

영인 Lab.Highlight

특별기획

생산성 향상을 위한 실험실 기술혁신(4)
LC/MS/MS 솔루션-2
(Q-TOF LC/MS/MS)

초청 칼럼

은총이라 여겨지는 인연들

스페셜 칼럼

SBSE-GC/MS를 이용한 막걸리 중의
E,E-farnesol과 squalene 분석법

최신 분석 동향

깨끗한 물,
성공적인 실험에 필수입니다.

세계 첨단 기업

컴퓨터 옆에 놓고 쓰는
탁상형 NMR 전문기업,
Nanalysis

64호

2014년 6월 발행

동영상을 보면서 따라하는 기기 유지 관리

영인과학 유튜브를
클릭해 보세요.

영인과학 유튜브에는 GC, HPLC, 순수/초순수 제조장치 등
기기의 유지 관리법을 동영상으로 보실 수 있습니다.
매월 2개의 동영상 자료가 업데이트되고 있습니다.
동영상을 보면서 쉽고 간단하게 유지관리방법을
따라해 보세요.

기기 유지 관리,
스스로 간단하게
할 수 있는
방법은 없을까?

Youngin Sci님이 동영상을 업로드했습니다.

[영인과학] 초순수제조장치 필터 교체하기
2주 간 · 조회수 6회
영인과학 초순수제조장치(AquaMAX Ultra 370 Series) 필터 교체방법을 알려드립니다.

Youngin Sci님이 동영상을 업로드했습니다.

[영인과학] 순수제조장치 필터 교체하기
2주 간 · 조회수 10회
영인과학 순수제조장치(AquaMAX Basic 360 Series) 필터 교체방법을 알려드립니다.

Youngin Sci님이 동영상을 업로드했습니다.

[영인과학] HPLC pump seal 교체하기
1개월 간 · 조회수 20회
HPLC pump seal을 교체하는 방법을 알려드립니다.

Youngin Sci님이 동영상을 업로드했습니다.

[영인과학] HPLC pump frit 교체하기
1개월 간 · 조회수 9회
HPLC pump frit을 교체하는 방법을 알려드립니다.

Youngin Sci님이 동영상을 업로드했습니다.

[HD] [영인과학] GC column에 nut, ferrule 고정하기
2개월 간 · 조회수 36회
GC column에 nut와 ferrule을 고정하는 방법을 알려드립니다.



C o n t e n t s



04

초청 칼럼

은총이라 여겨지는 인연들



09

스페셜 칼럼

SBSE-GC/MS를 이용한 막걸리 중의 E,E-farnesol과 squalene 분석법



14

특별 기획

생산성 향상을 위한 실험실 기술혁신(4)
LC/MS/MS 솔루션-2
(Q-TOF LC/MS/MS)



18

최신 분석 동향

깨끗한 물,
성공적인 실험에 필수입니다.



20

식품

110가지 미량 잔류농약의 다성분 동시 분석

23

식품

시료전처리 자동화 시스템을
활용한 시금치 중 잔류농약 분석



26

방사선

섬광검출기를 이용한 전하를 띤 입자의 검출

28

임상

체액을 이용한 세포병리 검사

30

화학

탁상형 NMR Spectrometer를 이용한
pK_a(산해리상수)측정

33

차별화된 고객지원 프로그램(VII)

세미나

34

Service Note

HPLC 소모품 점검 및 교체 주기

36

세계 첨단 기업

컴퓨터 옆에 놓고 쓰는
탁상형 NMR 전문기업, Nanalysis

38

Product Story

40

분석 데이터 들여다보기

휘발성/중간휘발성 유기화합물 분석

41

영인 계열사 소식

52

Young In News

54

독자카드

55

생활의 심포

영인 Lab.Highlight 64호에 게재된 글과 사진의 무단 복제를 금합니다.



Facebook



Twitter



YouTube

은총이라 여겨지는 인연들



글 | 이종해 박사
한국표준과학연구원 책임연구원
신기술인증위원회 위원장(원자력분야)
전 한국표준과학연구원 무기분석그룹장
전 한국표준과학연구원 측정보증센터장
전 한국분석과학회 회장

세월호 사건으로 인하여 온 나라가 엄청난 충격으로 휩싸여 있는 즈음, 영인과학으로부터 원고 청탁에 관한 전화를 받고 잠시 망설였습니다. 한국과학기술 발전에 기여한 원로과학자들이 젊은 연구원 시절을 회고하는 글에 대한 청탁이었는데, 많은 부분에서 원로라는 위치를 새삼 부끄럽게 생각하고 있는 시점에 받은 제안이었기 때문입니다. 사고의 이유가 너무나 황당하고 후진적인 상황에 기인됐고, 정부의 사고 수습과정에 많은 문제점이 노출되면서 아직 어른들로부터 보호받아야 할 어린 학생들의 희생 규모가 너무나 크다는 사실에 대한민국의 기성세대로서 자신도 비판을 받아야 한다고 생각하고 있었습니다. 하지만 사건의 책임도 중요하지만 유사한 사건의 재발 방지를 위한 노력도 필요하다고 생각하여, 지난 시절의 일을 더듬어 그 동안 후시 미진하고 부족했던 나의 모습에서 우리의 현실을 투영해 보며 미래의 희망적인 화두를 얻을 수 있겠지 하면서 이야기를 시작하고자 합니다. 오래 전부터 책장 구석에 가지런히 꽂혀있던 사진첩에 정리된 지난 사진들을 뒤척이면서...

이야기는 먼저 '어떠한 계기나 인연으로 화학의 산(?)을 등산하게 되었는데?'에서 시작해 볼까 합니다. 보수적인 집안 어른들의 권유로 이과를 선택하여 화학과에 입학했지만 문과 쪽에 관심이 많았던 필자는 연극동아리에 가입하여 젊은 시절 화학의 깊이를 탐구하기 보다는 현실적인 삶을 고뇌하면서 인생의 의미를 연극을 통해서 얻고자 많은 시간을 할애하고 있었습니다. 결국 이러한 시간은 부실한 학점으로 귀결되면서 현실적인 고민이 시작되었지요. 하지만 지금도 대학시절의 나로 되돌아간다면 역시 연극을 할 것이라 생각합니다. 왜냐하면 나름 열심히 그리고 행복하게 연극의 산을 휘저으면서 젊음을 만끽하였다고 자부하기 때문이지요. 이러한 열정은 후일 연구를 하면서 나 자신도 놀라울 정도로 몰입할 수 있는 계기가 되었다고 생각합니다.

학문의 시작

모교 대학교에는 외부의 화학분석의뢰를 받아서 측정결과를 제공하는 화학분석실이 있었는데, 현재 한국과학기술원(KIST) 전신인 금속연료연구소에서 근무하시던 차기원교수님과 임형빈선생님이 계셨습니다. 저는 아주 우연한 기회(첫 번째 인연으로 생각합니다.)에 임선생님의 추천으로 분석화학을 공부하게 되었습니다. 금속연료연구소의 많은 연구원들은 지금은 기억 속에서 사라진 상동광산의 분석실에서 근무하시던 분들이었습니다.

상동광산에서 생산된 텅스텐은 미국으로 전량 수출하였기 때문에 그 곳에서 근무하시던 분들은 미국에서 사용하는 최신의 분석기술을 보유하고 계셨고, 이 분들로부터 분석화학의 기본인 습식분석을 공부할 수 있었습니다. 자연스럽게 습식분석이 많이 요구되는 희귀금속의 회수에 관한 연구를 경험하였고, 학위 논문도 모나자이트 광물로부터 우라늄, 토륨 및 희토류 원소(Rare Earth) 분리



분석화학연구실 시절 동료들과 함께

및 회수에 관한 내용으로 준비하였습니다. 광물로부터 주요 원소를 분리하기 위해서는 여러 단계를 거쳐야 하므로 많은 시간이 소요되었기 때문에 실험실 한쪽 구석에 간이 침대를 비치해 놓고 연구에 매진하였던 기억이 새록새록 납니다. 이것은 연극에 매진하던 열정(?)이 반영된 모습이라 여겨지는군요.

첨단전지 개발

학위를 마치면서 두 번째 인연으로 1985년부터 한국표준과학연구원에서 근무하게 되었습니다. 미국에서 첨단전지의 연구 개발 경험이 많으신 강홍렬박사님은 자원이 부족한 우리나라에서 전지 산업이 향후 중요한 산업으로 대두될 것이라고 생각하시어 전지연구소 설립을 목표로 전지 연구에 필수적인 전기화학 뿐만 아니라, 화학공학, 금속공학 및 분석화학의 박사급 연구원을 채용하셨고, 설립하신 전기화학연구소에서 그 시절 한국에서는 생소한 리튬 전지와 첨단 군용 전지를 연구하기 시작하였습니다.

당시 전지 연구는 특성상 측정표준과는 색다른 분야였기에 외부의 수탁연구비를 수주하여 연구를 수행하게 되었는데, 군수용 첨단 전지(미사일용 산화은 전지 등)와 민수용 리튬 전지(야광 낚시찌용 불소탄소 및 대단위 주거설비 열량계용 산화구리 등)를 개발하는 연구에서 전지 개발의 경험이 없던 필자로서는 쉽지 않은 도전이었습니다. 개발 초기에는 음극과 양극을 따로 제조한 다음 모의전지 용기에 넣고 전해질을 주입하는 등 각각의 전지를 하나씩 조립하여 성능시험을 수행하였고, 고체와 액체 계면의 전기화학반응을 완전히 이해하지 못한 상황에서 시험 결과를 검토할 때 일관성 없는 결론에 도달하는 경우가 많았기 때문입니다. 다양한 상황에서 시행착오를 경험하며 전지 개발에 매진한 결과, 리튬/산화구리 전지를 실험실적으로 완성하게 되었습니다.



한국표준과학연구원 뉴튼 사파나무 앞에서 전기화학연구소 직원들과 함께

분리분석 연구

5년간 전기화학실에서 전지 개발 과제를 수행하던 중, 한국과학재단이 지원하는 Postdoctoral 프로그램에 선발되었고, 1990년 3월에 세 번째 인연인 미국 텍사스텍 대학교(Texas Tech University) 화학과장이신 Bartsch(Richard A. Bartsch) 교수님 연구실에서 연구할 기회를 얻었습니다. 연구실에 도착해 보니 개인이 수시로 사용할 수 있도록 Macintosh 컴퓨터가 비치되어 있었는데, 시험결과를 정리할 때 필요한 각종 그래프를 윈도우상에서 손쉽게 작성할 수 있는 환경이 당시에는 새로운 충격이었습니다. 지금은 윈도우와 개인용 컴퓨터가 일상화되었지만 1990년대 초에 컴퓨터는 연구실에서 공동으로 사용하고, 도스버전을 이용하여 각종 그래프를 만들기가 쉽지 않았던 시절이었습니다.

Host-guest chemistry를 연구하신 Bartsch 교수님은 연구실 설립 초기부터 한국인 제자들과 많은 연구를 하신 분이고, 한국에 몇 분 안되는 외국인 대한화학회 종신회원으로 한국에도 여러 번 다녀가셨습니다. Bartsch 교수님과 1년간 같이 연구하면서 인간적으로 교수님과 친분도 교류하였고, 교수님이 가지고 계신 여러 가지 연구 경험 이외에 지금까지도 되새길 수 있는 삶의 지혜를 많이 배웠습니다. 특히 정부나 공공기관에 제출하는 연구계획서를 작성하는 방법이나 연구실을 운영하는 방법 등은 귀국한 후에도 다양한 경우에 소중하게 적용하면서 응용할 수 있었습니다. 지금도 소장하고 있는 주간연구결과보고서는 일주간 연구한 결과를 작성하여 Bartsch 교수님과 결과를 협의함으로써 효과적으로 연구를 진행하는 방법도 채득하였습니다. 또한 주기적으로 개최되는 연구실 세미나 자료는 주간연구결과보고서를 정리하여 준비하였고, 이러한 자료들이 잘 정리되었기 때문에 논문을 작성할 때 해당 자료를 모으는 노력만으로 완성할 수 있었습니다.

네 번째 인연은 얼마전 Thomson Reuters 조사에서 노벨상에 근접한 한국인 과학자 18인에 선정된 고려대학교의 김중승교수님과 일본 명문 사립대인 Sophia(上智)대학 총장이 되신 Hayashita (Takashi Hayashita) 교수님을 만난 것입니다. 김교수님은 그 당시 박사과정 학생으로 유기합성을 통해서 18-Crown-6에 적절한 기능기를 연결한 새로운 리간드를 제공하였고, Postdoctoral 신분인 Hayashita 교수님과 필자는 리간드를 중합하여 고정화 과정을 거쳐서 선택적 분리분석 분야에 적용하는 연구를 수행하였습니다.



Bartsch 교수님,
Hayashita 교수님과 함께



한국표준과학연구원을 방문한 Bartsch 교수님 부부와 함께

사실 1990년에는 Sci.급 논문에 제출하여 출판하는 것이 쉽지 않은 시기였는데, 이 분들과 효과적으로 연구를 수행하면서 논문을 작성하다 보니 1년간의 짧은 기간이었지만 6편의 논문을 출판하였고, carboxylic acid resin에 의한 alkali-metal의 선택적 흡착 및 농축에 관한 2편의 논문이 Analytical Chemistry(Anal. Chem.)에 게재되었습니다. 이 당시 논문 연구에 적용한 일부 아이디어는 학위과정에서 습득한 분석화학의 기초인 습식분석에서 사용하는 방법을 응용한 것이었습니다. 결국 학문을 입문할 때 초기에는 시간이 다소 소요되더라도 기본적인 내용 습득이 중요한 과정이라고 생각되며, 지금도 김교수님과는 공동연구를 지속적으로 수행하고 있습니다.

원자력발전소 측정표준 보급

Bartsch 교수님의 간곡한 귀국 만류(?)를 뒤로하고, 1991년 4월에 귀국해 보니 또 다른 인연이 기다리고 있었습니다. 원자력발전소의 화학기술팀에서 주기적으로 생산하는 화학분석 결과의 신뢰성 확보에 필요한 측정표준 보급에 관한 프로젝트입니다. 본 프로젝트는 이미 1989년부터 시작되었는데 초기에는 화학분석기기의

가동을 향상이 필요한 시점이어서 기기의 유지 보수가 주요한 내용이었지만, 점차 화학분석 결과의 신뢰성 및 공인성 확보 분야 영역으로 확대되었습니다.

그런데 묘한 인연은 postdoctoral 과정에서 분리분석을 연구할 때 수시로 사용하면서 다양한 경험을 습득한 이온 크로마토그래프(Ion Chromatograph: IC)가 원자력발전소에 새롭게 설치되었고, 마땅한 전문가를 수소문하던 중에 필자와 인연이 연결된 것입니다. 하지만 당시로써는 이 프로젝트를 수행하는데 원자력발전소의 지리적 요건 등 어려운 점이 많아서 프로젝트 참여 제안을 간곡히 거절하였습니다. 그리고 기존에 수행했던 전지 연구를 계속 수행하여 수소흡장합금을 이용한 Metal Hydrides 전지를 2년간의 연구로 완료하였습니다. 그러나 원자력발전소 프로젝트가 계속 진행되면서 IC의 중요성이 확대되어 1993년, 그 동안 정들었던 전기화학실에서 무기분석연구실로 이전하게 되었습니다. 이때부터 원자력발전소 프로젝트에 본격적으로 참여하게 되었고, 지금까지 20년 이상 연구를 수행하고 있습니다.

그 동안 프로젝트를 통해서 원자력발전소의 안전 운전에서 요구되는 다양한 지원 요구 사항을 수행하였고, 그러한 공적을 바탕으로 경향에너지 대상도 수상하였습니다. 수행한 주요한 내용은 연간 5,000병 정도의 인증표준용액을 공급하고, 실험실간 숙련도 시험을 수행하고, 극미량 분석법을 개발하여 보급하였습니다. 또한 증기발생기에서 생산된 증기의 질을 향상시키는 습분분리기의 성능을 평가하는 방법으로 방사선 물질인 Na 23 대신 극미량 Li 분석법을 개발하여 현장에 적용하였고, 부식생성물 포집기를 개발하여 현장에 설치하여 부식생성물의 농도를 수시로 추적하고 있습니다.

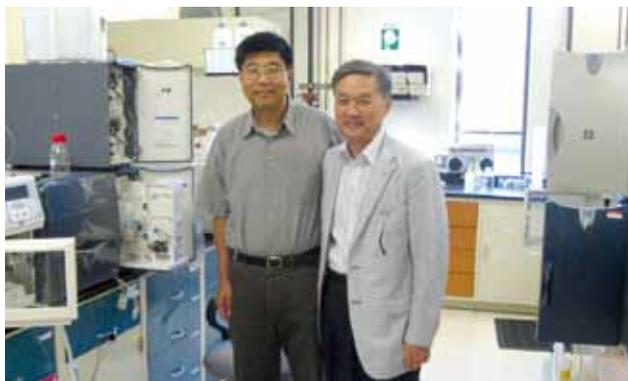
그리고 사고 후 방사선 시료 채취 직원의 방사성 노출을 최소화하기 위하여 자동 시료 회석장치 등을 개발하여 현장에 설치/운영하고 있습니다. 이러한 결과는 원자력발전소의 불시정지 건수 감소로 연결되어 고리 원자력발전소 1호기의 경우, 1989년 연간 6건의 불시정지 건수가 현재는 0.3건 이하로 축소되면서 연평균 이용률도 65%에서 90%로 상승하는데 10% 정도 기여하였다고 평가합니다. 현재 23기의 원자로에서 전기를 생산하고 있고, 5기를 건설 중에 있는데, 우리나라 전체 전기 소비량의 기저부하로 원자력발전소가 40% 가량 담당하고 있습니다. 본 프로젝트는 원자력발전소를 수출한 아랍에미리트(UAE)에도 연계하는 협의를 진행하고 있습니다.

한편, 우리 연구원의 박창준 박사와 영린기기가 공동으로 개발한 ICP-MS를 1997년경 월성 2 원자력발전소에 판매한 에피소드를 소개할까 합니다. 처음에 원자력발전소 부서장에게 구매를 권유해 보니 “시제품 분석장비”이고, 특히 “국내에서 생산한 제품”이기 때문에 객관적으로 신뢰성을 확인할 수 없으므로 구매할 자신이 없다고 거절당했습니다. 그래서 필자가 장비 개발의 주요한 역할을 담당한 전문가의 부서장으로서 장비의 성능에 문제가 나타나면 책임진다고 다짐(?)하여 구매를 성사시켰습니다. 그리고 본 장비는 원자력발전소에서 동위원소 측정용으로 유용하게 사용한 후 사용수명이 지나서 얼마 전에 폐기하였습니다. 영린기에서 생산된 분석기가 해외로 수출된다는 소식을 접하니 새삼 십수년 전의 추억이 격세지감으로 다가오는군요.

화학종분석법 연구

10년 가까이 원자력발전소 프로젝트를 수행하며 새로운 분야의 연구를 수소문하는 과정에서 화학종 분석법 연구에 대한 논문들을 검토하게 되었습니다. 인체에 대한 정확한 독성은 원소 전체의 농도가 아닌 각 화학종의 농도에 대한 정확한 정보를 바탕으로 검토되어야 한다는 내용의 최신 총설 자료를 검색한 후 새로운 인연의 방향을 설정할 수 있었습니다. 2004년 9월에 연구 연가를 신청하여 실리콘벨리에 위치한 Dionex R&D 센터의 개발부장인 Dr. Rosanne 및 Dr. Yan과 새로운 인연이 시작됩니다.

화학종분석법을 연구하는 과정은 시료 전처리—화학종 분리—화학종 정량분석의 3 단계를 거쳐서 수행됩니다. 시료 전처리 단계에서는 각 화학종이 효과적으로 추출되면서 화학종간 상호 변형이 일어나지 않는 조건을 확립해야 합니다. 이러한 조건을 만족하기 위



Dionex R&D 센터에서 Dr. Yan과 함께

해서는 원소 전체 농도를 측정하는 방법인 무기산 전처리방법을 적용할 수 없고, 유기용매 및 enzyme 등을 사용하는 소프트(soft)한 추출방법을 사용해야 합니다. 개개의 화학종을 분리하는 방법은 고정상으로 이온교환 분리관을 많이 사용하는데, 분리하는 화학종의 종류에 따라 고정상 이외에 이동상의 종류 및 조성 뿐만 아니라 적절한 용리방법을 고려하여 결정하는 것이 중요합니다. 분리한 화학종의 농도를 측정하는 방법은 개개의 화학종이 미량인 경우가 많아서 질량분석기를 사용하는데, 주로 ICP-MS와 ESI/MS 등이 사용됩니다.

연구를 진행하는 과정에서 화학종 분석법에 적합한 분리 장치 개발의 지연 및 보수적인 구매 시스템 등, 이전과 다른 난관을 만나게 됩니다. 점차 주어진 상황에 적응하면서 연구를 수행한 결과, 비소 화학종분석법에 관련하여 논문 2편을 출판하게 되었습니다. 한가지 재미있던 일은 Bartsch 교수님 연구실에서 연구할 때처럼 주간 연구결과보고서를 작성하여 주간 미팅을 제안하였는데 이러한 시스템이 생소한 R&D 센터의 고문이신 Dr. Nebojsa로부터 과분한 칭찬(?)을 받았던 기억이 새롭습니다.

학회활동

분리분석에 대한 연구를 진행하면서 이온 분석과 관련된 결과를 발표할 때 자연스럽게 유사한 학술 모임에 주기적으로 참여하게 되었고, International Ion Chromatography Symposium(IICS)과 인연을 맺게 되었습니다. IICS는 1988년 미국 Boston에서 처음 개최되었는데, 매년 미국과 유럽(1998년 일본 Osaka 개최)을 격년으로 이동하면서 개최되고 있습니다. 현재 필자는 Scientific Organizing Committee에서 아시아지역 대표로 활동하고 있습니다.

