 흡광도 검출법(역상-UV법)이다. 일반적으로 사용되는 ODS 컬럼과 UV 검출기를 조합하여 분석할 수 있지만, 유기산은 일반적으로 높은 극성을 가지기 때문에 ODS 컬럼에 유지되기 어려운 문제로 항상 정확한 정량 결과를 얻을 수 있는 것은 아니다. 또한, 단파장 범위에서 검출되기 때문에, 결과는 시료에 따라 오염물질의 영향도 크다.

Shimadzu Nexera 유기산 분석시스템은 "포스트 컬럼 pH 완충 전기 전도도 검출법(포스트-컬럼 방법)"을 사용한다. 이 방법은 이온배제 크로마토그래피를 이용하여 유기산을 분리한 후, pH 완충용액을 혼합하여 검출 감도를 향상시킨다. 또한, 이동상과 pH 완충용액이 포함된 유기산 분석용 Shimadzu 이동상과 시약키트를 사용하면 반복성이 우수한 결과를 쉽게 얻을 수 있다.

이 뉴스레터에서는 서로 다른 두 가지 유형의 샘플에 대해 비교 분석을 수행하였다. 역상-UV법은 시료에 따라 짧은 시간에 신뢰할 만한 결과를 얻을 수 있었지만, 다양한 시료의 분석에서는 높은 선택성의 포스트-컬럼 방법이 효과적이었다.

A. Tanabe, R. Suzuki

■ 역상-UV 법을 이용한 분석

분석은 역상 분리용 컬럼 Shim-pack™ GIST C18-AQ HP를 사용하였으며, 검출 파장은 210 nm로 설정하여 수행하였다. Shim-pack GIST C18-AQ HP 컬럼은 유기산 및 기타 극성이 높은 화합물의 분리에 적합하며 수성 이동상과 함께 사용할 수 있다. 입자 크기가 작고(3 µm), 날카로운 피크를 얻을 수 있는 것이 두드러진 특징이다. 그림 1은 표준혼합물의 크로마토그램이며, 분석 조건은 표 1과 같다.

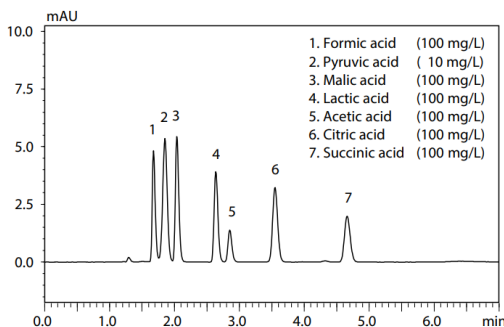


그림 1. 표준혼합물의 크로마토그램 (역상-UV법)

표 1. 분석 조건 (역상-UV법)

System	: Nexera Series
Column	: Shim-pack GIST C18-AQ HP (250 mm x 3.0 mm I.D., 3 µm)*1
Mobile phase	: 10 mmol/L (Sodium) phosphate buffer (pH 2.6)
Flow rate	: 1.0 mL/min
Column Temp.	: 40 °C
Injection volume	: 4 µL
Vial	: 1.5 mL, IC, Polypropylene (manufactured by Shimadzu GLC Ltd.)*2
Detection	: UV 210 nm

*1: P/N S227-30766-06, *2: P/N GLC-IVS-100

■ Nexera 유기산 분석 시스템을 이용한 분석

이 분석은 이온배제 크로마토그래피를 위해 두개의 Shim-pack SCR-102H 컬럼을 직렬로 연결하여 포스트-컬럼 방법으로 수행하였다. 그림 2는 표준 혼합물의 크로마토그램이며, 분석 조건은 표 2와 같다.

