

Application News

No. 01-00906-ENK

GC-MS HS-20 NX/GCMS-QP2050

Headspace GC-MS를 이용한 가공식품 중 퓨란 및 알킬퓨란 정량분석

Quantitative Analysis of Furan and Alkylfurans in Processed Food Using Headspace GC-MS

사용자 활용 포인트

- ◆ 장비의 공간 절약형 디자인으로 설치 공간을 최소화할 수 있다.
- ◆ 내구성과 유지보수 편의성을 고려해 설계된 DuraEase 이온 소스를 사용하여, 장비의 유지보수를 용이하게 한다.
- ◆ HS-20 NX 헤드스페이스 샘플러는 시료 전처리를 자동화하여 생산성과 재현성을 향상시킨다.

■ 서론

퓨란(Furan)과 알킬퓨란(Alkylfuran)은 5원자 고리 구조를 가진 방향족 화합물이다. 가공식품에서 검출될 수 있는 물질로 알려진 퓨란 및 2-메틸퓨란(2-methylfuran), 3-메틸퓨란(3-methylfuran), 2,5-다이메틸퓨란(2,5-dimethylfuran) 등 일부 알킬퓨란은 식품의 가열 중 여러 반응 경로를 통해 생성되며, 일부 국가에서 이 물질들은 인체 건강 위해성이 있다고 평가하고 있다.¹⁾ 현재까지 퓨란이나 알킬퓨란에 대해 식품 중 허용 기준을 설정한 국가는 없지만 식품 가공과정에서 비의도적으로 생성되는 유해물질이기 때문에, 이에 대한 분석의 중요성이 점점 커지고 있다. 본 뉴스레터에서는 시중에 유통되는 가공식품을 대상으로 퓨란 및 알킬퓨란 함량을 측정하는 방법을 소개하고자 한다.

■ 분석 장비

GCMS-QP2050 가스 크로마토그래프-질량분석기는 설치 공간을 최소화할 수 있도록 공간 절약형 디자인으로 설계되었으며, 내구성과 유지보수 편의성을 고려해 개발된 DuraEase 이온 소스를 사용하여 장비의 유지보수를 용이하게 할 수 있도록 구성되어 있다. 또한, HS-20 NX 헤드스페이스 샘플러와 결합하여 복잡한 전처리 없이 가공식품 내 퓨란 및 알킬퓨란 함량을 간편하고 정확하게 측정할 수 있다.

■ 표준물질 준비

분석 대상 물질은 퓨란, 2-메틸퓨란, 3-메틸퓨란, 2-에틸퓨란, 2,5-다이메틸퓨란 및 2,3-다이메틸퓨란으로 총 6가지 화합물을 선정하였다. 검정곡선을 그리기 위한 표준물질은 NaCl 4 g, 증류수 10 mL, 그리고 6가지 화합물을 메탄올에 희석하여 만든 혼합표준물질을 섞어 최종적으로 각 농도가 20, 50, 100, 500, 1,000, 2,000, 5,000, 10,000, 20,000, 50,000 µg/kg 이 되도록 제조하였다.

■ 미지 샘플 전처리

분석을 위해 20 mL 헤드스페이스 바이알에 NaCl 4 g, 증류수 9 mL 그리고 균질화한 샘플 1 g을 넣고 혼합하였다. 샘플의 매트릭스의 효과를 확인하기 위해 외부 표준법과 표준물 첨가법을 모두 사용하여 측정을 수행하였다. 표준물 첨가법에 사용할 샘플은 앞의 동일한 전처리 과정을 한 샘플에 혼합표준물질을 추가하여 혼합하였다. 각 샘플별 추가한 농도는 커피의 경우 14,000, 35,000 µg/kg, 이유식은 2,000, 5,000 µg/kg, 통조림 고등어는 20,000, 50,000 µg/kg 이다.