새로운 인연은 계속되어 2003년 San Diego에서 개최된 IICS에 참석한 중국의 Zhu Yan 교수와 일본의 Dr. Kazuhiko Tanaka와 협의하여, 격년으로 개최하는 한-중-일 이온 심포지움(K-C-J Ion Analysis Symposium)을 창립하였습니다. 한국에서는 지난 2009년과 2013년에 개최되었는데, 현재는 동남아시아, 중동 및 호주 등지에서 참여하여 아시아태평양 이온분석 심포지움(Asia-Pacific Symposium on Ion Analysis)으로 발전되었습니다.

한국분석과학회 활동은 충북대학교 문동철 교수님과의 인연으로 충무이사와 회장을 역임하였고, 경북대학교 류재정 교수님과 모의



왼쪽 : IC 개발자인 Dr. Small과 함께 / 오른쪽 : Dr. Tanaka와 함께



한-중-일 이온 심포지움

마지막으로 우리나라 최장수 과기처장관님을 역임하신 고(故) 최형섭 박사님 회고록의 구절을 인용해 봅니다.

“연구자는 지나치게 부귀영화에 집착해선 안된다. 직위에 연연하지 말고 직책에 충실해야 한다. 연구 자체가 생활이어야 한다. ‘자기가 얼마나 알고 있느냐’를 자랑하기 전에 ‘자기가 얼마나 모르는 게 많으냐’를 반성해야 한다. 연구기기가 닳을 해선 안된다. 허위와 과장이 없어야 한다. 그리고 애국심을 가져야 한다.” 감사합니다. 

(?)하여 2013년 5월, 제1회 한국분석기술 단체 총 연합 합동심포지움(KOFAS 2013)을 개최하였습니다. 그 동안 분석과학은 화학을 비롯하여 환경, 식품, 약학, 법과학, 농학, 화공 및 재료 등 다양한 분야에서 아주 중요한 역할을 담당하고 있습니다. KOFAS 2013에서는 한국분석과학회, 한국환경분석과학회, 한국법과학회, 대한화학회 분석화학분과, 전기화학분과 및 환경에너지분과, 대한약학회 약품분석분과, 한국식품과학회 식품분석분과, 대기환경학회 측정분과가 참여하여 명실공히 국내의 분석과학 전문가들이 처음 한자리에 모이는 행사가 되었습니다. 특히 올해 6월 11일 개최된 KOFAS 2014가 국제학술대회로 발전되었다는 소식을 접하고 감개가 무량하였습니다.

맺는 글

저는 그 동안 수많은 인연이 계기가 되어 여러분들과 많지 않지만 63편의 논문과 9건의 특허를 출원하였습니다. 물론 이러한 업적이 절대적이지 않지만 나름 열심히 노력하고 몰입하면서 얻은 결과라고 생각하고, 이 모든 실적은 인연을 맺은 후 회노애락을 나누는 분들의 협조가 없었으면 달성할 수 없었기에 이 자리를 빌어 진심으로 감사드립니다.

SBSE-GC/MS를 이용한 막걸리 중의 E,E-farnesol과 squalene 분석법

글 | 하재호 박사, 장혜원 박사(한국식품연구원 식품분석센터)



서론

막걸리는 우리나라의 전통 주류 중의 한가지이다. 막걸리는 쌀과 옥수수를 누룩으로 당화시키고 효모로 발효시켜 제조한다. 막걸리의 성분은 물이 약 90%, 알코올이 6~8%이고 가라앉는 침전물이 1.5~4.0%로 구성되어 있다. 이 중 가라앉는 침전물은 주로 단백질과 탄수화물, 식이성분으로 구성되어 있다. 막걸리의 발효에 관여하는 미생물은 효모인 *Saccharomyces cerevisiae*로 막걸리의 발효에 매우 중요한 역할을 하며 발효과정에서 여러 기능성 물질을 만든다. 이러한 기능성 물질 가운데 E,E-farnesol은 항종양 효과가 있는 알코올기를 지닌 중간 극성의 기능성 물질로 펠자가 stir bar sorptive extraction(SBSE)을 사용하여 막걸리로부터 2011년 4월, 최초로 발견하여 언론에 발표한 바가 있다.

Farnesol과 isoprene, perillyl alcohol 및 geraniol 등은 여러 식물에서 발견되는 기능성 물질로 지금까지 많은 연구가 이루어졌다. Isoprenoid alcohol인 farnesol은 여러 종류의 암세포의 성장을 억제시키는 효과가 뛰어난 것으로 알려져 있다. 또한 farnesol은 여러 동물실험에서 종양을 억제하는 작용을 하며 in vivo 실험에서 항종양 물질로 작용함이 밝혀졌다.

한편 triterpene인 squalene(2,6,10,15,19,23-hexamethyl-2,6,10,14,18,22-tetracosahexaene)은 올리브오일이나 심해 상어의 간유에서 발견되는 탄화수소 화합물로 올리브오일에서 0.8~12 g/kg 정도 함유되어 있다. Squalene은 호주 남태평양에서 서식하는 Aizame(dogfish) 상어의 간유에 가장 풍부하게 들어있다. Squalene은 산화방지력이 뛰어나며 유리 radical의 활성을 억제

하고 신체의 면역력을 증대시켜 여러 종류의 암에 대한 위험을 감소시킨다. 저자와 공동연구원들은 SBSE를 사용하여 추출하고 thermal desorption(TD) GC/MS로 분석하는 기술을 사용하여 막걸리로부터 E,E-farnesol과 squalene을 최초로 발견하였다.

본 자료에서는 SBSE로 추출하는 기법과 TD-GC/MS로 막걸리에 들어있는 farnesol과 squalene을 분석하는 기술에 대하여 소개하고자 한다.

재료 및 방법

재료 및 시약

실험에 사용된 막걸리는 마트에서 판매되고 있는 것을 구입하여 사용하였다. 막걸리의 알코올 함량은 표시기준으로 6~8%이었다. 막걸리 시료는 구입 후 4 ℃ 냉장고에 보관하였고 실험에 사용하기 위하여 냉장고에서 꺼낸 후 상온에 두고 충분히 가스를 제거한 다음 분석시료로 사용하였다. Farnesol과 squalene 표준품은 Sigma-Aldrich사에서 구입하였고 기타 시약은 분석용 특급시약을 사용하였다.

SBSE를 사용한 farnesol과 squalene의 추출

막걸리 중의 farnesol과 squalene을 추출하기 위하여 magnetic stir bars(polydimethylsiloxane(PDMS), 0.5 mm film thickness, 10 mm length, 24 μL, Gerstel, Mullheim a/d Ruhr, Germany)를 사용하였고, 추출에 앞서 magnetic bar를 질소 기류하에서 250 ℃를 유지하며 30분간 오염가능성이 있는 성분을 충분히 제거하였다.

막걸리는 6% ethanol을 사용하여 100배 희석한 다음 20 mL를 22 mL 바이알에 취하고 magnetic bar를 넣었다. Farnesol과 squalene을 추출하기 위하여 상온에서 magnetic bar를 450 rpm으로 1시간 동안 회전시켰다. 기능성 물질이 추출 흡착된 stir bar는 Gerstel thermal desorption unit(TDU)에 주입한 다음 가열 탈착시켜 냉각주입장치(cooled injection system, CIS)에 액체질소를 사용하여 냉각 흡착시켰다. 이 때 CIS는 Tenax TA가 충전되어 있는 liner가 들어 있으며 냉각흡착 온도는 -20 ℃를 유지하였다.

TDU의 온도설정은 40 ℃에서 0.2분간 유지한 다음 분당 600 ℃의 속도로 260 ℃까지 승온시키고 2분간 유지하였다. TDU의 온도가 초기온도인 40 ℃가 되면 CIS의 온도를 -20 ℃에서 250 ℃까지 분당 12 ℃의 속도로 승온시키고 흡착되어 있는 성분을 탈착하여 GC/MS로 분석하였다.

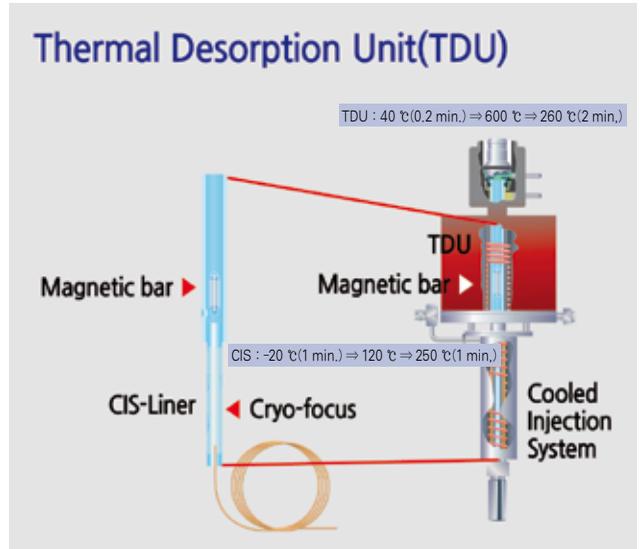
Chromatography

E,E-farnesol과 squalene의 분석은 Agilent 6890 GC system과 Agilent 5973 Quadrupole Mass Spectrometer로 하였다 <그림 1>.

컬럼은 5% phenyl methyl silicone fused-silica capillary column(HP-5MS, 30 m length, 0.25 mm i.d., 0.25 μm film thickness, Agilent Technologies, USA)을 사용하였고 운반기체는 헬륨을 1.1 mL/min으로 하여 splitless mode에서 분석하였다. 주입기 온도는 250 ℃, 컬럼오븐온도는 초기온도 40 ℃에서 20분간 유지한 다음 150 ℃까지 분당 3 ℃ 상승시키면서 분석을



<그림 1> Agilent 6890 GC system과 Agilent 5973 Quadrupole Mass Spectrometer.



<그림 2> 가열탈착에 사용한 Thermal Desorption Unit.

하고 다시 280 ℃ 까지 분당 10 ℃로 상승시켜 컬럼 내에 잔류되어 있는 성분을 제거하였다.

Quadrupole, transfer line 및 MS source 온도는 각각 150, 280 및 230 ℃로 하였다. E,E-farnesol의 정량을 위한 이온은 69, 81, 93을 선택하였고 squalene은 69, 95, 136을 선택하였다. 한편 <그림 2>는 가열탈착에 사용한 thermal desorption unit를 나타내었다.

분석방법의 유효화 검증

검량곡선을 만들기 위하여 farnesol은 0.5, 2.0, 20.0, 100.0, 200 ng/mL의 농도로 6% ethanol 용액에 용해시켜 만들었고 squalene은 100, 500, 5000, 10000 ng/mL의 농도로 acetonitrile에 용해시켜 만들었다. 표준용액을 사용하여 분석하는 농도 범위에서 직선성을 검토하였다. 시료의 주입은 자동주입기를 사용하였으며 두 화합물의 회수율을 측정하였다. 회수율을 측정하기 위한 표준용액의 농도로 farnesol은 10, 50, 100 ng/mL, squalene은 500, 2500, 5000 ng/mL 농도로 막걸리 시료에 혼합한 다음 아래의 식에 따라서 회수율을 구하였다.

$$\text{Recovery \%} = \frac{(C_i - C_u)}{C_a} \times 100$$

- ※ C_i : E,E-farnesol과 squalene의 총 농도
- C_u : 막걸리 중의 E,E-farnesol과 squalene 초기 농도
- C_a : 막걸리에 첨가된 E,E-farnesol과 squalene의 농도

회수율은 표준물질 첨가법, LOD와 LOQ는 검량곡선에서 기올기의 표준편차를 기올기로 나눈 값에 3과 10을 곱하여 구하였다.

결과 및 고찰

SBSE를 사용한 기능성 물질의 추출

막걸리 중에 있는 기능성 물질을 분석할 경우 일반적으로 기능성 물질을 추출하는 다공성 흡착제의 표면에 기능성 물질을 흡착시킨 다음 이를 가열 탈착하는 방법을 사용한다.

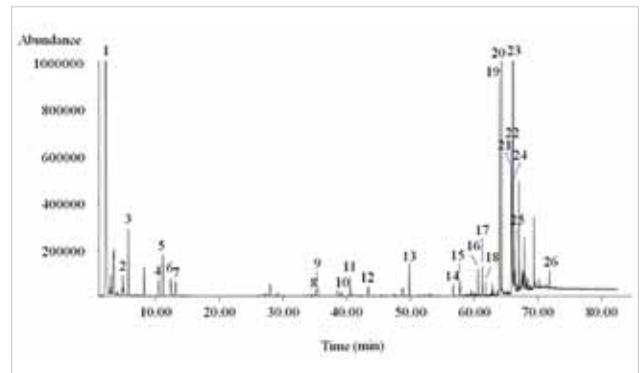
막걸리의 경우 90% 정도의 물과 6~8%의 알코올이 들어있어 이로 인하여 기능성 물질이 흡착제의 표면에 흡착되는 것을 방해하므로 이를 극복하는 방법이 필요하다. 지금까지 기능성 물질을 효율적으로 흡착시켜 분석하는 방법으로 포도주 등에서 기능성 물질이나 향기성분을 추출할 때 사용하는 solid phase microextraction (SPME) 방법이 주로 이용되어 왔다.

〈표 1〉 여러 종류의 추출 방법의 장단점

	Solvent extraction (SE)	Steam distillation extraction (SDE)	Solid phase microextraction (SPME)	Dynamic headspace sampling (DHS)	Stir bar sorptive extraction (SBSE)
원리	시료 중의 성분을 용매를 사용하여 직접 추출	수증기와 함께 휘발되는 성분을 용매로 추출	fiber에 흡착된 성분추출	headspace에 있는 성분을 질소를 흘려 밀려나오도록 한 후 흡착제에 흡착시켜 추출	흡착제를 자석막대에 도포시켜 액체시료를 회전시키면서 자석막대에 흡착되는 성분을 추출
추출 용매	Chloroform, dichloro-methane	pentane/ether	사용하지 않음	사용하지 않음	사용하지 않음
추출 시간	30분	2시간	30분	30분	30분
추출 성분	휘발성 성분, 지용성 색소, 지질 성분	수용성 휘발성 성분, 세미휘발성 성분	휘발성 성분, 세미휘발성 성분	휘발성 성분	휘발성 성분, 세미휘발성 성분
장점	극성이 높은 성분도 추출 용이	극성이 높은 성분이 많이 추출되고 저렴한 장치로 추출 가능	추출과 분석이 간단	휘발성이 강한 성분을 쉽게 추출	수분, 알코올 함량이 높은 시료에 사용
단점	방해물질이 동시에 추출	고온의 증기에 의하여 성분이 쉽게 변함.	fiber 사용 횟수가 30회 정도로 제한되고 가격이 비쌘.	장치가격이 매우 고가임.	장치가격이 매우 고가임.

〈표 1〉에는 여러 종류의 추출 방법의 장단점을 나타내었다. 같은 흡착제를 사용한 경우 SBSE 방법은 SPME 방법보다 추출효율이 더욱 뛰어나 TD-GC/MS를 병용하여 여러 가지 분석에 이용되어 왔

다. 기존 방법과 비교하여 SBSE는 사용이 간편하고 감도가 높으며 재현성이 우수한 장점이 있다. 막걸리의 세미휘발성 성분과 기능성 성분을 TD-GC/MS로 분석한 chromatogram은 〈그림 3〉과 같다.



〈그림 3〉 The total ion chromatogram of the semi-volatile compounds extracted from makgeolli obtained by the SBSE-TD-GC/MS.

상대적으로 함량이 높은 성분을 분석한 결과는 〈표 2〉와 같고 이들 화합물 중 ethanol, 3-methyl-1-butanol, fatty acid esters 등이 있다. 본 연구를 통하여 E,E-farnesol과 squalene이 처음으로 막걸리에서 발견되었으며 이들 두 기능성 물질의 mass spectra는 〈그림 4〉와 같다.

〈표 2〉 Volatile and semi-volatile compounds in makgeolli obtained by SBSE-GC/MS (n=2) / (Area count/10,000)

Peak No.	Compounds	Similarity	KI ¹⁾	Area count
1	ethanol	90	<700	110460
2	3-methyl butanol	86	727	2282
3	toluene	96	759	9221
4	ethyl benzene	96	849	3478
5	m-xylene	97	860	10828
6	1-butanol, 3-methyl-, acetate	90	872	4953
7	o-xylene	97	896	3521
8	nonanal	90	1102	1147
9	phenethyl alcohol	90	1111	2562
10	nonanol	90	1172	734
11	ethyl caprylate	97	1200	2828
12	acetic acid, phenylethyl ester	86	1256	1488
13	ethyl caprate	98	1390	4576
14	lauric acid	98	1589	2591
15	ethyl laurate	80	1597	1098

Peak No.	Compounds	Similarity	KI ¹⁾	Area count
16	farnesol	81	1741	2407
17	myristic acid	99	1762	3395
18	ethyl myristate	95	1796	990
19	palmitic acid	98	1986	28114
20	ethyl palmitate	99	1988	19022
21	linoleic acid	98	2144	13856
22	oleic acid	99	2146	14262
23	ethyl linoleate	99	2165	25422
24	ethyl oleate	99	2180	17714
25	ethyl stearate	98	2195	2655
26	squalene	76	2847	1711

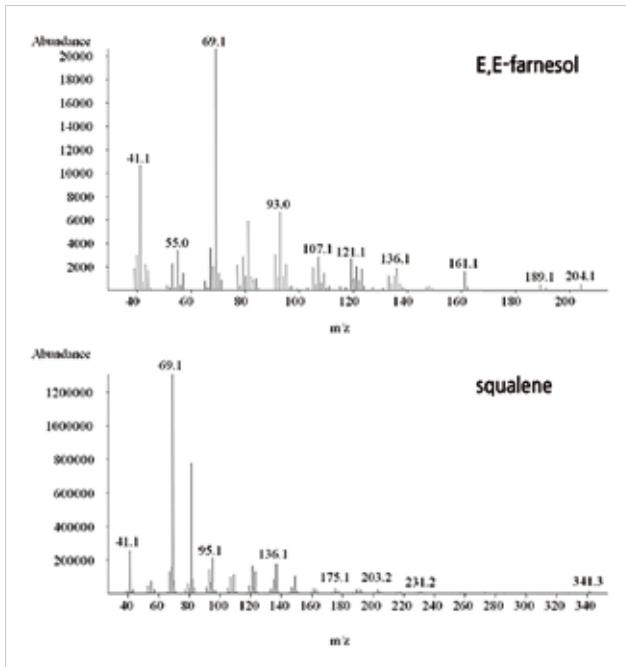
¹⁾ Kovat's index

측정한 결과, farnesol은 0.1과 0.5 ng/mL이었고 squalene은 15와 40 ng/mL이었다. 한편 회수율을 측정한 결과, 98% 이상의 회수율을 보여 정확도가 매우 우수하였다.

〈표 3〉 Evaluation of the SBSE method performance

Analytes	Linear range, ng/mL	Linear Correl. (r ²)	LOD, ng/mL	LOQ, ng/mL	Amount added, ng/mL	Recovery ¹⁾ %
E,E-farnesol	0.5~200	0.9974	0.1	0.5	10	101
					50	107
					100	106
squalene	100~5,000	0.9982	15.0	40.0	500	102
					2,500	98±6
					5,000	103±4

¹⁾ Values represent the mean of the triplicate analyses ± the standard deviation



〈그림 4〉 Mass spectra of E,E-farnesol and squalene in makgeolli.

분석방법의 유효성 검증

SBSE 방법을 사용하여 막걸리에 들어있는 E,E-farnesol과 squalene의 농도를 측정하는 분석법의 유효성을 검증하여 그 결과를 〈표 3〉에 나타내었다. Farnesol과 squalene을 분석하기 위하여 농도의 증가에 따른 직선성을 측정한 결과 farnesol의 경우 0.5~200 ng/mL, squalene의 경우 100~50,000 ng/mL에서 직선성을 보였고 이때 결정계수는 0.99 이상이었다. LOD와 LOQ를

막걸리 중의 farnesol과 squalene의 함량

〈표 4〉 Concentration¹⁾ of E,E-farnesol and squalene in several makgeolli

Samples	E,E-farnesol, ng/mL	squalene, ng/mL
1	92.3 ±0.3	583.2 ±0.7
2	73.6 ±0.2	1205.5 ±0.6
3	62.7 ±0.6	1068.2 ±0.3
4	41.4 ±0.5	514.3 ±0.6
5	44.9 ±0.3	616.9 ±0.5
6	103.2 ±0.5	1919.7 ±0.2
7	78.3 ±0.8	572.4 ±0.6
8	46.2 ±0.6	794.3 ±0.6
9	78.9 ±0.4	1423.2 ±0.8
10	73.2 ±0.2	7431.1 ±0.7
11	142.4 ±0.4	1704.0 ±0.2
12	33.6 ±0.5	615.5 ±0.3
13	68.2 ±0.6	513.2 ±0.3
14	71.7 ±0.2	2756.7 ±0.4
15	60.5 ±0.2	562.7 ±0.4
16	94.8 ±0.6	3568.3 ±0.3
Min ²⁾	33.6 ±0.5	513.2 ±0.3
Max ³⁾	142.4 ±0.4	7431.1 ±0.7
Average	72.6	1610.7

¹⁾ Values represent the mean of the triplicate analyses ± the standard deviation

²⁾ Maximum value

³⁾ Minimum value

SBSE를 이용한 분석법을 막걸리 시료에 적용하기 위하여 시중에 판매되고 있는 막걸리를 구입하여 farnesol과 squalene을 분석한 결과는 <표 4>와 같다. farnesol은 33.6~142.4 ng/mL이었고 squalene은 513.2~7,431.1 ng/mL이었다. 이러한 결과로부터 막걸리의 기능성 물질인 farnesol과 squalene을 SBSE로 추출한 다음 TD-GC/MS로 분석한 결과는 매우 효율적이며 맥주나 와인과 같은 다른 주류에 들어있는 기능성 물질을 분석하는데도 적용이 가능할 것으로 생각된다.