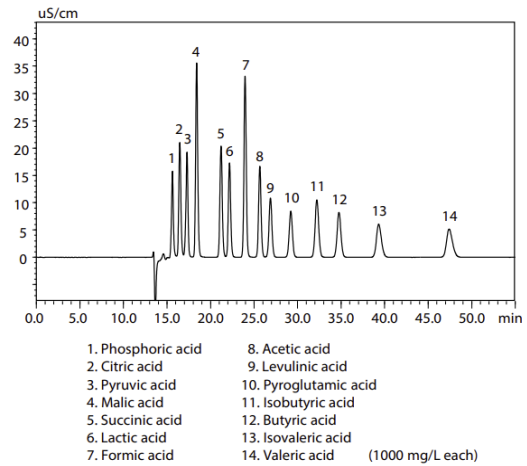


그림 2. 표준혼합물의 크로마토그램 (Nexera 유기산 분석 시스템)

표 2. 분석 조건 (Nexera 유기산 분석 시스템)

System	: Nexera organic acid analysis system
Column	: Shim-pack SCR-102H (300 mm x 8.0 mm I.D., 7 µm)*3 x2
Guard column	: Guard column SCR-102H (50 mm x 6.0 mm I.D.)*4
Mobile phase	: 5 mmol/L p-Toluenesulfonic acid*5
Flow rate	: 1.0 mL/min
pH Buffering solution	: 5 mmol/L p-Toluenesulfonic acid, 20 mmol/L Bis-tris, 0.1 mmol/L EDTA*5
Mixer	: Piping unit J*6
Column Temp.	: 40 °C
Injection volume	: 10 µL
Vial	: 1.5 mL, IC, Polypropylene (manufactured by Shimadzu GLC Ltd.)
Detection	: Conductivity detector

*3: P/N S228-17893-91, *4: P/N S228-17924-91, *5: P/N S228-61465-91, *6: P/N S228-21747-91

■ 시료 1: 스포츠 음료의 분석

스포츠 음료를 물로 10 배 희석한 후, 2 가지 방법으로 분석을 수행하였다. 그림 3은 역상-UV법으로 분석한 크로마토그램이며, 그림 4는 Nexera 유기산 분석 시스템으로 분석한 크로마토그램이다.

상대적으로 오염물질이 거의 없는 스포츠 음료와 같은 시료에서는 역상-UV법과 Nexera 유기산 분석시스템으로 분석한 결과 모두 만족스러운 분리 및 선택성을 얻을 수 있었다. 이러한 경우, Nexera 유기산 분석 시스템에 비해 분석 시간이 짧은 역상-UV법을 사용하여 고속 분석을 수행할 수 있다.

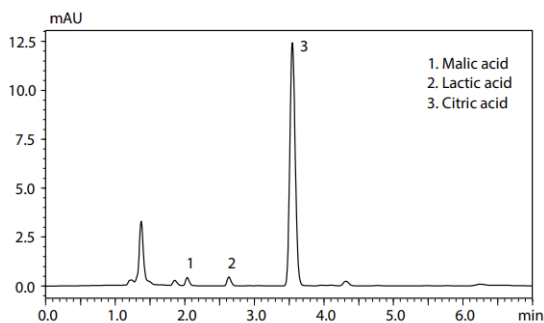


그림 3. 스포츠 음료의 크로마토그램 (역상-UV법)

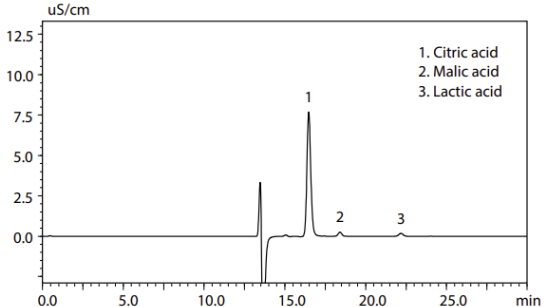


그림 4. 스포츠 음료의 크로마토그램 (Nexera 유기산 분석 시스템)