■ 헤드스페이스 GC-MS 분석 조건

표준물질과 샘플 중 분석물질의 함량은 헤드스페이스 GC-MS로 측정하였다. 분석 조건은 표 1과 표 2에 나타냈다. 열처리 과정에서 식품 내 퓨란 및 알킬퓨란 함량이 증가 될 수 있다는 우려에 따라, 본 연구에서는 함량 증가에 영향을 미치지 않는 것으로 보고된 헤드스페이스 가열 조건(60 °C, 15 분)으로 설정하여 분석하였다.²⁾



그림 1. HS-20 NX + GCMS-QP2050

표 1. 장비 구성 및 분석 조건

HS-20 NX	
Oven Temp.	: 60 °C (15 min)
Sample Line Temp.	: 150 °C
Transfer Line Temp.	: 150 °C
Vial Stirring	: OFF
Vial pressurization Time	: 1.0 min
Pressure Equilib. Time	: 0.1 min
Loading Time	: 0.5 min
Load Equilib. Time	: 0.1 min
Injection Time	: 1.0 min
Needle Flush Time	: 5.0 min
Vial Pressure	: 100 kPa (N ₂)
Injection Volume	: 1.0 mL
GCMS-QP2050	
Injection Mode	: Split
Split ratio	: 5
Carrier Gas	: He
Carrier Gas Control	: Constant Linear Velocity (30 cm/sec)
Column	: SH-I-5MS (P/N 227-36025-03) (60 m X 0.32 mm I.D., 1.0 µm)
Column Temp.	: 50 °C(3 min) - 10 °C/min - 110 °C - 20 °C/min - 200 °C (5 min)
Ion Source Temp.	: 200 °C
Interface Temp.	: 250 °C
Mode	: SIM (표 2)
Event Time	: 0.3 s
TMP Evacuation Rate	: 255 L/sec

표 2. SIM 조건

분석물질	m/z
퓨란	68, 39
2-메틸퓨란	82, 81, 53
3-메틸퓨란	82, 81, 53
2-에틸퓨란	96, 81, 53
2,5-다이메틸퓨란	96, 95, 53
2,3-다이메틸퓨란	96, 95, 81

■ 표준물질 분석 결과

그림 2는 표준물질을 헤드스페이스로 전처리(60 °C, 15 분) 후 GC-MS로 분석한 결과이다. 분석 결과, 6가지 물질 모두 좋은 선택성과 분리도 그리고 우수한 직선성을 보였다. 예시로 퓨란의 검정곡선을 그림 3에 나타냈다.

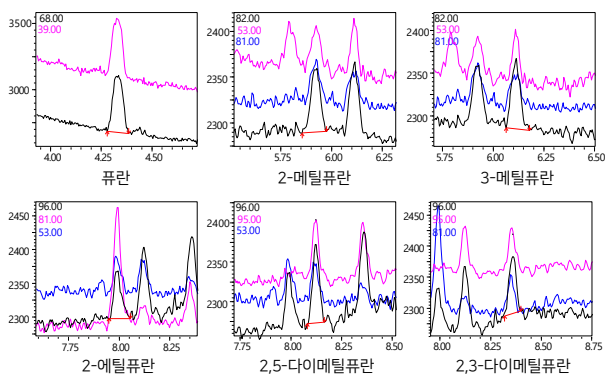


그림 2. 표준물질(20 µg/kg) SIM 크로마토그램

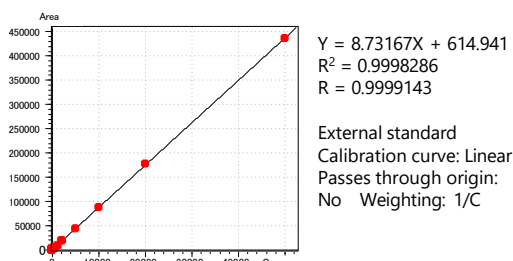


그림 3. 퓨란의 검정곡선 (20- 50,000 µg/kg)

검정곡선의 최저농도(20 µg/kg)에서 피크 면적의 반복성 (n=5)을 확인한 결과, 6가지 화합물에 대해 %RSD가 10% 이하로 나타났다(표 3).