결론

SBSE 방법을 이용하여 막걸리로부터 기능성 물질을 추출한 다음 TD-GC/MS로 분석한 결과, 우리나라 전통주인 막걸리로부터 farnesol과 squalene을 최초로 발견하였다. 분석방법의 유효성을 검토한 결과 감도, 직선성, 회수율 등에서 매우 우수한 결과를 보였으며 이 방법은 막걸리와 기타 주류 중의 기능성 물질과 세미 휘발성 물질을 분석하는데 활용이 가능하였다. 

※ 본 연구결과는 저자가 발표한 논문 "Jaeho Ha et al. Analysis of E,E-farnesol and squalene in Makgeolli using stir bar extraction coupled with gas chromatography-mass spectrometry, 2014. Analytical Science and Technology, 27, 60-65."에 근거하였습니다.

[참고문헌]

1. J. Ha et al. Anal. Sci. and Tech. 27, 60-65 (2014).
2. J. Ha, D. Seo, X. Chen, J.B. Hwang, and Y. Shim, Anal. Sci., 27, 873-878, (2011)
3. S. J. Lee and K. G. Lee, J. Sci. Food Agr., 88(4), 690-698 (2008).
4. J. Ha, Y. Wang, H. Jang, H. Seog and X. Chen, Food Chem., 142(1), 79-86 (2014).
5. J. H. Joo, G. Liao, J. B. Collins, S. F. Grissom and A. M. Jetten, Cancer Res., 67(16), 7929-7936 (2007).
6. S. Y. Lim and S. W. Park, Yakhak Hoeji, 50(6), 372-380 (2006).
7. T. P. Ong, R. Heidor, A. de Conti, M. L. Z. Dagli and F. S. Moreno, Carcinogenesis, 27(6), 1194-1203 (2006).
8. J. A. McAnally, M. Jung and H. Mo, Cancer Lett., 202(2), 181-192 (2003).
9. J. H. Joo and A. M. Jetten, Cancer Lett., 287(2), 123-135 (2010).
10. D. Grigoriadou, A. Androulaki, E. Psomiadou and M. Z. Tsimidou, Food Chem., 105(2), 675-680 (2007).
11. P. Bhattacharjee, V. B. Shukla, R. S. Singhal and P. R. Kulkarni, World J. Micro. Biot., 17(8), 811-816 (2001).
12. H. T. Lu, Y. Jiang and F. Chen, J. Chromatogr. A, 994(1-2), 37-43 (2003).
13. J. Villén, G. P. Blanch, M. Ruiz del Castillo and M. Herraiz, J. Agr. Food Chem., 46(4), 1419-1422 (1998).

14. C. Samaniego-Sánchez, J. J. Quesada-Granados, H. López-García de la Serana and M. C. López-Martínez, J. Food Compos. Anal., 23(7), 671-676 (2010).
15. N. Nenadis and M. Tsimidou, J. Am. Oil Chem. Soc., 79(3), 257-259 (2002).
16. M. Mestres, O. Busto and J. Guasch, J. Chromatogr. A, 881(1-2), 569-581 (2000).
17. P. Chuenchomrat, A. Assavanig and S. Lertsiri, ScienceAsia, 34, 199-206 (2008).
18. S. Insa, E. Anticóand V. Ferreira, J. Chromatogr. A, 1089(1-2), 235-242 (2005).
19. R. F. Alves, A. M. D. Nascimento and JMF Nogueira. Anal. Chim. Acta, 546(1), 11-21 (2005).
20. R. Perestrelo, J. M. F. Nogueira and J. S. Câmara, Talanta, 80(2), 622-630 (2009).
21. R. Delgado, E. Durán, R. Castro, R. Natera and C. G. Barroso, Anal. Chim. Acta, 672(1-2), 130-136 (2010).
22. D. J. Caven-Quantrill and A. J. Buglass, J. Chromatogr. A, 1218(7), 875-881 (2011).
23. J. Marín, A. Zalacain, C. De Miguel, G. L. Alonso and M. R. Salinas, J. Chromatogr. A, 1098(1-2), 1-6 (2005).
24. C. D. Poulter and H. C. Rilling, 'Biosynthesis of isoprenoid compounds', 1st Ed., Vol. 1, p455, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1981.
25. M. Keller, D. Hafenbradl, K. O. Stetter, G. Teller, Y. Nakatani and G. Ourisson, Angew. Chem. Int. Edit., 34(17), 1898-1900 (1995).

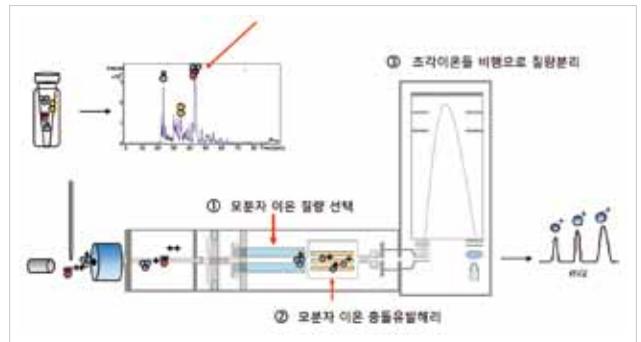
생산성 향상을 위한 실험실 기술혁신(4) LC/MS/MS 솔루션-2 (Q-TOF LC/MS/MS)



생산성 향상을 위한 실험실 기술혁신의 LC/MS/MS 솔루션으로 영인 Lab.Highlight 63호 특별기획 'QQQ LC/MS/MS 솔루션'에 이어 이번 호에서는 Q-TOF LC/MS/MS 솔루션을 살펴해보도록 하겠다.

Q-TOF LC/MS/MS 이해하기

Q-TOF LC/MS/MS는 Quadrupole-Time of Flight LC/MS/MS로도 표기되며, 첫 번째 질량분석관은 사중극자(Quadrupole) 타입, 두 번째 질량분석관은 비행시간형(TOF) 타입으로 구성된 텐덤 질량분석기 시스템이다. 특히 Q-TOF LC/MS/MS의 TOF관에서는 TOF관으로 도입된 모든 이온들이 검출기까지 비행하는데, 이 이온들은 운동에너지 법칙에 따라 질량이 작을수록 Pulser에서 검출기까지 더 빠른 속도로 도착하는 원리리 인해 질량 및 비행 속도에 따른 이온 분리가 일어난다(그림 1).



〈그림 1〉 Q-TOF LC/MS/MS의 MS/MS 모드 분석의 흐름

Q-TOF LC/MS/MS는 〈표 1〉과 같은 분석모드를 통하여 정성/정량 정보를 획득할 수 있다.

〈표 1〉 Q-TOF LC/MS/MS에서의 데이터 획득 모드

데이터 획득 모드		설명
MS/MS	Targeted MS/MS	분석자가 선택한 모분자들만 충돌관에서 각각 조각낸 뒤 조각화된 모든 이온들을 TOF관에서 질량 분리하여 검출
	Auto MS/MS	MS 스펙트럼에서 특정 조건 안에 해당되는 모분자들을 자동으로 선택하여 충돌관에서 각각 조각낸 뒤 조각화된 모든 이온들을 TOF관에서 질량 분리하여 검출
MS		TOF 모드라고도 함. 이온화원에서 발생하는 모든 모(母) 분자 이온을 TOF에서 질량 분리(사중극자와 충돌관에서는 모든 이온들을 통과시키는 역할만 하며, TOF관에서 질량분리가 일어난다.)

* MS/MS 모드는 MS 스펙트럼과 MS/MS 스펙트럼을 동시에 획득하며 진행된다.

LAB Technological Innovation

LAB Technological Innovation 연재시리즈

- 액체 크로마토그래피
- 캐필러리 유체역학 테크놀로지
- Mass Profiler Professional(MPP) 소프트웨어
- LC/MS/MS 솔루션
 - 4-1. QQQ LC/MS/MS
 - 4-2. Q-TOF LC/MS/MS
- GC/MS/MS 솔루션

Q-TOF LC/MS/MS는 다성분 동시분석 스크리닝이나 미지성분의 구조분석 등 많은 시간과 노력이 필요한 작업들을 매우 빠르고 정확하게 분석할 수 있게 하기 때문에 실험실 생산성을 향상시키는 상당히 좋은 솔루션이 된다. 특히 QQQ LC/MS/MS와 비교해 보면, QQQ LC/MS/MS보다 검출한계가 높다는 단점은 있으나 다음과 같은 이점들이 더 많다.

1. 분석법 셋업이 매우 간단하다.

QQQ LC/MS/MS는 검사항목에 해당하는 모든 성분들 각각의 최적 MRM 분석법 개발 후 분석법 창에 모두 입력해야 한다. 하지만 Q-TOF LC/MS/MS는 질량범위만 입력하면 된다.

2. 동시 분석할 수 있는 성분 수 제한이 없다.

QQQ LC/MS/MS는 동시 분석하는 성분 수가 많아질수록 감도가 떨어지는 한계가 있으나, Q-TOF LC/MS/MS는 제한이 없다.

3. 소수점 셋째~넷째 자리 이하의 정확한 질량값 측정이 가능하다.

QQQ LC/MS/MS의 질량분석관은 사중극자로만 구성되어 있기 때문에 측정된 질량값의 정확성이 정수~소수점 첫째자리인 반면, Q-TOF LC/MS/MS는 TOF관을 이용하기 때문에 소수점 셋째~넷째 자리 이하의 정확한 질량값 측정이 가능하다.

4. 정확한 질량값을 토대로 화학식을 알 수 있다.

측정된 질량값이 정확할수록 검색되는 화학식 후보수가 줄어들기 때문에 바로 쉽게 정성분석을 할 수 있게 된다.

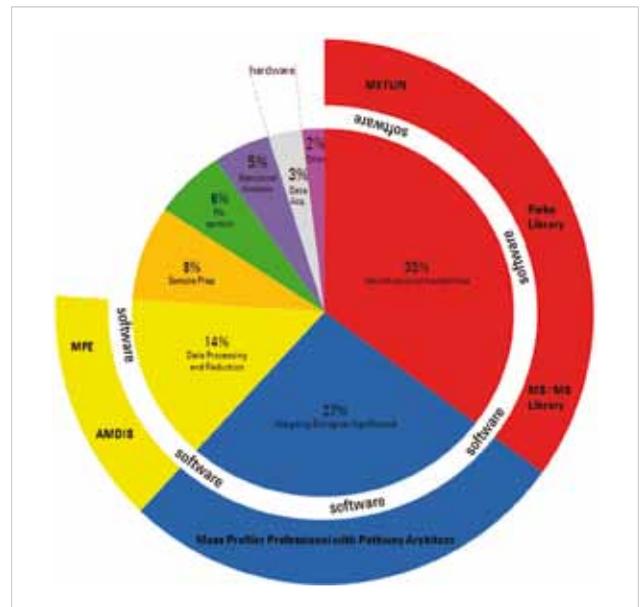
예) Reserpine 성분을 QQQ LC/MS/MS로 질량 측정하면 C, H, O, N으로 구성된 화학식 후보수가 209가지인 반면에, Q-TOF LC/MS/MS로 측정하면 1~2가지로 줄어들게 된다.

5. 데이터베이스 및 라이브러리 검색으로 성분 명 및 구조 확인이 가능하다.

Q-TOF LC/MS/MS로 측정된 정확한 질량값, 동위원소 감도 비율, 동위원소간의 질량 차이값 등의 정보를 바탕으로 데이터베이스에 있는 성분 리스트 정보 및 MS/MS 스펙트럼 라이브러리와 매칭하여 가장 유력한 후보 물질의 성분명을 아주 정확하게 찾아준다. 또한 MS/MS 스펙트럼의 조각이온이 성분 구조의 어느 부분에 해당하는 지까지도 알 수 있기 때문에 미지성분 구조 해석에도 매우 유용하다.

데이터 해석 업무의 생산성 향상을 위한 Q-TOF 분석 도우미들

2009년 초에 미국질량분석학회(American Society for Mass Spectrometry, ASMS) 메타볼로믹스 워크샵 위원회는 메타볼로믹스에 관련된 ASMS 멤버들을 대상으로 메타볼로믹스 분석을 했을 때 어떤 과정에서 작업시간이 많이 걸리면서 힘들었는지 인터넷 조사를 했다. 그 결과, 응답한 멤버 중 81%가 기기를 운영하는 하드웨어적인 면에서보다는 데이터를 해석하는 소프트웨어적인 면에서 병목현상이 있었으며, 특히 성분 식별(Compound Identification)을 하는 과정에서 가장 많은 시간과 노력이 소모되었다고 하였다(그림 2).

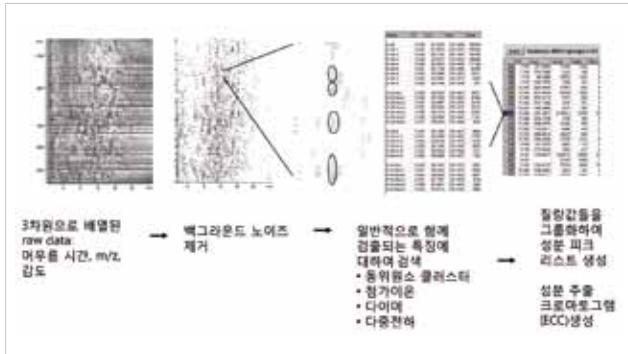


〈그림 2〉 2009년도 ASMS 메타볼로믹스 설문 결과

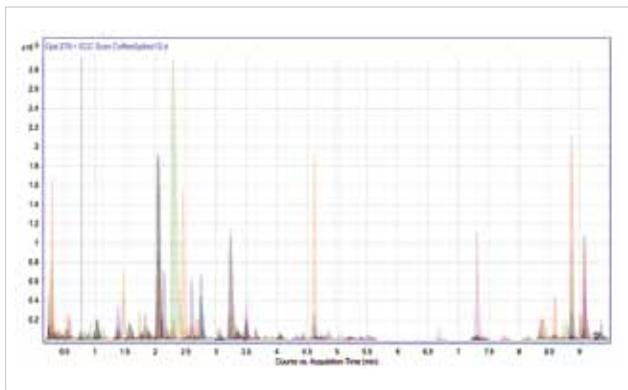
데이터를 해석하는 소프트웨어적인 면에서의 병목현상을 해결해주는 도우미들은 다음과 같다.

(1) Molecular Feature Extractor(MFE)

Q-TOF LC/MS/MS로부터 얻은 머무름 시간, m/z 및 감도로 이루어진 수많은 데이터포인트들은 크로마토그램 및 질량스펙트럼으로 보여지게 된다. 이 안에 숨어있는 수많은 피크들 중에 노이즈 피크 같은 불필요한 피크들을 필터하고 '성분'으로 추정되는 피크들을 찾으면 화학식 검색 또는 라이브러리 검색 등 목적하는 정성분석 결과를 정확히 얻을 수 있다. 그러나 사용자가 직접 필터 작업을 할 경우, 엄청나게 많은 시간과 노력이 필요하고 정확한 작업을 하기도 힘들다.



〈그림 3〉 MFE 알고리즘 진행 과정



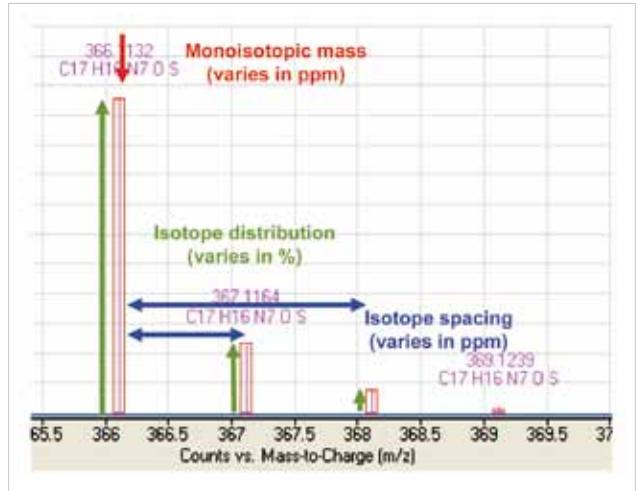
〈그림 4〉 MFE에 의해 추출된 성분 피크들

MFE는 소프트웨어 상에서 간단한 설정만으로 '성분'으로 추정되는 피크를 자동 검색하여 추출하는 알고리즘으로 이루어진 정성 소프트웨어이다(그림 3, 4). 따라서 방대한 양의 데이터를 수작업으로 필터해야했던 예전 방식보다 더 정확한 결과를 도출할 수 있어 높은 생산성을 제공한다.

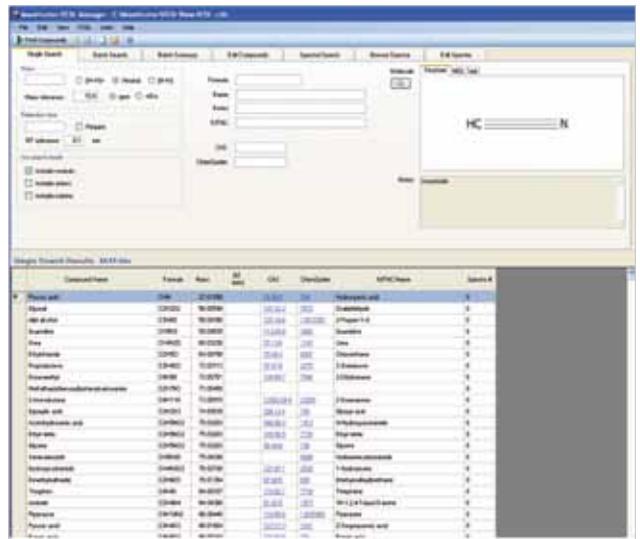
(2) Molecular Formula Generator(MFG)

MFG는 사용자가 선택한 성분 피크 뿐만 아니라 MFE로 추출된 수십~수백 개의 성분 피크들의 화학식들을 한번에 자동으로 검색 및 매칭하여 보여주는 기능이다(그림 5).

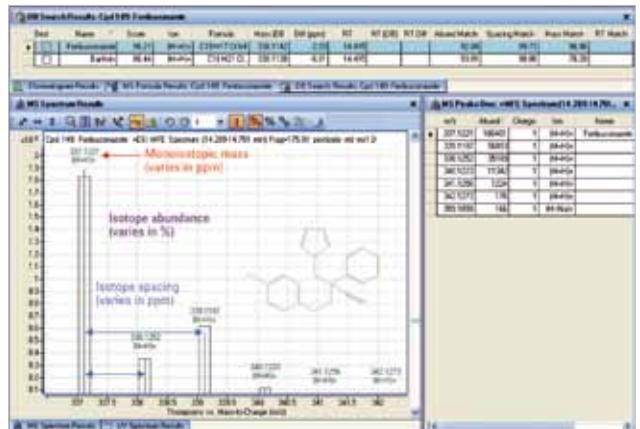
첫 번째 동위원소의 정확한 질량값만으로 화학식 후보를 검색하는 것이 아니라 전체 동위원소들의 정확한 질량값, 감도 비율, 동위원소들 간의 질량 차이값을 이론 값들과 매칭하여 가장 정확한 화학식을 찾아준다. MFG를 이용하여 화학식을 검색하는 것은 정확한 정성 결과를 몇 초 만에 얻을 수 있는 매우 생산적인 도구이다.



〈그림 5〉 MFG에 의해 검색된 화학식



〈그림 6〉 PCDL 소프트웨어



〈그림 7〉 PCDL과 매칭하여 나타난 Fenbutazone 성분명 및 구조 그림

(3) Personal Compounds Database & Library (PCDL)

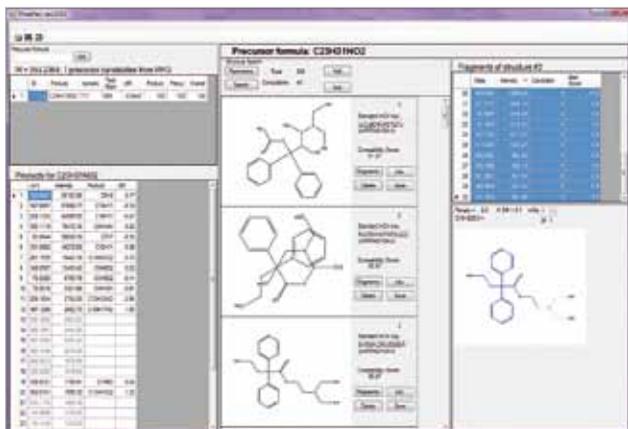
PCDL은 사용자가 선택한 성분 피크 뿐만 아니라 MFE로 추출된 수십~수백 개의 성분 피크들의 성분명과 구조그림을 한번에 자동으로 검색 및 매칭시켜 보여주는 데이터베이스 및 라이브러리이다(그림 6, 7). PCDL에는 성분명, 화학식, 질량값, CAS 번호, Chemspider 번호, IUPAC명, 구조그림, RT 정보 및 MS/MS 스펙트럼 라이브러리가 포함되어 있다.

Agilent사에서는 농약, 동물용 의약품, 법과학, 대사체학 등 응용별 PCDL을 제공하고 있으며, 시료 안에 해당 응용 PCDL에 있는 성분들의 유무를 바로 확인할 수 있다. 또한 사용자 맞춤 PCDL을 만들 수도 있다.

