

Application News

No. 01-00330-K

LCMS-2050 High Performance Liquid Chromatograph Mass Spectrometer

단일 사중극자 질량분석기를 이용한 무설탕 음료 내 당 동시분석

Simultaneous Analysis of Saccharides in Non-sugar Beverages Using Single Quadrupole Mass spectrometer

사용자 이점

- ◆ LCMS-2050은 시차 굴절률 검출기 또는 증기화 광산란 검출기보다 더 높은 선택성과 감도로 당류를 검출할 수 있다.
- ◆ 분석은 매트릭스의 영향을 받지 않으므로 미량의 당류를 동시에 측정할 수 있다.

■ 서론

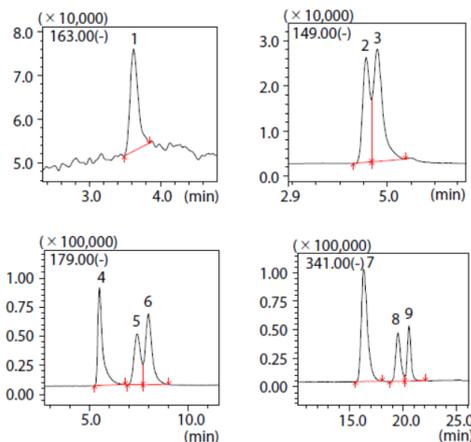
2015년 세계보건기구(WHO)는 일일 설탕 섭취량을 25 g 이하로 유지해야 한다는 가이드라인을 발표했다.¹⁾ 일본 소비자청의 식품표시기준에서 정하는 기준치를 따르면 음료 100 mL 당 당류가 0.5 g 미만인 경우, 음료에 “non-sugar” 또는 “sugar free” 로 표시할 수 있다.

설탕은 일반적으로 굴절률 검출기 또는 증기화 광산란 검출기를 사용하여 검출하는데, 이는 이러한 화합물이 UV 흡수를 거의 또는 전혀 하지 않기 때문이다. 그러나 무설탕 음료와 같이 당 농도가 매우 낮은 경우에는 선택성과 감도가 높은 질량 분석기가 더 효과적이다.

본 뉴스레터는 친수성 상호작용 액체크로마토그래피(HILIC)로 분리하고, 단일 사중극자 질량분석기 LCMS-2050으로 검출한 무설탕 음료 내 당류 분석을 소개한다.

■ 혼합표준액의 분석

대상화합물은 단당류와 이당류를 모두 포함하는 9 종의 당류이다. 그림 1은 9 종 당류의 혼합표준용액(각각 0.5 mg/L, 75 % 아세토니트릴 용액으로 조제)의 크로마토그램을 나타낸 것이다. 표 1 및 2에 분석 조건을 내었으며, 농도구배 용출법으로 약 22분 만에 9종 당류를 모두 용출시켰다.



■ Peaks 1. Rhamnose, 2. Arabinose, 3. Xylose, 4. Fructose, 5. Galactose, 6. Glucose, 7. Sucrose, 8. Lactose, 9. Maltose

그림 1. 혼합표준용액의 크로마토그램 (각 0.5 mg/L)

표 1. HPLC 분석 조건

System	: Nexera™ XR
Column	: Shodex HILICpak VG-50 2D (150 mm x 2.0 mm I.D., 5 μm)
Flow rate	: 0.2 mL/min
Mobile phase	: A) 2.5 mmol/L Ammonium bicarbonate aq. B) 25 mmol/L Ammonium bicarbonate aq. /Acetonitrile=10:90
Time program	: 99 %B (0-11 min) -> 77 %B (23-27 min) -> 99 %B (27.1-38 min)
Mixer	: 180 μL
Column Temp.	: 45 ° C
Injection Volume	: 1 μL
Vial	: SHIMADZU LabTotal™ for LC 1.5 mL, Glass*1

*1 P/N: 227-34001-01

표 2. MS 분석 조건

Ionization	: ESI/APCI (DUIS™), Negative mode
Mode	: SIM (m/z 149, 163, 179, 341)
Nebulizing Gas Flow	: 3.0 L/min
Drying Gas Flow	: 5.0 L/min
Heating Gas Flow	: 7.0 L/min
Desolvation Temp.	: 400 ° C
DL Temp.	: 150 ° C
Interface Voltage	: -2.0 kV

■ 반복성

표 3은 각각의 0.5 mg/L 혼합표준용액에 대한 6 회 반복분석에서의 머무름시간과 피크면적의 반복성(%RSD)을 나타낸 것이다.

표 3. 6 회 반복 분석에서의 반복성 (%RSD)

성분명	머무름시간	피크 면적
Rhamnose	0.44	4.71
Arabinose	0.43	3.35
Xylose	0.49	3.42
Fructose	0.52	2.46
Galactose	0.53	2.60
Glucose	0.61	1.90
Sucrose	0.37	3.40
Lactose	0.16	2.09
Maltose	0.14	2.21

■ 검정곡선

9종 대상화합물에 대한 검정곡선은 결정계수(r^2) 0.998 이상으로 우수한 선형성을 나타내었다. 그림 2에 rhamnose와 arabinose의 검정곡선을 나타내었으며, 표 4는 모든 대상화합물에 대한 검정곡선 농도 범위 및 결정 계수를 나타낸 것이다.