표 3. 피크 면적 반복성 (%RSD)

분석물질	m/z	1	2	3	4	5	Mean	RSD (%)
퓨란	68	1,508	1,520	1,501	1,468	1,480	1,495	1.4
2-메틸퓨란	82	233	204	213	254	229	227	8.5
3-메틸퓨란	82	249	259	275	244	224	250	7.5
2-에틸퓨란	96	181	164	139	165	157	161	9.4
2,5-다이메틸퓨란	96	234	214	217	244	238	229	5.8
2,3-다이메틸퓨란	96	223	198	217	210	231	216	5.8

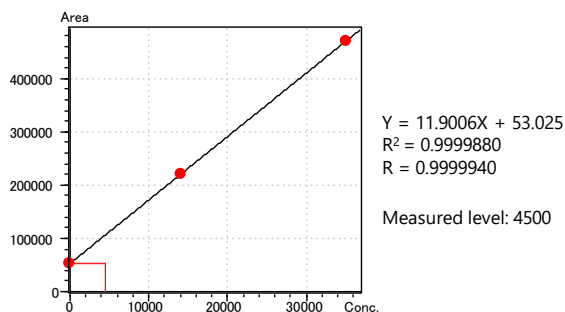


그림 4. 표준물 첨가법으로 분석한 커피 샘플의 3-메틸퓨란 검정곡선

■ 식품 분석 결과

커피, 이유식, 통조림 고등어 3종 샘플에 대해 표준물 첨가법과 외부 표준법을 적용한 정량 분석 결과는 표 4 - 6에 나타났다. 샘플에 2가지 다른 농도의 표준물질을 첨가하여 분석하였고, 그림 4에는 표준물 첨가법으로 얻어진 커피 A의 3-메틸퓨란 검정곡선을 보여준다. 분석 결과 커피 시료에서는 외부 표준법과 표준물 첨가법 결과가 거의 일치하였으나, 이유식 및 통조림 고등어의 경우 큰 차이를 보였다. 이로 인해 중수소로 치환된 내부표준물질을 사용하지 않는다면, 정확한 정량 결과를 얻기 위해서 표준물 첨가법 사용이 권장된다.

표 4. 커피 정량분석 결과 (µg/kg)

분석물질	커피 A		커피 B	
	표준물 첨가법	외부 표준법	표준물 첨가법	외부 표준법
퓨란	56,000	54,000	60,000	64,000
2-메틸퓨란	140,000	130,000	100,000	120,000
3-메틸퓨란	4,500	4,500	4,400	4,500
2-에틸퓨란	460	620	340	500
2,5-다이메틸퓨란	3,400	3,500	2,700	2,800
2,3-다이메틸퓨란	-	-	-	-

표 5. 이유식 정량분석 결과 (µg/kg)

분석물질	이유식 A		이유식 B	
	표준물 첨가법	외부 표준법	표준물 첨가법	외부 표준법
퓨란	10,000	7,800	71,000	32,000
2-메틸퓨란	330	260	1,500	1,200
3-메틸퓨란	160	140	910	750
2-에틸퓨란	1,000	760	450	360
2,5-다이메틸퓨란	-	-	350	270
2,3-다이메틸퓨란	-	-	-	-

표 6. 통조림 고등어 정량분석 결과 (µg/kg)

분석물질	통조림 고등어 A		통조림 고등어 B	
	표준물 첨가법	외부 표준법	표준물 첨가법	외부 표준법
퓨란	130,000	99,000	200,000	120,000
2-메틸퓨란	19,000	8,400	41,000	15,000
3-메틸퓨란	2,600	920	4,000	1,400
2-에틸퓨란	88,000	31,000	650,000	110,000
2,5-다이메틸퓨란	610	76	330	75
2,3-다이메틸퓨란	570	38	180	44

■ 결론

본 뉴스레터에서는 헤드스페이스 GC-MS 분석을 이용해 가공식품 내 퓨란 및 알킬퓨란 함량을 측정하였다. 표준물질 분석 결과, 분리도, 검정곡선의 직선성, 반복성 모두 우수함을 확인하였다. 또한 식품 샘플을 분석해 외부 표준법과 표준물 첨가법에 의한 결과를 비교한 결과, 샘플의 종류에 따라 매트릭스 효과가 다를 수 있었다.

■ Reference

- Food Safety Commission, Alkylfuran Fact Sheet: https://www.fsc.go.jp/sonota/kikansi/25gou/25gou_3.pdf
- Japan Food Research Laboratories, Motoki Ogiso et al.: Development for the Simultaneous Analytical Method of Furan and Alkyl Furans in Processed Foods, Food Hygiene and Safety Science, 64, 1, p29-33 (2023)