(4) Molecular Structure Correlator(MSC)

PCDL에 찾지 못하는 성분이 없는 경우에는 Chemspider와 같은 웹 데이터베이스에 화학식 정보를 입력하면 그 화학식에 해당하는 성분 리스트를 볼 수 있다. 하지만 같은 화학식으로 구성된 성분 후보들이 많기 때문에 어떤 성분이 정답인지는 쉽게 결정하기가 어렵다. 이러한 문제를 해결할 수 있는 열쇠는 바로 MS/MS모드의 조각이온 질량 스펙트럼들이다.

같은 화학식을 가진 성분들일지라도 MS/MS로 조각나는 양상이 달라 각각의 특징있는 조각이온들이 생성되기 때문에 조각이온의 질량 스펙트럼으로 매칭해 보면 후보 수를 더욱 줄여주어 정답을 쉽게 찾을 수 있다. 이러한 과정을 자동으로 웹데이터베이스 또는 PCDL에 연동하여 검색 및 매칭하여 보여주는 기능이 바로 MSC이다(그림 8).



(그림 8) MSC에서 Chemspider와 연동하여 검색된 후보 물질리스트

결론

Q-TOF LC/MS/MS는 target, non-target 및 unknown 성분에 대한 정확한 질량값, 화학식, 성분명 및 구조에 대한 정보를 얻어 정성분석을 할 수 있는 유일한 분석기라 할 수 있다. 그러나 시료 분석 후 데이터를 해석하는 과정은 많은 분석자들의 발목을 잡고 있어 전체적인 분석 과정에서 가장 많은 시간과 노력이 드는 것이 현실이다. 이러한 문제점을 획기적으로 해결하여, 빠르고 쉽고 정확하게 진행함으로써 Q-TOF LC/MS/MS의 생산성을 극대화할 수 있는 도구들을 살펴보았다. 

깨끗한 물, 성공적인 실험에 필수입니다.

Water Purification System

순수/초순수의 동향

경제발전과 더불어 다양한 산업 분야에서 순수 및 초순수의 사용이 증가하고 있으나, 환경 오염에 따른 원수의 오염에 따라 순수 및 초순수 제조장치와 처리비용이 증가하고 있다. 현재 국내에서는 화력, 원자력, 열병합 발전소 뿐 아니라 석유화학 공장, 제약 회사, 전기/전자 부품 회사, 반도체 회사 등 셀 수 없이 많은 분야에서 순수 및 초순수를 사용하고 있으며, 각 산업 분야별 공정의 특성에 따라 순수 및 초순수 제조장치의 구성과 성능에서도 다양한 차이들을 나타내고 있다.

순수란 수 중의 전해질, 유기질, 미생물, 부유성 고형물질 등의 불순물을 이온교환법, 역삼투압법, 증류법 등의 제거 방식을 통하여 제거한 물을 말하며, 초순수란 순수에 남아 있는 이온까지도 완벽하게 제거한 물을 말한다. 순수와 초순수의 경계가 명확하지 않으며 사용하는 응용에 따라 필요한 수질의 차이가 조금씩 다르기 때문에 국제 표준화 기구인 ASTM에서 각 순수 및 초순수에 대한 규격을 정의하고 있다. 본 자료에서는 순수/초순수의 국제 표준 기준 및 응용분야에 대해 알아보려고 한다.

순수/초순수의 국제 표준 기준

과거에는 물의 순도를 정할 때 증류 횟수로 구분을 하였다. 하지만 이 방법은 물의 특성상 비과학적이며, 휘발성 물질이 오염되어 있을 경우 아무리 증류를 시켜도 완전한 제거가 불가능할 뿐만 아니라 증류 이후 수질에 많은 변화가 발생할 수 있다. 따라서 최근에는 국제표준화기구인 ASTM(American Society for Testing and Materials, 미국재료시험협회)의 기준에 따라 순수/초순수를 다음과 같은 3단계로 분류하고 있으며, 각 규격마다 만족해야 하는 항목별 오염한계를 정해놓고 있다.

ASTM Type I(시약급 순수/Reagent Grade Water)

초순수는 HPLC 이동상, 표준용액 및 GC, HPLC, AA, ICP-MS 등과 같은 정밀한 분석 장비의 샘플 희석을 위한 용매로 사용된다. 또한 포유류 세포배양, 체외수정을 위한 배양액과 버퍼제조에 사용되며, 분자생물학 분야와 전기영동, blotting 용액 제조에 사용된다.

ASTM Type II(분석급 순수/Analytical Grade Water)

시약/분석급 순수는 일반적으로 버퍼, pH 용액, 미생물배지 제조에 사용되며, 초순수 제조장치의 공급수로 사용된다. 또한 각종 화학 분석장비, 세포배양기 등 기기의 공급수로 사용되고, 화학분석이나 합성에 필요한 시약 제조로도 사용된다.

ASTM Type III(일반 실험실용 순수/Laboratory Grade Water)

순수는 실험에 사용되는 가장 낮은 등급의 물로서 실험기구 세척, autoclave나 항온수조의 공급수로 사용된다.

〈표 1〉 국제 표준 기구(ASTM)에 따른 순수/초순수 규격

	Type I	Type II	Type III
Conductivity at 25 °C (µs/cm)	0.056	0.1	0.25
Resistivity at 25 °C (MΩ·cm)	18.2	10	4
TOC/ppb, µg/L	50	50	200
Sodium, µg/L	1	5	10
Chloride, µg/L	1	5	10
Total Silica, µg/mL	< 2	< 3	< 500

영인과학 순수/초순수 제조장치

영인과학에서는 2014년 3월부터 순수/초순수 제조장치를 직접 제조/판매하고 있는데, ASTM Type III의 RO(Reverse Osmosis)수를 생산하는 BASIC 360, 362 모델과 ASTM Type II의 이온교환수를 생산하는 BASIC 361, 363 모델, 그리고 ASTM Type I의

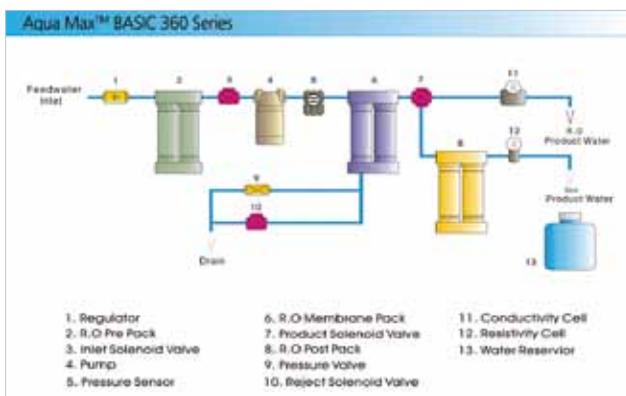


초순수를 제조하는 ULTRA 370 Series로 나뉘어져 있다(BASIC 360, 362 모델은 추후 필요 시 RO Post Pack을 장착하여 이온교환수로 업그레이드 가능).

BASIC 360 Series는 RO수의 360 및 362 모델과 이온교환수의 361, 363 모델로 출시되고 있다. 360과 362는 시간당 10 L의 생산이 가능하며, 361과 363 모델은 시간당 20 L의 생산이 가능하기 때문에 각 응용 및 필요 생산량에 따라 제품 선택이 가능하다. 각 제품별 수질은 <표 2>와 같다.

<표 2> 순수 제조장치(BASIC 360 Series)의 제품별 수질

	BASIC 360, 362 (RO수)	BASIC 361, 363(이온교환수)
수질	이온 제거 : 95~99%	10~15 MΩ·cm
	입자 제거 : 99%	
	유기물 제거 : 99%	
	박테리아 제거 : 99.99%	
	파이로젠 제거 : 99%	



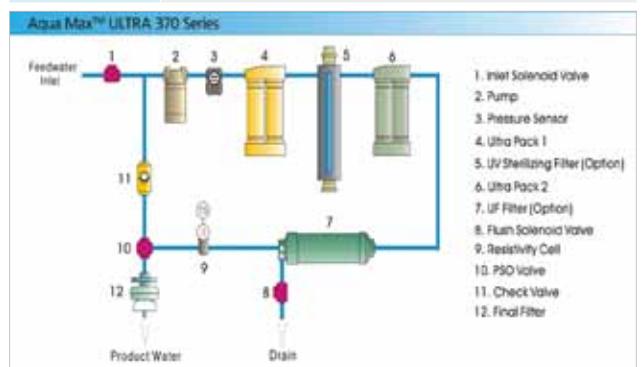
<그림 1> 순수제조장치의 유로 구성도

ULTRA 370 Series는 필터의 종류에 따라 4가지 모델로 출시되고 있다. 기본형으로 출시되는 370 모델부터 UF Filter를 사용하는 371, UV Filter를 사용하는 372, UV/UF Filter를 사용하는 373으로 구분이 된다.

UF(Ultra Filtration) Filter는 물 속에 남아있는 각종 세균 및 불순물을 걸러내어 미세한 생명과학 실험에서 Pyrogen을 0.06 EU/mL 이하로 제거하는 역할을 하여, 포유류 세포 배양, DNA 재조합 연구, 전기영동겔 제조, 단일클론항체 생성 연구 등의 응용에 적합하다. UV Filter는 현저히 낮은 유기물 수치(TOC < 5 ppb)가 필요한 분석급 실험 시약 제조에 적합한 초순수를 제공하기 때문에, 극미량 무기 및 유기 분석, GC/MS와 TOC 분석 등의 응용에 사용할 수 있다. 이 외에도 두 가지 필터가 모두 포함된 373 모델을 통하여 위 응용 뿐 아니라 PCR, 2차원 전기영동, 중요한 세포의 배양연구 등의 응용에 사용이 가능하다. 370 Series의 제품별 수질은 <표 3>과 같다.

<표 3> 초순수 제조장치(ULTRA 370 Series)의 제품별 수질

	ULTRA 370	ULTRA 371	ULTRA 372	ULTRA 373
TOC	5~10 ppb	5~10 ppb	1~5 ppb	1~5 ppb
Pyrogen	-	< 0.06 EU/mL	-	< 0.06 EU/mL
Particles	< 1/mL			
Microorganic	< 1 cfu/mL			
Silicates	< 0.1 ppb			
Heavy metals	< 0.1 ppb			



<그림 2> 초순수제조장치의 유로 구성도

아무리 깨끗한 물이라도 미생물이나 유·무기물이 포함될 수 있기 때문에, 각종 실험실 및 연구부서에서는 이론상 최대한 순수한 물, 즉 초순수 제조장치의 사용이 선택이 아닌 필수가 되어 가고 있다. 영인과학의 순수/초순수 제조장치는 뛰어난 성능, 편리한 사용 및 간편한 유지보수가 가능하여 앞으로 보다 많은 실험자들에게 최적의 솔루션을 제공할 수 있을 것으로 기대한다.

110가지 미량 잔류농약의 다성분 동시 분석



식품안전에 대한 국민들의 관심이 높아지며 전세계적으로 많은 정부기관들은 식품 중 잔류농약에 대한 최대잔류허용기준(MRL: Maximum Residue Levels)을 점차 낮추며 규제를 강화하고 있다.

일본 및 유럽의 경우, 기본적으로 식품 중 농약 각 성분의 최대잔류허용기준은 0.01 mg/kg 또는 10 ng/g으로 규제하고 있다. 이는 식품 및 농약의 종류에 따라 약간씩 차이가 있으며, 특히 유아나 어린이들이 섭취하는 식품의 경우 최대잔류허용기준을 가능한 낮추려고 노력하고 있다.

분석적인 입장에서 볼 때 최대잔류허용기준이 점차 낮아진다는 것은 검출한계가 더 낮은 고감도의 분석기기를 필요로 하게 된다는 것이다. 또한 식품시료의 경우, matrix가 매우 복잡하고, 방해성분이 많은 특성을 가지고 있다. 나아가 식품안전에 대한 높은 관심에 따라 분석 시료 또한 점차 증가하고 있다.

본 자료는 Agilent사 7000C GC-QQQ(Triple Quadrupole GC/MS)를 활용한 잔류농약 분석결과를 기술한 것으로, MS/MS 기술을 통해 방해요소에 의한 영향을 최소화하며, 최소정량한계 값을 낮출 수 있음을 살펴보고자 한다.

분석 조건

본 분석은 Agilent사 7890B GC와 7000C GC-QQQ 시스템으로 수행하였으며, EI(electron ionization) 모드를 사용하였다. 특히 기기 내 시료 이동 경로의 비활성도를 최대한 높이기 위해 분석컬럼 및 liner, ferrule 등의 소모품은 ultra inert 제품군을 사용하였다.



왼쪽 : Agilent사 7890B GC / 오른쪽 : Agilent사 7000C GC-QQQ

시료전처리

과일류와 채소류에 대한 시료전처리는 미국 공인분석화학회(AOAC)에서 검증된 QuEChERS(캐처스: Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe)법에 기반한 Agilent 키트(p/n 5982-5755, 5982-5058)를 사용하였다. 또한 sample matrix와 동일한

상태의 바탕시료 제조 및 검량선 작성을 위한 시료 제조를 위해 1 g/mL의 호박(winter squash), 자두(plum) 샘플을 가지고 전처리를 진행하였다.

분석결과 I - 검량선 작성

검량선 작성을 위해 호박과 자두 2가지의 샘플을 가지고 제조한 바탕시료에 110가지의 농약 표준물질을 주입하여 GC-QQQ로 분석하였다.

검량선은 0.1, 0.5, 1, 5, 10, 20, 50, 100 ng/g의 8개 농도를 한 세트에 하여 작성하였으며, 각 세트는 5회 반복주입하였다. <그림 1>은 3번 세트를 가지고 작성한 검량선의 예를 나타내며, 나머지 4개의 세트는 파란색으로 함께 표기하였다. 검량선 작성결과, 상관계수값(R^2)은 모든 경우에서 > 0.99로 계산되었다.

분석결과 II - 최소정량한계 측정

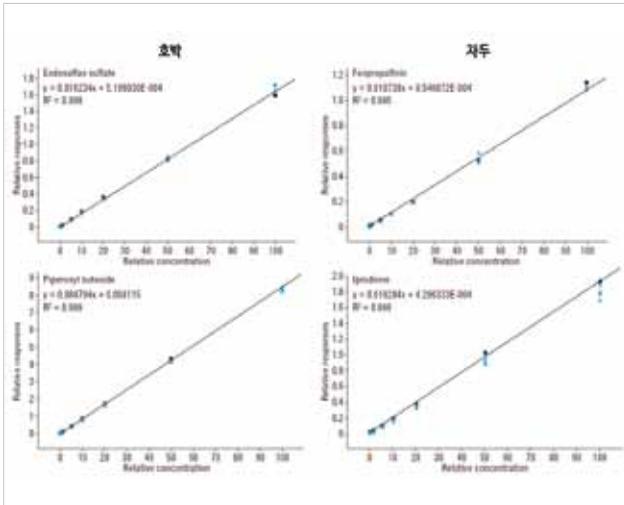
본 자료에서 사용한 최소정량한계(LOQ: limit of quantitation) 값에 대한 기준은 S/N이 10보다 크고, 5회 반복분석의 상대표준편차(RSD; Relative Standard Deviation)가 20보다 작거나 같은 것으로 하였다. <그림 2>는 호박과 자두 2가지의 샘플에서 측정된 최소정량한계의 예를 나타낸 것이다.

110가지 농약 성분들에 대해 측정된 최소정량한계값을 유럽연합의 최대잔류허용기준과 비교하여 <표 1>에 나타내었다.

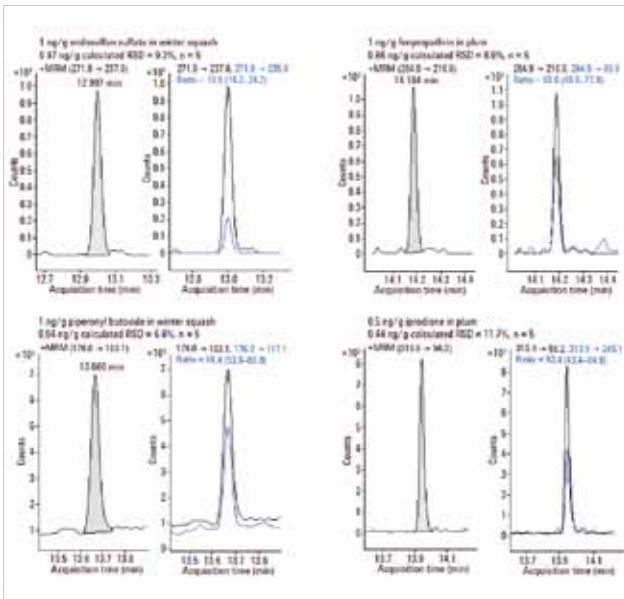
호박의 경우, 84가지 농약 성분들에서 최소정량한계값이 1 ng/g 이하로 측정되었으며, 총 100가지 농약 성분들에서 5 ng/g 이하로 나타났다. 자두에서도 유사한 결과를 보였으며, 83가지 농약 성분들에서 최소정량한계값이 1 ng/g 이하, 총 100가지 농약성분들에서 5 ng/g 이하로 나타났다(지면관계상 일부 데이터만 수록함).

<표 1> 농약별 최소정량한계 측정값과 유럽연합의 최대잔류허용기준 비교

Pesticide	EU MRL in winter squash (ng/g)	LOQ (ng/g)	EU MRL in plum (ng/g)	LOQ (ng/g)
Aldrin and dieldrin	30	1, 10	10	0.5, 5
BHC (alpha-, beta-)	10	0.5, 0.5	10	1, 1
Bifenthrin	50	1	200	0.5
Bromopropylate	10	0.1	10	0.1
Captan	20	1	7,000	5
Chlordane (cis-, trans-)	10	0.5, 0.5	10	0.5, 0.5
Chlorfenapyr	10	5	10	10
Chlorothalonil	1,000	0.5	10	1
Chlorpropham	50	0.5	50	0.5
Chlorpyrifos methyl	50	0.5	50	1
Cyfluthrin I-IV	20	1	200	1
Cyhalothrin	10	5	10	5
Cyprodinil	50	0.5	2,000	1
DDT-p,p'	50	0.5	50	0.5
Deltamethrin, cis-	200	1	100	5
Dicloran	300	1	100	1
Diphenylamine	50	0.5	50	1
Disulfoton	10	1	10	1
Endosulfan, alpha-	50	5	50	10
Endosulfan, beta-	50	5	50	5
Endosulfan Sulfate	50	1	50	0.5
Endrin	10	5	10	5
Fenpropathrin	10	1	10	1
Fipronil	5	0.5	5	0.5
Fludioxonil	300	0.5	500	1
Folpet	1,000	0.5	10	0.1
Iprodione	1,000	0.5	3,000	0.5



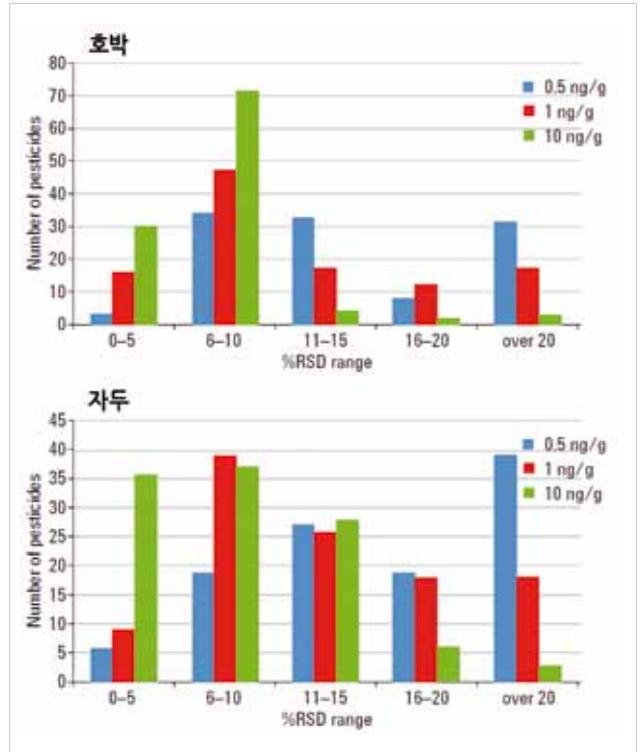
〈그림 1〉 호박과 자두 샘플에 대한 110가지 농약 성분 검량선 작성 예



〈그림 2〉 호박과 자두 샘플에 대한 110가지 농약 성분 최소검량한계 측정 예

분석결과 III - 상대표준편차 측정

앞서 분석결과 I에서 설명한 검량선 작성에서 사용된 데이터 중 0.5, 1, 10 ng/g 농도에서 계산된 각 sample별 상대표준편차 (n=5)의 분포도를 〈그림 3〉에 나타내었다. 110가지의 농약 성분들에 대해 호박, 자두 모두 92가지의 성분들(약 84%)이 1 ng/g에서 상대표준편차가 20 이하로 나타났다.



〈그림 3〉 호박과 자두 샘플에 대한 110가지 농약 성분 상대표준편차 분포도

결론

Agilent사 7000C GC-QQQ는 MS/MS 기능을 통해 방해요소에 의한 영향을 최소화할 수 있어, 최소검량한계를 낮출 수 있는 고감도 분석기기이다. 또한 MS/MS 기능의 경우, GC 컬럼에서 농약성분들의 피크 분리가 완전히 이루어지지 않더라도 정성/정량 분석이 가능하여 다량의 시료에 대해서도 빠른 시간 내 다성분 동시분석이 가능한 특징을 가지고 있다.

분석결과, 자두의 경우 110가지 농약 성분들의 75%에서 최소검량한계가 1 ng/g 이하로 나타났으며, 호박의 경우 110가지 농약 성분들의 76%에서 최소검량한계가 1 ng/g 이하로 나타났다. 전체 농약 성분들의 91%가 자두, 호박 시료 모두에서 최소검량한계가 5 ng/g 이하로 나타나 유럽연합의 최대잔류허용기준을 정량하는데 적합한 것으로 연구되었다.