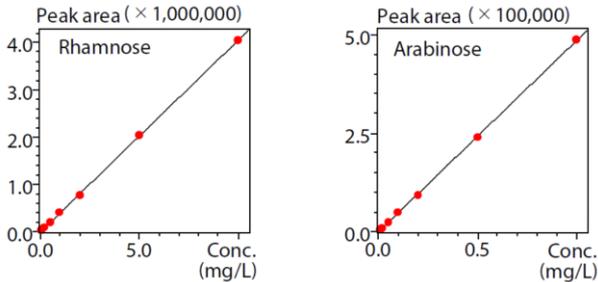


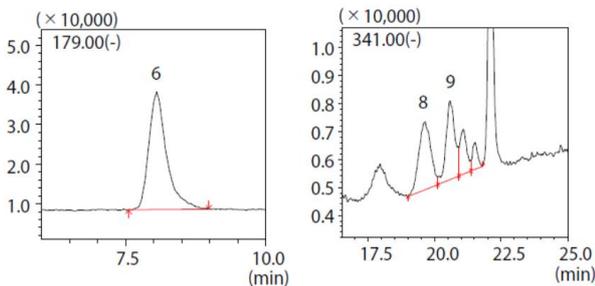
그림 2. Rhamnose와 Arabinose의 검정곡선

표 4. 검정곡선의 농도범위와 결정계수 (r^2)

성분명	m/z	농도 범위 (mg/L)	R ²
Rhamnose	163	0.05-10	0.999
Arabinose	149	0.01-1	0.999
Xylose	149	0.01-1	0.999
Fructose	179	0.005-1	0.998
Galactose	179	0.01-1	0.998
Glucose	179	0.01-1	0.998
Sucrose	341	0.005-1	0.999
Lactose	341	0.01-1	0.999
Maltose	341	0.01-1	0.999

■ 무설탕 음료의 분석

시판 중인 탄산을 함유한 4종의 무설탕 음료를 5분 동안 탈기하고, 0.2 μm 멤브레인 필터를 이용하여 여과하였다. 그 다음, 여과액을 HPLC 분석 전에 75% 아세트니트릴 용액으로 1000배 희석하였다. 무설탕 음료 A의 크로마토그램은 그림 3과 같으며, 농도 및 함량은 표 5와 같다. 각 음료의 당류 함량은 0.5 g/100 mL 미만이었다.



* Peaks 6. Glucose, 8. Lactose, 9. Maltose

그림 3. 무설탕 음료 A의 크로마토그램

표 5. 농도 및 함량

성분명	농도*2 (mg/L)			
	A	B	C	D
Fructose	n.d.	n.d.	n.d.	0.021
Glucose	0.228	0.225	0.100	0.017
Lactose	0.028	0.033	n.d.	n.d.
Maltose	0.031	0.028	n.d.	n.d.
Total	0.287	0.286	0.100	0.038
함량 (g/100 mL)				
	A	B	C	D
Total	0.029	0.029	0.010	0.004

*2 n.d.: not detected

■ 회수율

샘플 전처리 후, 4개의 시료에 9종 당류표준물을 첨가하여 각각의 농도가 0.5 mg/L가 되도록 하여 회수율 분석을 수행하였다. 표 6은 각 화합물의 회수율을 나타낸 것으로, 모든 화합물에 대해 우수한 결과 (90 ~ 110% 이내)를 얻었기 때문에 매질의 존재 하에서도 정확한 분석이 가능함을 확인할 수 있었다.

표 6. 회수율 (%)

성분명	회수율 (%)			
	A	B	C	D
Rhamnose	107.4	105.8	102.0	99.1
Arabinose	101.3	99.7	102.6	112.1
Xylose	96.8	99.0	103.2	105.5
Fructose	100.0	99.2	100.7	107.8
Galactose	96.0	100.4	103.2	109.6
Glucose	90.7	89.9	94.3	105.0
Sucrose	104.8	103.4	103.6	104.4
Lactose	105.6	100.5	102.7	105.0
Maltose	104.3	105.3	103.4	108.0

■ 결론

단일 사중극자 질량분석기를 이용하여 당류의 미량 측정이 가능하였다. LCMS-2050은 무설탕 음료에 대한 연구를 포함하여 식품 공학의 연구 및 개발에 기여할 것으로 기대된다.

References

- 1) Guideline: Sugars Intake for Adults and Children. Geneva: World Health Organization; 2015.
- 2) Cabinet Office Ordinance No. 10. Food labelling standards. Japan: Consumer affairs agency; 2015.



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.