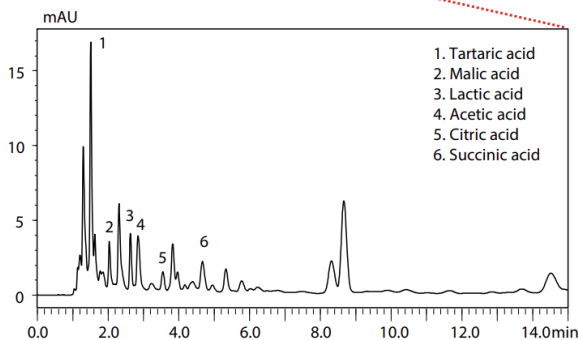
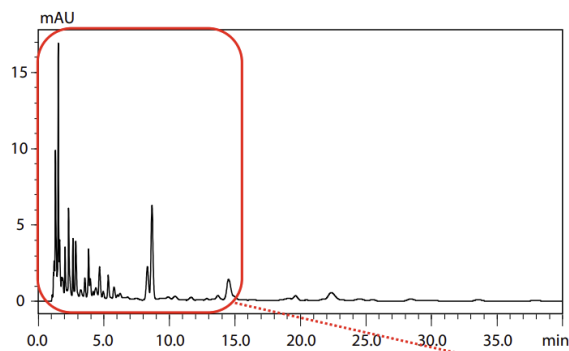


그림 5. 레드 와인의 크로마토그램 (역상-UV법; 위: 전체 크로마토그램, 아래: 확대 크로마토그램)

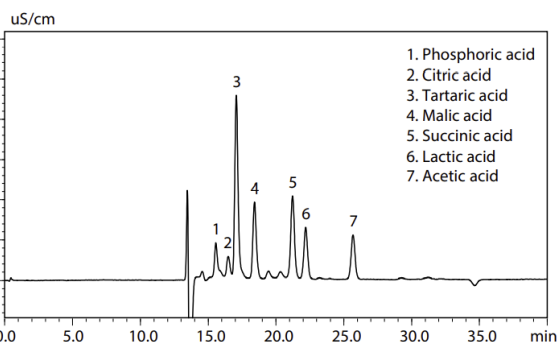


그림 6. 레드 와인의 크로마토그램 (Nexera 유기산 분석 시스템)

■ 시료 2: 레드 와인의 분석

다음으로, 시판되는 레드 와인을 물로 10 배 희석하여 2 가지 방법으로 시료를 분석하였다. 그림 5와 그림 6은 각각 역상-UV법과 Nexera 유기산 분석 시스템에 의해 분석된 크로마토그램이다.

그림 5와 같이 역상-UV법으로 레드 와인을 분석한 결과, 오염물질에서 유래한 피크가 다수 검출되었다. 이러한 피크들은 분리가 좋지 않고, 오식별을 유발하기 때문에 분석 결과의 신뢰성이 저하된다. 또한, 이동상에 유기용매가 포함되어 있지 않기 때문에 강하게 유지되는 소수성 화합물이 분석 시간을 더 길게 만들 수 있다. 즉, 이러한 화합물은 다음 분석의 분리에 영향을 미칠 수 있다.

이에 반해 Nexera 유기산 분석시스템은 오염물질의 영향을 받지 않았으며, 그림 6과 같이 선택성이 높은 결과를 얻었다. 따라서 레드 와인 등 오염물질이 많이 함유된 시료를 분석할 때 Nexera 유기산 분석 시스템을 이용하면 최대한 짧은 시간에 신뢰성이 높은 결과를 얻을 수 있다.

■ 결론

역상-UV법과 Nexera 유기산 분석 시스템을 이용한 포스트-컬럼 방법을 이용하여 동일한 시료에 대해 비교 평가를 수행하였다. 어떤 시료는 역상-UV법으로 분석할 수 있으나, 또 다른 시료는 Nexera 유기산 분석 시스템(포스트-컬럼 방법)이 필요하기 때문에 결과적으로, 시료에 따라 두가지 방법 중 적절한 선택이 이루어져야 신뢰할 수 있는 결과를 얻을 수 있다.

Nexera and Shim-pack are trademarks of Shimadzu Corporation in Japan and/or other countries.

No. L578K



Shimadzu Corporation

www.shimadzu.com/an/

Shimadzu Scientific Korea

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 © 2022 SHIMADZU group. All rights reserved.