시료전처리 자동화 시스템을 활용한 시금치 중 잔류농약 분석



개요

QuEChERS(캐처스: Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe)법은 농산물에서 잔류농약을 확인하기 위해 개발된 추출 방법이다. QuEChERS 기술의 선호도가 높아지고 시료 검사 수가 증가함에 따라 추출 기술의 자동화에 대한 요구가 증가하고 있다. 본 자료에서는 액체/고체 추출에서부터 정제 단계까지 QuEChERS 추출의 2가지 파트를 간소화시킨 Teledyne Tekmar사 Automate-Q40을 사용한 시금치 중 잔류농약 분석에 대한 내용을 살펴보고자 한다.

본 실험의 목적은 Automate-Q40의 다양한 성능을 평가하기 위함이다. 시금치로부터 14개의 살충제를 검사하기 위해 Teledyne Tekmar사 QuEChERS 솔루션 자동화 시스템(Automate-Q40)과 Agilent사 LC/MS/MS가 사용되었다. 정량화는 방법의 정확성을 보장하기 위해 내부표준법과 함께 매트릭스와 일치된 검량선 작성(matrix-matched calibration curve)을 기반으로 하였다. QC 시료들은 Automate-Q40의 정밀성과 정확성을 보장하기 위해 20, 40, 100 ng/g에서 평가되었다. 14개 살충제 중 1개에서만 재현성 < 8%와 함께 회수율이 70~120% 범위 밖이었다.



Teledyne Tekmar사 QuEChERS 솔루션 자동화 시스템 (Automate-Q40)

서론

식품산업의 세계화가 가속됨에 따라 식품 안전에 대한 걱정이 더욱 높아지고 있다. 결과적으로, 규제 및 감시해야 하는 살충제의 수가 증가하고 있다는 것이다. QuEChERS는 농산물 중 잔류농약의 추출을 위해 2003년에 개발된 Quick-Easy-Cheap-Effective-Rugged-Safe 추출 방법이다.

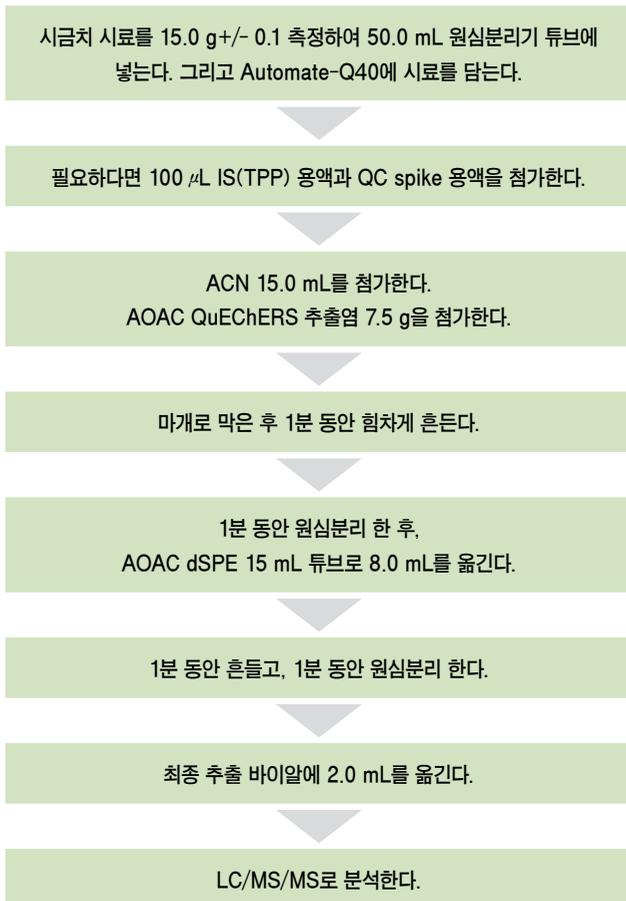
QuEChERS법의 도입은 많은 목적성분과 매트릭스를 포함하는 범위를 확장시켰다. 비록 QuEChERS는 단순화된 추출기술이지만, 용매, 추출염 첨가, 원심분리, 섞기, 버리기 그리고 dSPE 정제 과정을 수행하는 범위까지 여전히 많은 수작업 단계를 요구한다.

시금치로부터 잔류농약의 추출은 Automate-Q40을 사용하여 변경된 미국공인분석화학회 AOAC 2007.01 추출방법을 활용하였다. 정량 방법의 정확성을 위해 내부표준법과 함께 매트릭스와 일치된 검량선 작성(matrix-matched calibration curve)을 기반으로 측정하였다. QC 시료들은 Automate-Q40의 정밀성과 정확성을 보장하기 위해 20, 40, 100 ng/g에서 평가되었다.

분석 조건

시료 전처리/추출

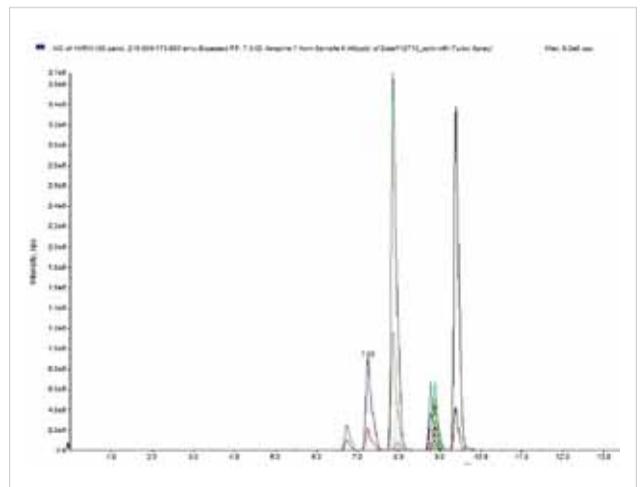
시금치 시료는 AOAC 공인 방법인 2007.01(아세트나이트릴 추출과 황산마그네슘 분배에 의한 식품 중의 잔류농약 측정)에 따라 준비된다. 이 시료들은 시료분석할 때까지 냉동고에 보관한다. <그림 1>은 시료전처리와 시금치로부터 잔류농약 추출 단계를 보여준다.



<그림 1> Automate-Q40 잔류농약 추출 단계

이 분석을 위해, Automate-Q40은 AOAC QuEChERS 추출염 (MgSO₄와 NaOAc)을 사용했다. 또한 Automate-Q40은 dSPE 정제단계를 위해 MgSO₄, PSA와 GCB(Graphitized Carbon Black)를 사용했다.

<그림 2>는 살충제 40 ng/g을 spike한 MRM 크로마토그램을 보여준다. LC 시료들은 HPLC grade의 물 900 µL에 최종 추출물 100 µL를 첨가하여 준비한다.



<그림 2> 시금치에 살충제 40 ng/g(ppb)을 spike한 시료의 크로마토그램

분석 결과

QuEChERS 추출의 자동화는 빠르고, 용이하며, 신뢰할 수 있고, 좀 더 재현성있는 추출이 가능하다. Automate-Q40을 사용함으로써, 시료들 사이의 반복성과 일관성을 향상시키면서 상당한 시간을 절감할 수 있다.

정밀성과 정확성 연구는 Automate-Q40을 사용하면서 3개의 농도에서 수행되었다. 60 µg/mL stock 살충제 용액은 시금치 시료에 첨가하기 위해 사용되었다.

Automate-Q40은 검사용 시료를 얻을 수 있는 50, 100 그리고 250 µL의 살충제 표준물질로 첨가할 수 있다(20, 40, 100 ng/g 농도로 만들어 주기 위해, 시금치에 살충제 표준물질을 각각 50, 100, 250 µL로 첨가한 것으로 보임).

〈표 1〉은 시금치 시료로부터 잔류농약을 추출하기 위해 Automate-Q40을 사용할 때, 회수율 범위가 77.58%~109.95%로 나타난다는 것을 보여준다. GCB는 정제과정에서 사용되기 때문에 carbendazim과 같은 plainer compounds는 loose media로 흡수된다. 회수율들은 Document N Sanco/12495/2011에서 권고하는 수치 내에 들어간다.

또한 Document N Sanco에서는 %RSD가 20% 이하여야 한다고 언급하고 있다. QuEChERS 추출을 위해 Automate-Q40을 사용함으로써, spike된 모든 QC 시료의 RSD가 1.17%~8.37% 범위로 높은 정확성을 보여준다.

출과정은 더 빠르고 쉬우며, 더 신뢰할 수 있는 결과를 얻을 수 있다. 또한 이 시스템은 추출의 일관성과 반복성을 향상시키면서, 시간과 노동 절감 효과를 가져올 수 있다.

〈표 1〉에서 살펴볼 수 있듯이, spike된 잔류농약은 평균 90.99%의 회수율과 2.57%의 RSD값을 갖는다. 이와 같은 수치는 뛰어난 정확성과 정밀성을 나타내므로 Automate-Q40의 수행능력을 입증하고 뛰어난 시료전처리 자동화 도구로서 사용할 수 있다고 판단된다. 

〈표 1〉 시금치 중 잔류농약 분석

Compounds	R ²	20.0 ng/g Spike		40.0 ng/g Spike		100.0 ng/g Spike	
		% Recovery	% RSD	% Recovery	% RSD	% Recovery	% RSD
Atrazine	0.9992	102.30	1.52	95.67	2.62	88.45	1.94
Azoxystrobin	0.9997	98.34	1.61	97.64	2.76	93.32	2.18
Boscalid	0.9983	109.95	8.37	105.28	4.84	92.31	2.74
Carbaryl	0.9988	100.94	2.06	95.23	2.94	90.14	1.91
Cyprodinil	0.9987	94.93	2.73	87.98	1.97	83.46	3.93
Imazalil	0.9995	87.93	1.89	85.35	2.48	80.85	1.43
Kresoxim-methyl	0.9995	103.63	3.17	96.32	3.25	93.32	2.58
Propiconazole	0.9991	101.72	1.17	96.67	2.98	91.14	2.50
Pyrimethanil	0.9987	97.81	1.72	91.91	3.64	85.73	1.19
Tebuconazole	0.9993	100.65	1.64	95.68	2.46	88.81	2.04
Thiabendazole	0.9995	90.85	2.94	86.46	1.89	81.09	2.69
Triflumazole	0.9991	92.58	2.11	82.34	1.82	77.58	2.78

결론

본 연구는 Automate-Q40을 사용하여 QuEChERS 추출 방법의 자동화를 수행할 수 있음을 보여주고 있다. Liquid handing, 염/버퍼용액의 첨가, 시료 섞기, 피펫팅 그리고 특화된 VialVision™을 사용하여 liquid level을 감지하는 것 역시 자동화되어 있다. 추

섬광검출기를 이용한 전하를 띤 입자의 검출



전자, 중간자 및 원자 핵과 같은 하전된 입자들은 주변 물질을 구성하는 전자들과의 Coulomb Interaction에 의해 에너지를 잃게 된다. 이러한 입자들에 대한 검출기를 선택할 경우, 가장 먼저 고려해야 할 부분은 '검출할 입자의 종류가 무엇인가?'이다.

본 자료에서는 크게 Weakly Penetrating Particles 및 Minimum Ionizing Particles로 나누어 각 분야에 따른 일반적인 응용 및 검출기의 성능 평가 방법에 대하여 소개하고자 한다.

Weakly Penetrating Particles

이 카테고리 내에는 낮은 에너지의 전자, 양성자, 알파 및 중이온 (heavy ion) 등이 속한다. 에너지 손실률은 입자의 전하량과 질량이 증가함에 따라 함께 증가하지만, 입자 에너지의 Scintillation light로의 변환은 감소한다.

동일한 에너지에 대해서 알파가 전자의 약 1/10의 빛을 만들어 내는 반면에 양성자는 전자의 1/4~1/2 정도의 빛을 만들어낸다. 알파/베타 측정 장비, 방사선 선량측정 장비 및 중이온 dE/dx 검출기 등의 응용이 이 카테고리에 속하며, 검출기 디자인 시 고려사항은 다음과 같다.

1. Entrance window를 매우 얇게 하여 입사광의 흡수를 방지한다(일반적으로 0.5~2 mg/cm²의 알루미늄이 코팅된 마이라(mylar)가 사용된다). 중이온의 경우 window 없이 light-tight 환경에서 직접 작동하는 것이 좋다.
2. Scintillator 선정은 보통 pulse height에 의해 결정된다. 통상적으로 베타 및 알파 측정의 경우 Plastic Scintillator의 한 종류인 BC-400 또는 BC-404가, 알파 측정의 경우 ZnS가 사용되며, CaF₂(Eu)나 CsI(Tl)도 널리 사용된다. 일반적으로 CaF₂(Eu)는 Poswich 검출기의 한 부분으로 사용되며, CsI(Tl)은 photodiode와 종종 결합하여 사용되는 검출기이다.
3. Scintillator의 두께는 검출될 입자들이 가장 많이 침투하는 범위에서 결정된다. 매우 낮은 에너지에 대해서, 1/4 mm 정도 두께의 scintillator는 window를 투과한 하전입자에 대해 gamma-ray와 반응 없이 거의 100%에 가까운 효율을 보인다. Gamma Sensitivity가 요구되거나 gamma response가 문제시 되지 않을 때에는 더 두꺼운 scintillator가 사용되기도 한다.

Minimum Ionizing Particles

이 카테고리에 속하는 입자들은 대부분 (+1)로 하전되어 있고, 매우 낮은 분자량과 높은 에너지를 가지고 있다. 이 단위입자들의 path length별 에너지 손실은 매우 적다. 이 그룹에 포함되는 일반적인 입자들은 우주와 중간자 및 fast electron이다.

〈표 1〉 Plastic Scintillator의 종류와 응용

Plastic Scintillator	Features	Application
BC-400	NE-102 equiv.	general purpose
BC-404	1.8ns time constant	fast counting
BC-408	best general purpose	TOF counters; large area
BC-412	longest attenuation length (NE-110 equiv.)	general purpose; large area; long strips
BC-414		use with BC-484 wavelength shifter
BC-416	lowest cost	"economy" scintillator, large volume
BC-418	1.4ns time constant	ultra-fast timing; small sizes
BC-420	1.5ns time constant, low self-absorption	ultra-fast timing for sheet areas > 100 mm ²
BC-422	1.4ns time constant	very fast timing; small sizes
BC-422Q	quenched; 0.7ns time constant	ultra-fast timing; ultra fast counting
BC-428	green emitter	for photodiodes and CCDs; phoswich detectors
BC-430	red emitter	for silicon photodiodes and red-enhanced PMTs
BC-436	deuterated	fast neutron
BC-440	high temperature up to 100°C	general purpose
BC-440M	high temperature up to 100°C	general purpose
BC-444	slow plastic, 285ns time constant	phoswich detectors for dE/dx studies
BC-444G	285ns time constant, green emitter	phoswich detectors for dE/dx studies
BC-452	lead loaded(5%)	x-ray dosimetry(<100keV); Mossbauer spectroscopy
BC-454	boron loaded(5%)	neutron spectrometry; thermal neutrons
BC-470	air equivalent	dosimetry
BC-490	casting resin scintillator	general purpose
BC-498	applied like paint	beta, gamma detection
BC-480	UV to blue waveshifter	Cerenkov detector
BC-482A	green emitter	waveshifter

Minimum ionizing particle은 BC-408 plastic scintillator 내에서 1.8~2 MeV/cm의 에너지를 축적하고, 각 keV당 약 10개의 scintillation 광전자들이 생성된다. 이러한 검출 방법으로 우주와의 anti-coincidence, 열량 측정 전자분광학 등의 응용에 활용 가능하다.

검출기 디자인 시 고려해야할 사항은 아래와 같다.

- 이 카테고리에 속하는 입자들은 대부분 window 및 전체 scintillator를 통과하므로 entrance window 물질 및 그 두께는 중요하지 않다. 그러나 베타 분광학과 같이 window에서의 에너지 손실이 입자의 total energy에 비해 상대적으로 작아야만 하는 경우는 예외를 들 수 있다.
- Scintillator의 두께는 신호레벨, gamma ray의 효율 및 비용에 따라 결정된다. 베타분광학에서 scintillator의 두께는 최고 에너지 베타의 추정 범위보다 10~20% 정도 크다.
- 광범위 검출기에서 light attenuation은 매우 중요한 고려요소이다. 만약 scintillator가 고유의 빛을 흡수한다면, 그 response는 scintillator의 위치에 강한 영향을 받게될 것이다. 그러나 좋은 광투과도를 가지고 있는 scintillator라면(BC-408, 412) 1미터 이상의 길이를 권장한다. 그 밖에 scintillator의 time response 및 특별한 첨가물의 필요 여부 또한 고려해야 한다. 

【 다양한 형태의 검출기 구성 】



• PMT가 장착된 검출기 • 이미지 응용을 위한 어레이 • Gamma Camera를 위한 대형 검출기

Scintillator	NaI(Tl) 비교 광출력	1/e Decay time (ns)	최대 한층 파장(nm)	광출율	밀도 g/cm ³	조화성
NaI(Tl)	100	250	415	1.85	3.67	●
CsI(Tl)	45	1000	550	1.79	4.51	▲
CsI(Na)	85	630	420	1.84	4.51	●
CsI(pure)	4-6	16	315	1.95	4.51	▲
BGO	20	300	480	2.15	7.13	X
BaF2 fast component	3	6.6-0.5	220(195)	1.54	4.88	▲
BaF2 slow component	16	630	310	1.5	4.88	▲
CaF2:Eu	50	940	435	1.47	3.18	X
GdWO4	30-50	14000	475	-2.3	7.9	X
Br(La)Ce350(LaO3(Ce)	70-90	28	360	~1.0	3.79	●
Br(La)Ce380(LaBr3(Ce)	165	16	380	~1.8	5.29	●
PrLuO4:420 Lu/8Y2S5O5(Ce) LY50	75	41	420	1.81	7.1	X
ZnSiAgI	130	110	450	2.36	4.09	X
YAG, Y3Al5O12(Ce)	15	70	550	1.82	4.55	X



체액을 이용한 세포병리 검사

세포병리(Cytology)?



세포병리(cytology) 검사는 신체 여러 부위에서 얻은 세포를 검사하여 병의 원인을 밝혀내어 진단에 활용하는 검사이다. 환자의 질환에 대한 정확한 진단을 통해 진료의 중요한 역할을 담당하는 병리과의 검사 분야 중 조직 병리 검사와 함께 가장 중요한 위치에 있다고 할 수 있다.

다양한 세포병리검사

1) 탈락 세포 검사(exfoliative cytology)

신체에서 자연적으로 탈락되어 나오는 세포들을 관찰하는 검사로, 다양한 기관의 암 진단에 이용되고 있다. 자궁경부세포검사, 객담 세포검사, 요세포검사, 체액세포검사, 뇌척수액세포검사 등으로 나뉘어질 수 있다.

2) 세침 흡인 세포 검사(Fine needle aspiration cytology, FNA)

만져지는 다양한 부위 병변의 결절에서 바늘을 통해 세포를 흡인하여 조치 후 현미경으로 관찰하여 진단한다. 갑상선, 유방, 림프절, 타액선 및 기타 연부조직 뿐만 아니라, 영상 의학 장비 또는 초음파 기기를 활용하여 심부 장기들의 검사에도 활용되고 있다.

갑상선 세포 검사

갑상선의 혹이 암인지 여부를 확실히 알아볼 수 있는 유일한 검사법으로 통상 세포 검사가 일차적으로 시행된다. 세포 검사는 주사 바늘을 이용하여 갑상선의 혹을 찢어 미량의 세포를 얻어 슬라이드 표본을 제작한 후 현미경으로 검사한다.

주사 맞는 정도로 통증이 거의 없고, 마취가 불필요하고, 입원 및 부작용 걱정도 없다는 장점이 있으며, 신속한 검사 및 쉬운 반복 검사가 가능하다. 일반적으로 세포 검사를 이용하여 암 여부를 확인(약 80~90%)할 수 있고, 추가적인 조직 검사 등이 필요한 경우가 있다.



<갑상선암(글, 그림 출처 : 보건복지부)>

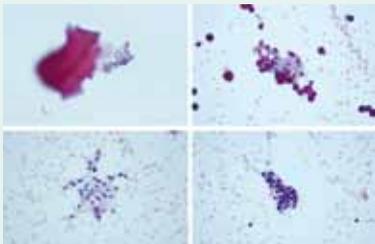
그 외에도 검사 기술의 발전과 전산시스템의 활용 등에 의한 향상된 진단이 이루어지고 있다. 또한 세포병리검체를 이용해서 HPV, TB, B-raf 등 추가적인 분자 병리 검사의 향상된 진단 결과를 위해 활용되고 있다.

액상 세포 검사(Liquid Based Cytology, LBC)

액상 세포 검사란 과거 50년 이상 pap smear 검사로 알려진 자궁경부세포검사의 검사 방법을 개선하기 위한 목적으로 개발된 방법이다. 기존 검사방법의 민감도를 향상시키려는 목적으로 개발되었으며, 만족스러운 슬라이드 제조를 통한 검사 오류 감소에 도움이 되고 있다. 슬라이드 제조 후 남은 샘플을 통해 분자 병리분야에 적용할 수 있으며, 향상된 진단 결과 산출에 도움이 되고 있다.



영인과학이 공급하고 있는 NPS series(Novacyt사, 프랑스)는 모든 과정이 전자동화되어 있는 액상세포검사 시스템으로, 오염 방지를 위한 closing type의 재료를 이용하며, 이중 침전 방식을 통해 원하는 세포만 선별하여 우수한 품질의 검사 슬라이드를 제작할 수 있다.



NPS series stained slide image(Non-Gyn Thyroid 1, 2, 3, 4)

Application of Cytology



암 예방을 위한 조기 선별 방법으로 활용되고 있으며, 이로 인해 다양한 암의 발생 빈도가 현저히 감소하고 있다. Pap smear 검사에 의한 자궁경부암이 좋은 사례가 될 수 있다. 뿐만 아니라, 다양한 암의 진단을 위한 검사법으로도 넓게 활용되고 있는데, 주로 FNA 검사가 많이 사용되고 있다. 물론, 암치료가 끝난 환자들의 정기적인 검사에도 세포병리 방법들이 이용되고 있다.

세포병리 검사는 조직 병리검사에 비해 morphology가 불분명하고, 채취 가능한 표본의 양이 적어서 일부 진단에는 어려움이 있을 수 있기 때문에, 확진검사를 위해서는 조직 검사를 추가적으로 진행해야 한다.

세포병리 검사는 검사시 환자의 고통이 비교적 적으며, 대부분 간단한 검사가 가능할 뿐만 아니라, 샘플 표본을 채취할 수 있는 범위가 넓기 때문에 조직검사에 비해 상대적으로 다양한 장점들을 가지고 있다. 또한 검사 시간이 짧고, 민감도와 특이도도 비교적 높은 검사방법으로 다양하게 활용되고 있다.

Work Flow of Cytology



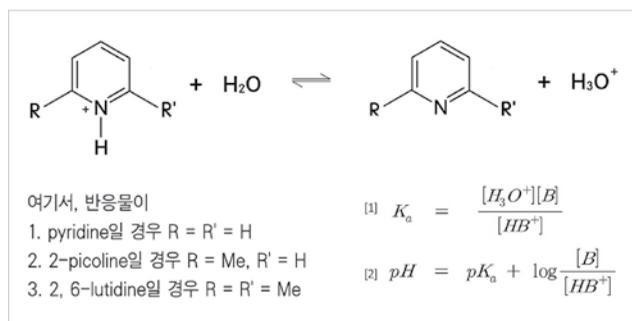
탁상형 NMR Spectrometer를 이용한 pKa(산해리상수) 측정



개요

일반적으로 NMR은 chemical-shift, 적분 등 화학적 평형에 관하여 고정된 화학 구조를 분석하는 장비이다. 하지만 반응물의 농도, 온도, pH 등에 따라 시료 내에서 화학적, 물리적 변화가 발생할 수 있다. 예를 들어 질소를 함유한 염기는 질소에 고립된 양성자 한 쌍이 부가되기 때문에 pH 변화가 일어난다. pH가 높은 염기(B)는 시료 내에서 독립적으로 존재하고, 낮은 pH의 질소는 화합물(BH⁺)에 양성자를 넘겨주게 된다. 양성자를 넘겨 받아 생성되는 BH⁺와 B는 화학적 평형을 이루게 된다. 이는 아래 구조식과 [1]번식 또는 [2]번 Henderson-Hasselbalch 방정식으로 확인할 수 있다.

일반적으로 NMR은 부피가 크고 분석시간도 많이 소요되기 때문에 대학교 학부에서 화학 실험용으로 사용하기에는 무리가 따른다. 최근 영인과학에서 공급하고 있는 Nanalysis사의 NMReady는 탁상용 NMR 장비로, 이러한 제약을 극복하여 학부 내 실험을 보다 빠르고 쉽게 진행할 수 있다. NMReady는 산 염기 평형, 적정, 생화학, pH에 따른 chemical-shift 등을 확인하는 데 사용할 수 있다. 나아가 최종적으로 질소를 함유한 염기(adenine, guanine, pyridine 등)의 pKa(산해리상수)를 구하는 것이 목적이다.



$$^{[3]} \delta = \delta_{BH^+} x_{BH^+} + \delta_B x_B$$

$$^{[4]} x_B = \frac{\delta_{pH=1} - \delta}{\delta_{pH=1} - \delta_{pH=13}}$$

$$^{[5]} x_{BH^+} + x_B = 1$$

B와 BH⁺ 사이의 평형은 속도가 빨라 구조의 공명을 볼 수 없지만, 무게변화, 시간평균 chemical-shift를 관찰할 수 있다. 여기서 용액의 pH를 달리하여 chemical-shift와 적정곡선을 만들 수 있다. 또한 다음 [3]~[5]식을 이용하여 중화점을 찾을 수 있다.

시료전처리

- ① 우선 시료의 pH를 조절하기 위한 1 M HCl과 KOH 용액 5 mL를 D₂O에 첨가하고, 0.1 M KOH 저장용액을 준비한다.
- ② 0.25 M N(CH₃)₄·D₂O 용액 3 mL와 1 M HCl·D₂O 용액 2 mL, D₂O 12 mL와 염기를 50 mL 플라스크에 준비한다.
- ③ 교반용 자석과 교반기, pH 미터기를 준비한 후 시료의 pH를 측정한다. 만약 시료의 pH가 1보다 클 경우 1이 되도록 HCl 저장 용액을 첨가한다.
- ④ 0.7 mL의 시료를 NMR 튜브에 옮긴다.
- ⑤ 천천히 KOH 저장 용액을 첨가하여 시료의 pH를 높인다.
- ⑥ 매 pH 0.5 또는 1이 증가할 때마다 시료 0.7 mL를 NMR 튜브에 옮긴다. 단, pH 4 미만일때와 pH 7 초과시에는 적정속도를 느리게 해야 한다.

분석장비

본 실험에 사용된 NMR 장비는 학부 교육용 및 연구용으로 최적화된 Nanalysis사의 bench-top 60 MHz의 NMR 시스템이

다. Nanalysis사의 60 MHz NMR은 2013년에 개발 및 생산되어 현재 캐나다 알버타대학, 마운트로얄대학, 사스카추완인스티튜트, 미국 플로리다대학, 일본 후쿠이공업기술센터, 그리고 국내 연세대학교, 포항공대, 경북대학교, 동진썬미켈 등에서 학부 교육용 및 QC용으로 효과적으로 사용되고 있다.

NMReady



NMReady는 다음과 같은 특징이 있다.

① 뛰어난 성능

- 높은 해상도(50 ppb)와 피크 분리 능력을 갖춘 세계 최초의 휴대형 60 MHz NMR 스펙트로미터
- 1 H, 19 F 전용이며, 1.4 T의 영구자석이 사용

② 콤팩트&포터블

- 총 중량 18 kg
- 작은 실험실에서 사용 가능하며 후드, 글로브 박스 내에서도 사용 가능

③ 호환성

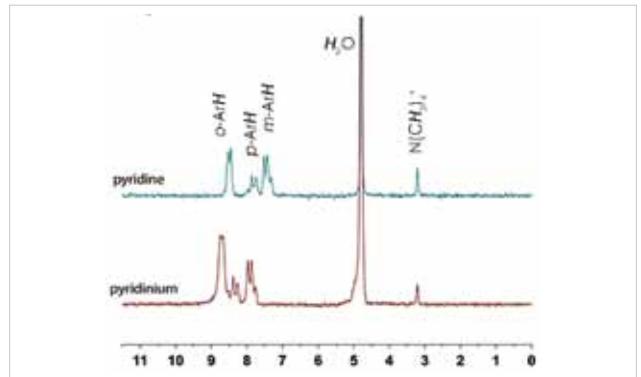
- USB 드라이브, LAN선, 프린터 등 외부 연결 기기와의 호환성이 좋아 언제 어디서든 데이터 전송 가능

④ 사용 편리성

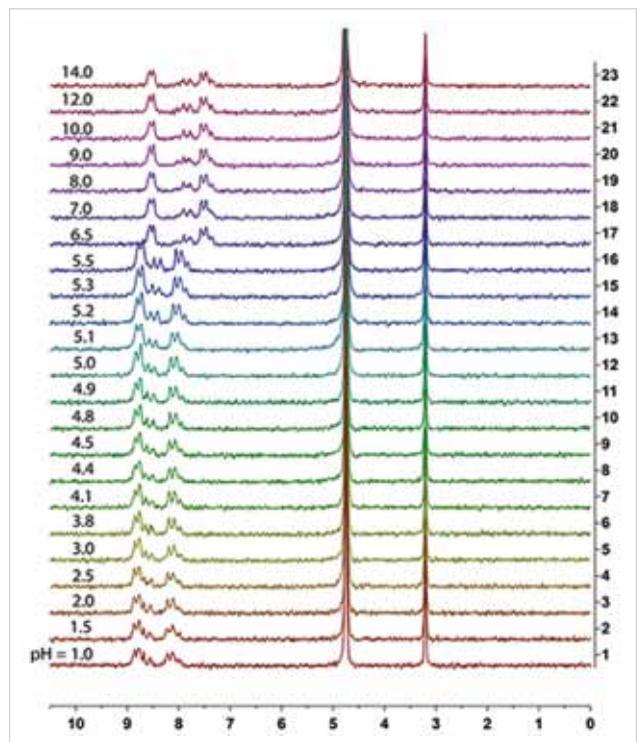
- 높은 감도와 해상도로 신속한 분석 수행
- 터치스크린을 이용하여 쉽고 빠르게 데이터 처리 수행

⑤ 적은 유지보수

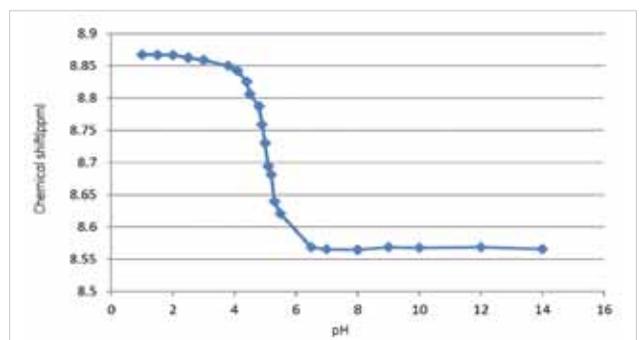
- NMReady의 자기장은 영구적으로 발생
- Cryogen 같은 냉매 불필요
- 유지 보수 비용 적게 소요



〈그림 1〉 Pyridine과 Pyridinium의 NMR 피크



〈그림 2〉 pH 변화에 따른 Pyridine과 Pyridinium의 피크 변화



〈그림 3〉 NMR에서 시료 pH에 따른 ArH 공명의 chemical shift 변화곡선

분석조건

- Sweep width : 12 ppm
- Number of scan : 32
- Delay time : 0.5 초
- Total time : 2 분

결과

NMR 데이터를 가공할 수 있는 MNova 소프트웨어를 통하여 원본 데이터의 베이스라인 등을 알맞게 조정할 수 있다. 눈에 띄는 D₂O 피크와 reference 피크가 되는 N(CH₃)₄ ($\delta=3.207$ ppm), 시료 피크 등을 확인할 수 있다. 원본 데이터에서 각 시료의 reference N(CH₃)₄ 피크는 3.207 ppm이 아닐 것이다.

따라서 모든 시료의 reference를 일치시키면 다음 <표 1>과 같은 시료의 chemical-shift를 확인할 수 있다. 또한 <그림 3>은 pH 변화에 따른 chemical-shift 변화곡선이다.

<표 1> Chemical-shift

시료 pH	교정 후 o-ArH ppm
1	8.8675
1.5	8.867
2	8.8667
2.5	8.8626
3	8.8589
3.8	8.8502
4.1	8.8423
4.4	8.8252
4.5	8.8061
4.8	8.7871
4.9	8.7587
5	8.73
5.1	8.6942
5.2	8.6811
5.3	8.6397
5.5	8.6205
6.5	8.5683
7	8.5655
8	8.5647
9	8.5686
10	8.5676
12	8.5685
14	8.5657

pK_a(산해리상수) 산출 방법

- 1) 각 ortho-, meta-, para- 공명에서 하나의 피크에 대하여
 - ① Chemical-shift와 pH 곡선을 그린다.
 - ② 적정곡선에서 중화점을 찾는다.
 - ③ Pyridine(xB)과 pyridinium(xBH⁺)의 몰분율을 [4]와 [5]식을 이용하여 구한다. 단, $x_B = x_{BH^+}$ & $pH = pK_a$
 - ④ pH에 따른 $\log[x_B/x_{BH^+}]$ 의 곡선을 그린다. Henderson Hasselbalch 방정식에 따라 y 절편은 pK_a가 될 것이다. 이 값을 적정 곡선과 어떻게 비교를 할 것인가?
 - ⑤ 얻어진 pK_a와 문헌 값을 비교 하였을때 정확도와 오류를 검증하여야 한다.
- 2) pH에 영향을 받는 것은 어떤 결합인지 확인한다.
- 3) 가능한 많은 수의 질소를 포함하는 염기에 대한 NMR 데이터를 축적한다.
- 4) 강염기와 약염기를 찾는다.
- 5) Pyridinium의 N-H 공명이 보이는지 확인한다.
- 6) 찾은 결과를 이용하여 Pyridine, 2-, 3-, 4-picoline, 2,3-, 2,4-, 2,5-, 2,6-, 3,4-, 3,5-lutidine의 염기도를 예측한다. 



교육의 장에서 교류의 장으로... 세미나(Seminar)

국내 분석기기에 대한 보급률이 낮고, 분석기기 및 응용관련 정보 획득이 제한적이었던 과거에는 영인과학의 세미나가 교육의 장으로 활용되었습니다. 하지만 국내 분석기기의 보급률이 높아지고, 인터넷이 발달되면서 이제 세미나는 교육의 장을 넘어 정보, 지식 교류의 장으로 활용되고 있습니다.

영인과학에서는 시대 흐름에 따라, 그리고 변화되는 고객분들의 요구 사항에 따라 다양한 형태의 세미나를 진행하고 있습니다.

Public 세미나

가장 일반적인 세미나의 형태로 외부의 세미나장에서 고객분들을 모시고 대규모(약 100여명 이상)로 진행되는 세미나입니다. 최근에는 주로 국내 최초로 소개되는 신제품에 대해 외국 제조사의 전문 강사를 초청하여 새로운 하드웨어의 신기술을 주제로 진행되고 있습니다.



영인과학의 대표적인 public 세미나로는 매년 가을에 진행되는 “최신분석기술 솔루션 세미나”가 있습니다. 한 해 동안 소개된 신제품, 새로운 기술과 새로운 응용 및 분석법을 종합하여 소개드리는 세미나로 서울, 부산, 대전 등 대도시 뿐만 아니라 중소 도시들도 순회하며 많은 고객분들과 만나고 있습니다.

e-세미나

Public 세미나의 경우, 특정 외부 장소에서 진행됨에 따라 세미나에 참석하기 위해서는 시간을 내야 하고, 서울에서 진행되는 경우 지방에서 올라오는데 어려움이 있을 수 있습니다. e-세미나의 경우 인터넷의 보급과 인터넷을 활용한 소프트웨어의 기술이 발전하면서, public 세미나의 공간적 제한 없이 인터넷이 연결된 곳이라면 어디서나 참석이 가능한 세미나입니다.

영인과학에서는 매월 2~4회 정도의 e-세미나를 진행하고 있습니다. 기체 크로마토그래프(GC), 액체 크로마토그래프(LC), 질량분석기(MS), 총유기탄소분석기(TOC), 마이크로웨이브 시료전처리 장비 등 실험실에서 많이 사용하고 있는 분석기기들의 제품 원리에서부터 언론 보도 등을 통해 관심이 높아지는 분석 관련 핫이슈에 대한 사항까지 다양한 주제로 진행되고 있습니다.



Deminar(데미나)

Deminar는 Demonstration과 Seminar를 합성하여 사용하는 명칭으로 세미나의 형태에 직접 분석기기를 사용해 분석해 보는 기기 데모를 함께 진행하는 세미나입니다. 고가 장비의 경우 상대적으로 국내 보급률이 낮고, 분석에 있어서도 많은 기술을 요구하는 만큼 직접 기기를 사용해 분석을 해 보는 것이 기기에 대한 이해도와 활용율을 높일 수 있게 됩니다.



영인과학에서는 LC-QQQ, GC-QQQ 등의 삼중-사중극자 텐덤질량분석기 제품군을 중심으로 기기 분석 실습을 포함함 Deminar(데미나)를 진행하고 있습니다.

영인과학에서 진행하는 다양한 세미나에 대한 일정 및 상세 내용은 웹사이트(www.youngin.com)의 뉴스 > 세미나에서 확인하실 수 있으며, 매주 뉴스레터를 통해 공지되고 있습니다. 웹사이트를 통해 필요하신 세미나를 확인하신 후, 참가신청을 하시면 됩니다.

HPLC 소모품 점검 및 교체 주기

Pump			
증상	점검 사항	Part No.	소모품
펌프 Leak 발생	Fitting 연결이 잘 되었는가?	5062-2418	1/16" SS fittings
		5063-6591	1/16" SS long fittings
		5067-1540	1/16" SS 600bar
		5042-8957	1/16" PEEK 600bar
		※ PEEK 피팅은 250 bar 이상이 되면 연결부에서 leak가 발생	
	Pump head seals이 정상인가?	5063-6589	Piston seals, graphite filled PTFE(reversed phase) for G1310A, G1311A, G1312A, G1376A, G2226A, 1120, 1220, G1310B, G1311B, G1311C, G1312B, G1312C
		0905-1420	Piston seals, polyethylene(normal phase) for G1310A, G1311A, G1312A, G1376A, G2226A, 1120, 1220, G1310B, G1311B, G1311C, G1312B, G1312C
	Pump head sapphire piston이 정상인가?	5063-6586	Sapphire piston for G1310A, G1311A, G1312A, G1376A, G2226A, 1120, 1220, G1310B, G1311B, G1311C, G1312B, G1312C
	Active inlet valve(AIV)가 정상인가?	G1312-60025	AIV without cartridge for G1310A, G1311A, G1312A, G1376A, G2226A, G1310B, G1312B, G1312C
		5062-8562	Cartridge for active inlet, 400 bar for G1310A, G1311A, G1312A, G1376A, G1312C
		G1312-60020	Cartridge for active inlet, 600 bar for G1312B
		5001-3708	Gold seal, inlet
	Outlet ball valve(OBV)가 정상인가?	G1312-60067	Outlet ball valve for G1310A, G1311A, G1312A, G1376A, G2226A, 1120, 1220, G1310B, G1311B, G1311C, G1312B, G1312C
		5067-4728	Seal Cap
펌프 압력이 높다.	Purge valve frit이 오염되었는가?	01018-22707	PTFE frits
		5067-4728	Seal Cap
		G4280-60061	Purge valve assembly for G1311C, G1312C, 1220
		G1312-60061	Purge valve assembly for G1310A, G1311A, G1312A, G1376A, G2226A, 1120, 1220, G1310B, G1311B, G1312B, G1311C, G1312C
	Active inlet valve cartridge가 오염되었는가?	G1312-60025	Active inlet valve without cartridge for G1310A, G1311A, G1312A, G1376A, G2226A, G1312B, G1312C
		5062-8562	Cartridge ofr active inlet, 400bar for G1310A, G1311A, G1312A, G1376A, G2226A, G1312C
		G1312-60020	Cartridge ofr active inlet, 600bar for G1312B
		5067-4728	Seal Cap
	Outlet ball valve가 오염되었는가?	G1312-60067	Outlet ball valve
		5067-4728	Seal Cap

Autosampler(ALS)			
증상	점검 사항	Part No.	소모품
자동 시료 주입기(ALS) Leak 발생	Fitting 연결이 잘 되었는가?		
	Needle seat이 손상되었는가?	G1313-87201	Needle assembly(standard autosampler)
		G1329-87017	Standard needle seat, PEEK 0.17 mm id capillary, 2.3 uL for G1313A, G1329A/B, 1120, 1220
		G1329-87012	Standard needle seat, PEEK 0.12 mm id capillary, 1.2 uL for G1313A, G1329A/B, 1120, 1220
		G1367-87101	Needle seat, well plate sampler, 0.17 mm id, 2.3 uL for G1367A/B
		G1367-87102	Needle seat, well plate sampler, 0.12 mm id, 1.2 uL for G1367A/B
	Injection valve의 rotor seal이 손상되었는가?	0100-1853	Rotor seal, Vespel, pH 0 ~ 10
		0100-1849	Rotor seal, Tefzel, pH 0 ~ 14
		0100-1850	Stator head
		0100-1851	Stator face
Metering seal이 손상되었는가?	0905-1294	Metering valve seal, 900ul	
	0905-1599	Piston seal	
자동 시료 주입기(ALS) 압력이 높다.	Needle이 막혔는가?	G1313-87201	Needle assembly(standard autosampler only) for G1313A, G1329A/B, 1120, 1220
		G1367-87203	Needle assembly for use with PEEK seat(standard autosampler only) for 1313A, G1329A, 1120, 1220
		G1367-87200	Needle assembly well plate autosampler(green) for G1367A/B
		G1397-87201	Needle assembly well plate autosampler(blue) for G1367A/B
	Needle seat이 막혔는가?	G1329-87017	Standard needle seat, PEEK 0.17 mm id capillary, 2.3 uL for G1313A, G1329A/B, 1120, 1220
		G1329-87012	Standard needle seat, PEEK 0.12 mm id capillary, 1.2 uL for G1313A, G1329A/B, 1120, 1220
		G1313-87012	Standard needle seat, PEEK 0.17 mm id capillary, 2.3 uL for G1313A, G1329A/B, 1120, 1220
		G1367-87101	Needle seat Vespel, well palte autosampler 0.17 mm id capillary, 2.3 uL for G1367A/B
	Rotor seal이 막혔는가?	G1367-87102	Needle seat, well plate sampler, 0.12 mm id, 1.2 uL for G1367A/B

Detector			
증상	점검 사항	Part No.	소모품
DAD/ MWD Lamp	Lamp 사용 규정시간을 초과하였는가?	2140-0820	Long-life Deuterium lamp with RFID tag for G1315C/D, G1365C/D
		2140-0813	Long-life Deuterium lamp for G1315A/B, G1365A/B
		5181-1530	Long-life Deuterium lamp for G1315A/B, G1365A/B
		2140-0590	Deuterium lamp, 1000hr for G1315A/B, G1365A/B
		G1103-60001	Tungsten lamp
		※ Lamp 관련 에러 메시지 : UV lamp current, UV lamp ignition failed, UV heater current)	
DAD/ MWD Flow cell	Flow cell cleaning을 하였는가?	G1315-60012	Standard flow cell 10 mm, 13 uL, 120 bar for G1315A/B, G1365A,B
		G1315-60022	Standard flow cell 10 mm, 13 uL, 120 bar, RFID tag for G1315C/D, G1365C/D
VWD Lamp	Lamp 사용 규정시간을 초과하였는가?	G1314-60101	Long-life Deuterium lamp with RFID tag for G1314D/E/F
		2140-0813	Long-life Deuterium lamp for G1314A/B/C, 1120, 1220
		※ Lamp 관련 에러 메시지 : Lamp current missing, Lamp ignition failed, UV heater missing	
VWD Flow cell	Flow cell cleaning을 하였는가?	G1314-60186	Standard flow cell, RFID, 10 mm, 14 uL for G1314D/E/F
		G1314-60086	Standard "D" type, flow cell 10 mm, 14 uL, 40 bar for G1314A/B/C

컴퓨터 옆에 놓고 쓰는 탁상형 NMR 전문 기업

nanalysis



소개



NMR(Nuclear Magnetic Resonance, 핵자기공명) Spectrometer는 자장이 강하면 강할수록 피크 분리가 좋아져 더 좋은 정보를 얻을 수 있으나, 자장의 크기가 매우 커지고 가격도 많이 올라가게 된다. 한

예로, 프랑스 리옹에 있는 1 기가 Hz NMR Spectrometer의 가격은 1,000만 달러가 넘는다. 하지만 낮은 자장과 Hz를 가진 NMR Spectrometer도 분석자의 용도와 응용에 적합하다면 얼마든지 타당성있는 가격대와 우수한 성능의 장비로 활용할 수 있다. 본 자료에서는 빠른 분석과 콤팩트한 사이즈, 뛰어난 해상도를 나타내어 대학교 학부 교육용 및 기업체 QC용으로 적합한 탁상형(Bench-top) NMR Spectrometer를 제조하는 Nanalysis사(캐나다)를 소개하고자 한다.

Nanalysis사는 2009년, 캐나다 켈거리에 설립된 탁상형(Bench-top) NMR Spectrometer 전문 회사이다. 1H 전용 분석기기인 NMReady 60P 모델을 시작으로 2012년에는 19F 분석이 가능한 NMReady 60F 모델이 출시되었다.

Nanalysis사의 NMReady™ 모델은 별도의 냉각 장치 등이 필요 없는 일체형 장비이며 내장된 터치스크린을 통해 비전문가도 간편한 작동 및 데이터 처리가 가능하도록 하여 보다



간편하고 쉬운 분석환경을 제공하고 있다. 또한 콤팩트한 사이즈는 공간적으로 설치가 용이하여 교육 및 연구, 산업용으로 어디서나 사용이 가능하다.

Nanalysis사의 60 MHz NMR Spectrometer는 현재 캐나다 알버타대학, 마운트 로얄대학, 사스카추완 인스티튜트, 미국 플로리다대학, 일본 후쿠이공업기술센터, 그리고 연세대학교, 포항공대, 경북대학교, 서울대학교, 동진세미켐 등에서 학부 교육용 및 QC용으로 사용되고 있다.

원리

일반적으로 스핀을 가지는 핵은 외부 자장이 존재하면 그 자장에 대해 일정방향으로 배열을 하며 자장 축을 중심으로 세차운동(회



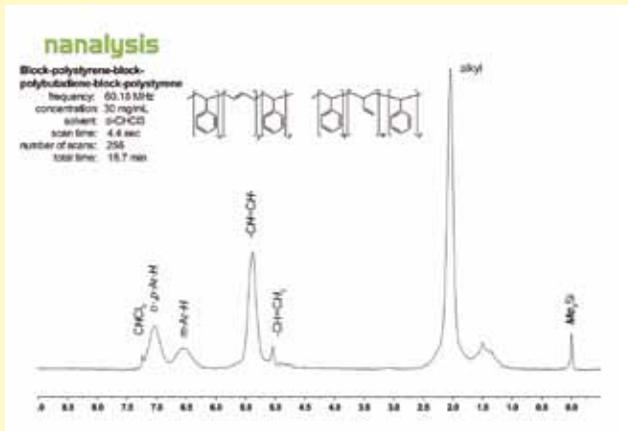
진하고 있는 강체에 돌림힘이 작용할 때, 회전하는 물체가 이리저리 흔들리는 현상)을 하게 된다. 세차운동을 하는 핵에 라디오 파를 가했을 때 세차 주파수와 라디오 파가 일치하면 핵은 라디오 파의 에너지를 흡수하며 세차운동 방향을 바꾸게 된다.

이러한 현상을 공명(Resonance)이라고 하며 작은 에너지 변화를 관측하는 것을 NMR(Nuclear Magnetic Resonance) 즉, 핵자기공명법이라 한다.

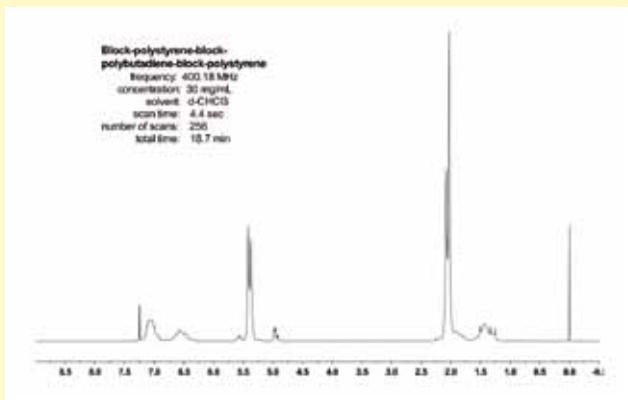
응용(데이터 비교)

다음의 그림은 Nanalysis사 60 MHz NMR과 고가의 400 MHz NMR 장비의 copolymer 분석 결과를 보여주고 있는데, 분석데이터에 큰 차이가 없음을 확인할 수 있다.

① PS-PB copolymer 데이터 비교

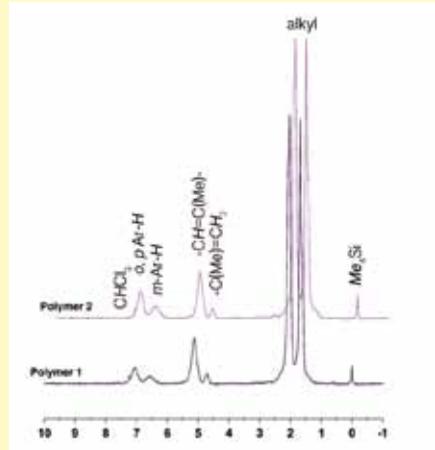


<그림 1> PS-PB copolymer 60 MHz NMReady 분석 데이터

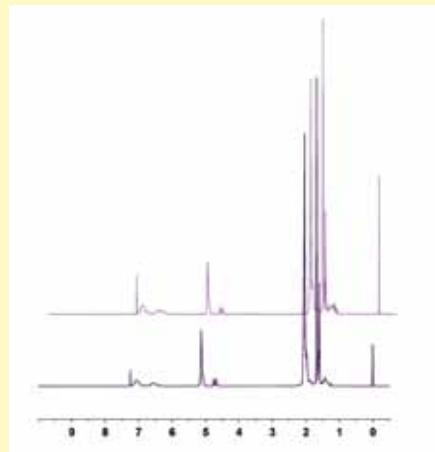


<그림 2> PS-PB copolymer 400 MHz NMR 분석 데이터

② PS-PI copolymer 데이터 비교



<그림 3> PS-PI copolymer 60 MHz NMReady 분석데이터



<그림 4> PS-PI copolymer 400 MHz NMR 분석데이터

다이오드어레이(Diode-array) 분광광도계 [Agilent] Cary 8454 UV-VIS Spectrophotometer

다이오드어레이(Diode-array) 분광광도계 세계 시장점유율 부동의 1위를 지켜왔던 8453 UV-VIS 분광광도계를 계승하는 Cary 8454 UV-Vis가 2014년 4월에 출시되었습니다.

20년간 사랑받아왔던 8453 분광광도계의 장점을 모두 계승하여, 초고속/전체 스펙트럼 1회 동시 측정, 시스템의 견고성, 궁극의 파장정확성 및 규제환경에서 최고의 사용 편의성을 그대로 제공하며, 진보된 캡스테이션 소프트웨어는 OpenLAB ECM(기업 콘텐츠 관리, audit trails 및 맞춤형 user profile 포함)로의 직접적인 통합이 가능합니다.

기존 8453 및 8452 분광광도계를 사용하시는 실험실에서는 현재의 표준 작동과정(SOP)과 분광광도계 악세서리를 새로운 Cary 8454에서 그대로 사용할 수 있기 때문에 신제품으로의 업그레이드 시 비용을 절감하고 가동 시간을 극대화할 수 있습니다.

- 작동원리 : 가시-자외부 범위의 전자기복사선 에너지를 성분 분자 내 특정 작용 그룹(발색단)이 흡수하는 과정을 표준품과 시료에 대해 측정하여 람버트-비어 법칙에 의해 정량 (흡광도 = 상수 × 광경로길이 × 농도)
- 주요규격 : 190~1,100 nm 전체범위 측정시간 0.1초 미만
- 응용분야 : Kinetic 분석, 수질분석, 6가크롬 분석, 단백질 분석, 미분스펙트럼 분석, 색소분석 등 실험실의 기초분석에 활용



8453 분광광도계

New Cary 8454 분광광도계

분석시간이 두 배 빨라진 총유기탄소 분석기 [GE Analytical Instruments] Sievers M-series TOC 분석기

GE AI사 Sievers 900/5310C TOC 분석기가 출시된지 어느덧 10년이 흘렀습니다. 지난 10년 간 기존에는 없던 막전도도 측정방식이라는 획기적인 기술로 반도체, 제약, 환경, 연구 분야 등 수질 분석이 필요한 모든 곳에 최적의 솔루션을 제공하였습니다. 이제 10년의 900 시리즈 역사를 뒤로하고 2014년 4월, GE Analytical Instruments의 Sievers M시리즈 TOC 분석기가 새롭게 출시되었습니다.

M 시리즈 TOC 분석기는 900 시리즈의 뛰어난 성능을 더욱 향상시켰습니다. 특히 M 시리즈의 value proposition이 "Reach the peak of productivity"인 만큼 기존의 정확성, 정밀성, 분석 범위 등의 근본적인 분석기 성능은 유지하면서 생산성 향상을 위한 기능이 대폭 강화되었습니다.

1. 분석시간 감소(4분⇒2분)
2. 각 프로토콜(캘리브레이션, 밸리데이션 등) 시간 최대 79% 단축
3. 분석기 스스로 문제를 진단하고 이상이 있는 부분을 알려주어 문제 발생시 해결 시간 감소
4. 반드시 엔지니어의 도움이 필요했던 resin bed와 sample pump 교체를 사용자가 쉽게 수행
5. 특히 제약 응용에 필수적인 전도도 측정 기능이 추가되어 샘플 전도도 측정 가능 (USP <645> stage1)



자료번호 64-08

자료번호 64-09

환경 방사선 실시간 모니터링 시스템(ERMS) [GE-RS] RSDetection

GE-RS사에서 기존 RSS-131의 후속 모델로 RSDetection을 신규 출시 하였습니다. RSDetection 감마 모니터는 고압 전리함 형태의 검출기로서, 현장에서의 방사선 모니터의 조건을 완벽하게 충족하는 최신 방사선 감시 시스템입니다.

RSDetection을 통한 전 방위의 방사선 측정이 가능하며 매우 튼튼한 재질로 현장의 비바람에도 시스템을 안전하게 보호할 수 있습니다. 또한 유지보수가 간편하며, 짧은 시간 간격의 측정값을 연속적으로 출력할 수 있기 때문에 공간 감마선의 실시간 변동 감시가 가능합니다. 따라서 환경에서 방사선량을 실시간으로 감시할 수 있는 최적의 시스템입니다.

특징

- 직경 10인치의 HPIC 기반 실시간 환경방사능 감시 시스템
- 저준위 감마선에 대한 높은 감도
- 0~100 R/hr의 광범위한 측정 영역
- 빠른 응답시간 : 10초 이하
- USB를 통한 PC와의 쉽고 편한 통신 및 제어
- 악천후에도 사용 가능한 내구성
- 무지향성 분석 가능
- 전원없이 48시간 작동 가능한 내장 배터리
- 쉬운 작동 및 유지보수



중소 병원에서도 Reticulocyte 측정 가능 [HORIBA Medical] Automated Hematology Analyzer

의원급의 중소병원에서 주로 사용하고 있는 자동혈구계수기의 규모는 대부분 시간당 약 80 검사를 진행하는 장비입니다. 하지만 기존의 Pentra XL80 장비로부터 새롭게 업그레이드된 Pentra XLR 장비는 Reticulocyte, 즉 망상적혈구 항목을 추가적으로 측정할 수 있습니다.

특징

- Reticulocyte 검사 가능
- 검체의 완전 균질화 : 검체의 완벽한 360도 이중 회전 혼합
- 최적의 정확성과 재현성 보장(DHSS 특허기술) : Cell volume과 content의 연속측정으로 인한 시간차로 최적의 정확성과 재현성 보장
- 희석 배율 설정 : 직선성을 벗어나는 고농도 샘플에 대해서 희석 배율 설정 가능, 수동으로 희석하는 과정이 필요 없음.
- 총 26개 측정항목
- 전혈 검체를 활용하여 백혈구의 모든 종류와 미성숙 백혈구 및 비정형 림프구까지 측정
- 고농도 샘플에 대해서 자동으로 linearity 범위 확장 가능(시간 활용도 증가)
- 시약 종류의 최소화, 샘플량의 최소화, TAT 최소화(검사실 최적화)

측정 항목(35 항목)

- CBC(12 항목) : Wbc, Rbc, Hgb, Hct, Mcv, Mch, Mchc, Rdw, Plt, Mpv, Pct, Pdw
- 5DIFF(14 항목) : Lym, Mon, Neu, Eos, Baso, Aly, Lic (% and #)
- RET(9 항목) : Ret(# and %), RetH%, RetM%, RetL%, IRF, RHCC, MRV, CRC



환경 중의 휘발성/중간휘발성 유기화합물 분석

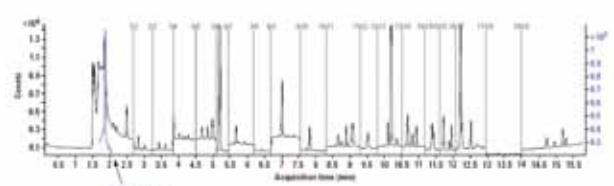
휘발성 유기화합물 분석

휘발성 유기화합물(VOC ; Volatile Organic Compounds) 분석은 일반적으로 퍼지엔트랩이나 헤드스페이스를 이용한 후, GC/MS로 분석한다. 퍼지엔트랩 분석법은 미국환경청(US EPA)에서 이용되고 있는 분석법이며, 미국 이외의 나라에서도 사용하고 있다. 퍼지엔트랩은 5 mL 혹은 25 mL의 시료를 이용하더라도 매우 좋은 감도를 보여준다. 휘발성 성분은 충전된 트랩에 농축되고, 백플러시되어 GC에 주입된다. 퍼지엔트랩은 물이 같이 들어오게 되면 나쁜 피크 모양을 보일 수 있고 감도가 떨어질 수 있다. 이에 퍼지엔트랩은 여러 파라미터를 최적화하고, 시료를 분석하여야 한다.

헤드스페이스 추출법은 물 중의 휘발성 물질을 직접 분석할 수 있다. 화합물은 연속된 바이알에 헤드스페이스법으로 모아진다. 먼저 가열한 후, 헤드스페이스는 시료를 모아 일부를 루프를 통해 GC로 이동시킨다. 헤드스페이스 추출은 GC로 물을 덜 이동시키고, 조절해야 하는 파라미터가 적고, 운영하기에 좀 더 간편하다.

Agilent 5977A GC/MSD 는 extractor lens를 가진 새로운 이온화원을 가지고 있으며, 이 이온화원 디자인은 이온을 더 잘 통과시켜 감도를 향상시킨다. SIM 모드는 분석 대상 물질에 대해 널리 사용되고 있으며, 헤드스페이스는 ppt 농도 수준의 분석을 가능하게 한다.

본 자료에서는 HSS/GC/MSD를 이용한 물 중의 환경 VOC 분석에 대해 설명하고 있다. 검량한계, 검출한계, 재현성 및 피크 모양을 제시하였다.



(그림 1) 0.05 ppb 54개의 휘발성 표준물질, 2 ppb 3개의 ISTD에 대한 SIM-TIC

(표 1) EC에서 규정한 화합물 및 기기검출한계

2009 EC named compounds	R.T.	2009 EC reporting level (ppb)	5977 IDL (ppb)
Vinyl chloride	1.91	0.5	0.060
1,2-Dichloroethane	4.81	3.0	0.023
Benzene	4.99	1.0	0.020
Trichloroethene	5.67	10.0	0.021
Tetrachloroethene	7.83	10.0	0.017

중간휘발성 유기화합물 분석 : EPA Method 8270

고체, 액체 그리고 기체 시료에 포함된 중간휘발성 유기화합물(SVOC ; Semi-Volatile Organic Compounds) 분석을 위해 미국환경청(US EPA)을 포함한 전 세계의 환경기관에서는 Method 8270을 사용하고 있다. Method 8270은 산성, 염기성 그리고 중성화합물의 광범위한 동시 분석이 요구되는 실정이다. 70종 이상 화합물의 극미량 동시 분석을 위한 연구가 진행되고 있다.

본 연구에서는 0.2~100 ppm 농도 분석을 위해 Agilent 7890B GC/5977A GC/MSD를 이용하였다. 5977A MSD는 Inert Extractor EI Source로 350 °C까지 온도 설정이 가능하다.

Agilent Mass Hunter Workstation software는 기존 GC/MSD ChemStation software와 호환 가능하며, 데이터 획득과 분석에 사용되었다. Benzidine, 4,4-dichlorodiphenyltrichloroethane(DDT), decafluorotriphenyl phosphine(DFTPP) 그리고 pentachlorophenol이 포함된 EPA 8270 GC/MS Tuning 표준시약을 사용하였다.

(표 1) EC에서 규정한 화합물 및 기기검출한계

GC run conditions		MS conditions	
Analytical column	DB-UI 8270D 30 m x 250 µm, 0.25 µm column (p/n 122-8732)*	Ion source temperature	300 °C
Injection volume	1 µL	Quadrupole temperature	150 °C
Inlet temperature	Isothermal at 250 °C	Ionization	EI mode
Injection mode	Pulsed splitless, 25 psi for 1 minute	Scan mode	Full scan, m/z 35-500
Oven temperature gradient	0.5 minute hold at 40 °C 40 °C to 100 °C at 10 °C/min, hold for 0 minutes 100 °C to 260 °C at 25 °C/min, hold for 0 minutes 260 °C to 280 °C at 5 °C/min, hold for 0 minutes 280 °C to 320 °C at 15 °C/min, hold for 2 minutes	EMV mode	Gain factor
Carrier gas	Helium, constant flow at 1.2 mL/min	Gain factor	0.30
Transfer line temperature	280 °C	Resulting EM voltage	1,259.3 V
Run time	21.6 minutes	Solvent delay	2.5 minutes

*This column is used in the 0.2 to 100 ppm detection range, and the DB-UI 8270D 30 m x 250 µm, 0.50 µm column (p/n 122-8736) is used in the 20 to 160 ppm detection range.

5977A GC/MSD의 Etune를 실행하면 이온을 가속화하고 모아주는 voltage를 사용하여, 안정적이고 고감도 분석이 가능하게 한다.

0.2~50 ppm 범위의 11개 농도를 이용하여 검량선을 작성하고 relative response factor를 작성한 결과, 0.99이상의 직선성과 20% 이내의 RSD를 나타내었다. 0.2 ppm 표준시약으로 10회 반복실험을 실시한 결과, 80% 이상의 재현성과 정확성, 2~6% 이내의 표준편차를 나타내었다.

와이에스엔 연구실 이전 서비스



최근 정부청사의 이전, 연구클러스터 설립에 따른 다양한 연구실 이전이 진행되고 있다. 다년간 수많은 연구실 구축사업을 통하여 축적된 연구실 장비 노하우를 기반으로 와이에스엔은 안전하고 빠른 연구실 이전 서비스를 제공한다.

일반이사와 연구실 이전 서비스를 구별해야 하는 이유?

연구실 이전은 일반이사와 달리 유의해야 할 사항이 많다. 연구실에서 취급하는 고가의 장비, 충격에 민감한 초자, 인체에 유해한 시약 등 일반 집기류와 함께 취급해서는 안되는 항목이 많기 때문에 실험실 이전에 있어 포장 및 이송에 각별한 주의가 필요하다. 특히 분석장비의 이전은 추후 장비 사용과 실험결과에 영향을 미칠 수 있으므로 장비지식을 가진 전문가가 포장 및 이동을 진행하는 것이 매우 중요하다.

와이에스엔 연구실 이전 서비스는?

장비지식이 풍부한 연구실 전담 이전팀이 서비스를 진행하며 분석장비의 분해, 포장, 이전, 설치를 진행하여 보다 안전한 서비스를 제공한다.



이전 서비스 과정

1. 방문 견적
방문 상담을 통한 실험장비 이전 일정 수립
2. 포장 자재 확인
장비별 안전 포장을 위한 자재 확인
3. 이전 절차 확인
이전할 연구실 공간 파악, 도면 파악(부서, 연구실별)
4. 당일 포장 이전
① 장비 지식을 가진 연구실 이전 전문인력 투입을 통하여 실험 장비 분해 및 부분별 안전 포장 진행
② 장비별 안전 포장 진행
※ 무진동 차량, 다양한 특수장비를 이용, 분석 장비 운송의 안정 효율을 극대화하고, 발생 문제는 최소화
5. 완료 및 사후 관리
연구실별 안전 이전 완료 확인 및 이상 여부 확인 진행

재현성 A! 분리능 A! 경제성 A!

Biochrom AAA

(Amino-Acid Analyzer)



아미노산 분석



아미노산은 유전정보의 전달, 에너지 공급원 및 생물체의 기본구성이 되는 단백질의 기본 구성 단위로 유리 아미노산 47종, 구성 아미노산 24종으로 이루어져 있다.

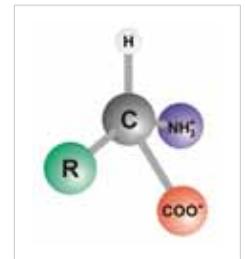
단백질이 체내에 섭취된 후 아미노산으로 분해되어 여러 가지 기능을 하기 때문에 식품, 사료 및 음료 내의 아미노산 분석과 수액제, 항체 치료제 등의 아미노산 조성 분석은 필수적으로 이루어져야 한다.

또한 선천성 대사장애의 진단을 위해서도 아미노산 분석이 이루어진다. 아미노산의 하나인 페닐알라닌을 대사하지 못해 지능장애 등을 유발하는 PKU(페닐케톤뇨증)와 로이신, 이소로이신, 발린 등 아미노산의 산화적 탈탄산화를 촉진시키는 효소의 결핍으로 인해 신경계 손상, 사망에까지 이를 수 있는 MSUD(메이플시럽소변질환) 등의 진단이 대표적이다.

생후 1주일 이내에 진단하여 치료하지 않으면 심각한 신경장애와 정신 발달 지연 등이 일어날 수 있기 때문에 모든 신생아의 NST

(신생아 대사이상 선별검사) 6종 검사에 대해 국고지원으로 실시하고 있으며, ○○의과학연구소에서 Biochrom AAA를 이용한 검사를 시행하고 있다.

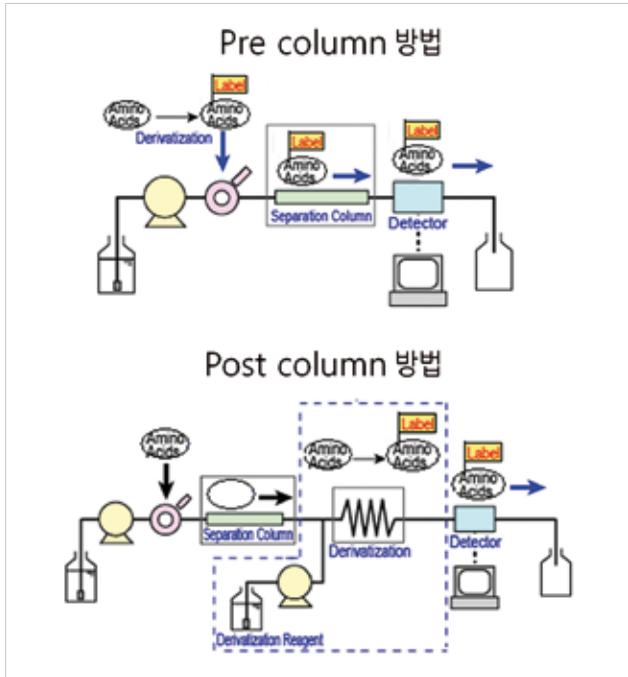
아미노산은 single-bond로 이루어져 UV-VIS에서 흡광을 갖지 않아 유도체화하여 분석한다. OPA/FMOC나 Dabsyl chloride 및 AQC를 이용해 유도체화 후 역상 컬럼을 통하여 분리하는 Pre Column 방법과 Ion exchange 컬럼에서 유도체화되지 않은 아미노산을 각각의 아미노산별로 분리한 후 유도체시약인 Ninhydrin과 컬럼에서 분리된 아미노산들이 혼합되어 reaction coil을 지나면서 발색반응을 하는 Post Column 방법이 대표적이다.



〈그림 1〉 아미노산 구조

Biochrom 30+ Amino-Acid Analysis System

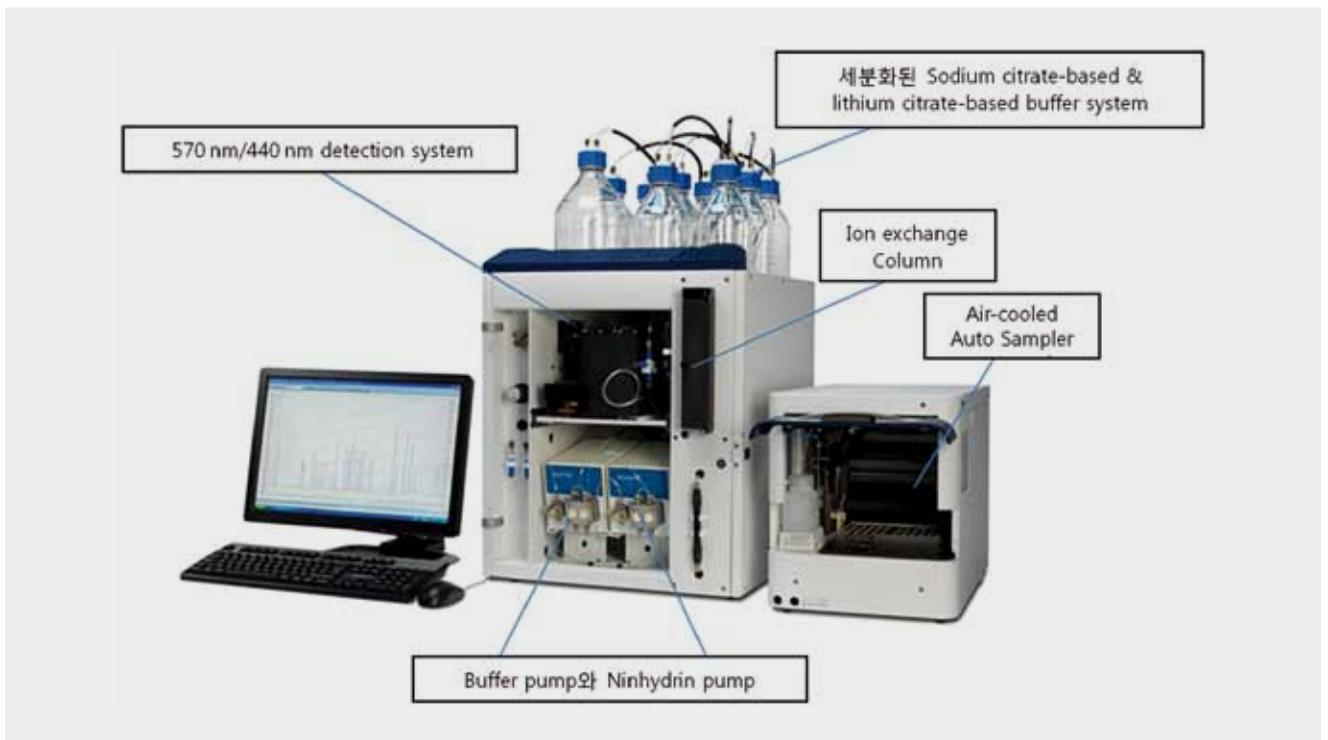
Biochrom AAA(아미노산 자동 분석기)는 아미노산과 특정 반응을 하는 Ninhydrin 시약을 이용한 Post Column 유도체화 방식의 양이온교환수지 크로마토그래피 시스템이다. Ninhydrin 유도체화 방식은 뛰어난 분리능과 재현성으로 식품공전 상의 "Gold standard" 방법이다.



〈그림 2〉 아미노산 유도체화 방식인 Pre column과 Post column

Na⁺ 컬럼 및 Li⁺ 컬럼과 함께 세분화된 buffer 시스템을 제공함으로써 전 종의 아미노산 분석이 가능하며 분석 조건의 확립을 손쉽게 할 수 있다. 또한 바로 병에 부어 사용이 가능한 Ninhydrin 시약과 buffer는 상온에서도 안정하여 정확하고 재현성있는 결과를 보장한다. 그리고 각 컬럼의 특성에 맞는 전용 buffer는 2,000회 이상 주입이 가능하도록 하여 컬럼 수명을 연장시켜 준다.

Buffer와 Ninhydrin 각각을 위한 2개의 펌프는 유속의 변동없이 흘러주며, PEEK 재질의 컬럼을 사용하여 부식이나 금속 오염을 방지한다. Biochrom만의 resin 재충진이 가능한 시스템으로 비용 절감의 효과까지 볼 수 있으며, 최적화된 전용 "Short" 프로그램을 이용하여 Lysine, Taurine 등의 단일 아미노산을 8분 이내로 빠르게 분석할 수 있다.



〈그림 3〉 Biochrom Amino-Acid Analyzer 기기 구성도

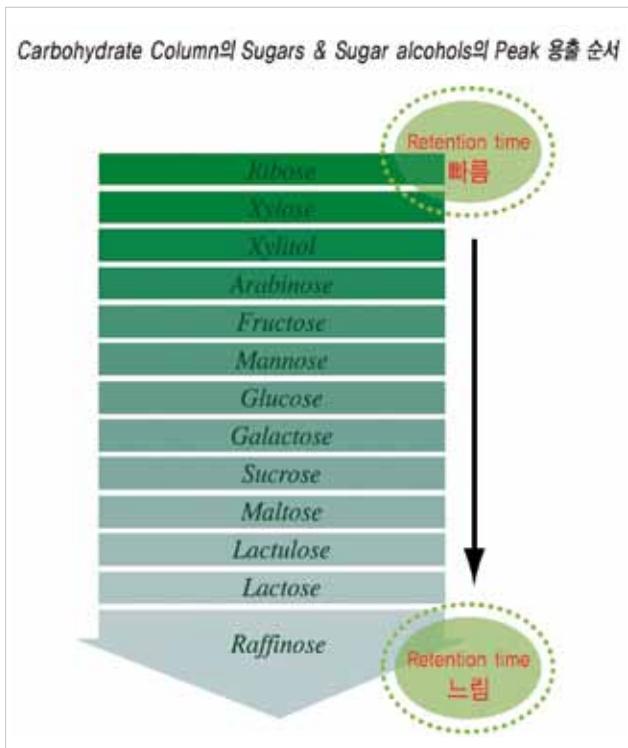
영린 당 전용분석시스템



당 전용분석시스템

당(Sugar)은 식품의 주요 구성 성분 중 하나로 물에 잘 녹는 특성이 있으며, 구조적으로 많은 입체 이성질체를 가지고 있다. 당 전용분석시스템은 제품의 단맛을 내거나 기능성 식품을 만들기 위한 첨가제로 사용하는 Sugars, Sugar alcohols 등의 물질을 분석하고 정량하기 위한 목적으로 활용이 가능하다.

HPLC를 사용하는 기존의 당 분석 방법은 여러 입체 이성질체로 인한 피크 분리능 저하, 수용성 이동상 사용에 따른 컬럼의 내구성 문제, 검출기 사용의 제한성 등 어려움이 있었고, 특히 굴절률 검출기(RID)를 사용하면 감도가 낮고 기울기 용리를 사용할 수 없다는 문제점이 있다.



영린기기의 당 전용분석시스템은 감도가 높고 기울기 용리가 가능한 증기화 광산란 검출기(ELSD)를 사용하며, 컬럼 선택 및 최적의 분석방법, 신뢰성있는 데이터 확보까지 전 과정에 대한 솔루션을 제공함으로써 굴절률 검출기(RID) 사용시 발생하는 문제점을 해결하였다.

ELSD(Evaporative Light Scattering Detector)

증기화 광산란 검출기는 HPLC 분석 시 사용하는 범용(Universal) 검출기이며, 이동상보다 비휘발성인 화합물을 검출할 수 있다. 이동상을 증기화시키고 증기화 되지 않은 시료(분석물질) 입자를 광산란하여 검출하는 방식으로 매우 높은 감도와 빠른 바탕선 안정화 시간을 제공한다.



■ 분석 방법

■ 시료 및 표준물 준비

시료의 준비

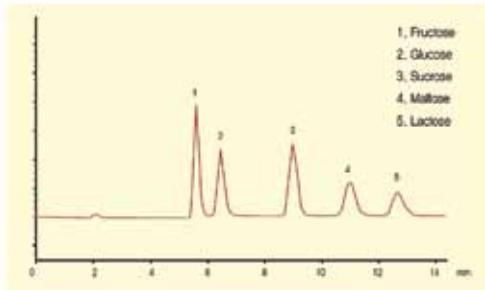
- 일반적으로 단당류와 이당류는 물에 잘 녹음.
따뜻한 물(30 ~ 35 ℃)에 녹임 - 대략적으로 1/10(W/V) 비율 - 5 분간 녹임(Stir).
- 필요 시 Centrifuge - 실린지 필터(수용성: PVDF, 0.45 μm) 사용하여 Filtering
- 침전물 제거 - 시료로 사용

표준물 준비

분석하고자 하는 당(Sugars)을 초순수에 녹여 300 ppm, 600 ppm, 1,000 ppm 정도의 농도로 준비 - 표준시료로 사용

분석 조건

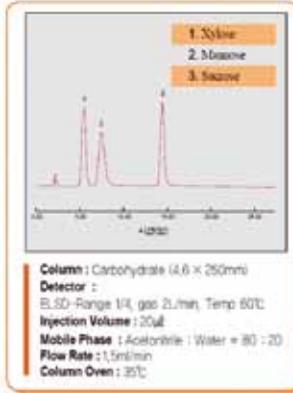
- Mobile Phase : ACN : Water = 75 : 25 (Isocratic mode)
- Flow Rate : 1.5 mL/min
- Column Oven : 35 ℃
- Detector : ELSD
- Column : Carbohydrate (4.6 X 250 mm)
- Injection Volume : 20 μL sample loop



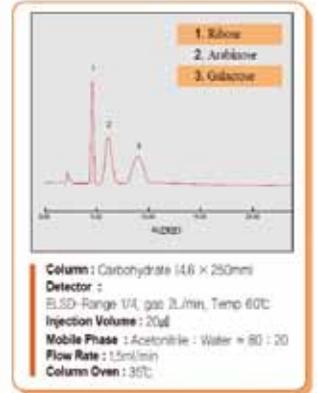
〈Honey 중 당 분석 크로마토그램〉



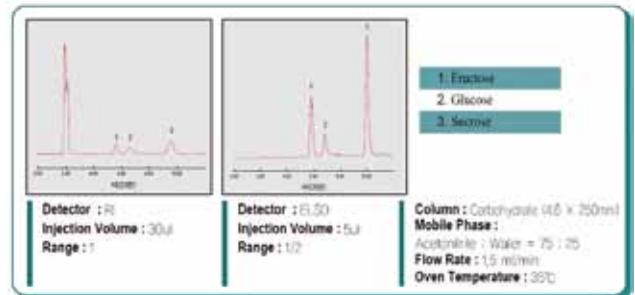
■ Xylose, Mannose, Sucrose 분석



■ Ribose, Arabinose, Galactose 분석



■ ELSD / RI 데이터 비교 크로마토그램



특징 및 장점

- ① 분석에 필요한 장비 및 소모품 등 모든 품목이 포함되어 있다.
- ② 한글 소프트웨어 사용으로 편의성이 증대되었다.
- ③ 매 월 운영하고 있는 유지보수 워크샵에 참여 가능한 쿠폰을 증명하며, Daily Seminar에서 최상의 분석 솔루션을 제공한다. (일정은 홈페이지에서 확인)
- ④ 확립된 분석 방법에 따른 정확한 응용지원을 제공한다.



환경 분석 전용 GC 컬럼

미국에 본사를 두고 있는 Restek은 고품질의 크로마토그래피 관련 소모품을 개발 및 생산하는 회사이다. 최고의 분리능과 재현성을 제공하는 컬럼을 공급하고 있으며 환경 및 식품안전분야 그리고 석유화학분야에 응용 가능한 다양한 종류의 컬럼을 지속적으로 개발하고 있다. 각 분야의 사용자들을 위하여 시료준비 단계부터 검출 단계까지 total solution 제공을 위하여 각 분야에 맞는 제품과 응용 기술을 지원하고 있다.

Rxi®-PAH 컬럼 - PAHs 등중원소 분리용

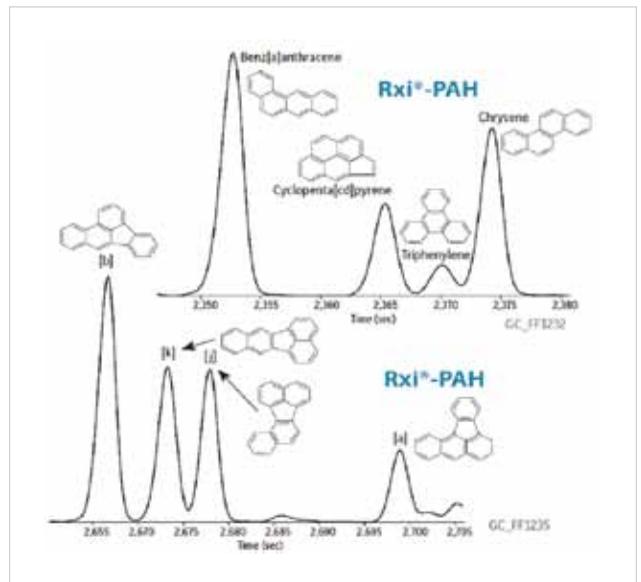


식품 및 환경시료 내에 존재하는 PAHs (Polycyclic Aromatic Hydrocarbons)의 독성 및 발암에 관련한 연구는 지속적으로 진행 중이다. PAHs는 주로 식품의 불완전 연소 시 발생하여 인체에 노출된다. 환경 내에 다양한 종류의 PAHs가

존재하며 이중 동중 화합물이 포함되어 있기 때문에 분리 및 측정이 어려웠다. PAH4는 유럽 식품 안전청, EFSA이 지정한 4가지 성분으로, 환경 내 존재하는 다양한 PAHs 분석을 위한 지표가 되는 4가지 화합물질로 chrysene, benz(a)anthracene, benzo(b)fluoranthene, benzo(a)pyrene을 지칭한다.

- 장점 1.** Cyclopenta[cd]pyrene, triphenylene로부터 chrysene 분리
- 장점 2.** Benzo[b], [k], [j], [a] fluoranthenes의 원벽 분리
- 장점 3.** 열적안정성(360 °C)으로 저 휘발성의 dibenzo pyrene 분석
- 장점 4.** 분자량이 큰 PAHs 화합물 분석 시 컬럼의 블리드 현상 감소

다음 데이터를 통하여 Rxi®-PAH GC 컬럼으로 모든 Benzo(b), [k], [j], [a] fluoranthenes를 분리할 수 있으며 PAH4를 동시에 분리할 수 있음을 확인할 수 있다.



(그림 1) Rxi®-PAH GC 컬럼으로 분석한 크로마토그램

Rtx®-Dioxin2 컬럼 - Dioxin과 Furan 분석 생산성 향상

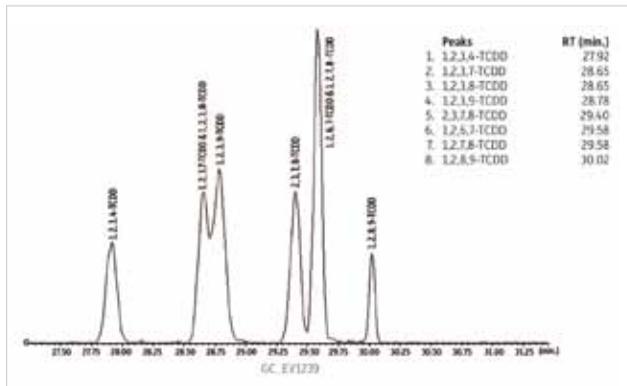
Polychlorinated dibenzofurans(PCDFs), polychlorinated dibenzodioxins(PCDDs)는 환경의 먹이사슬을 통해 축적되는 할로겐화 유기물질이며 발암물질이다. 주로 PVC 등 염소화합물질로 이루어진 제품 소각 시 발생하는 오염물질이다. 일반적으로 사용되는 5% Diphenly 컬럼 혹은 Cyano 컬럼 이용시 분리가 잘 되지 않고 블리드 현상으로 인해 컬럼 수명이 짧고 낮은 정량수준을 나타내는 등의 문제점이 있었다.



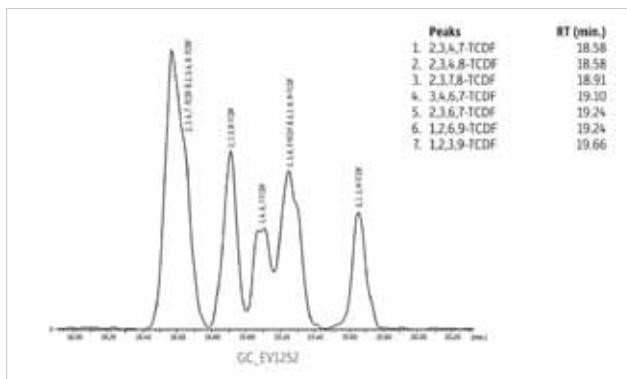
장점1. Diphenyl dimethyl polysiloxane인 5계열의 컬럼을 이용 시 분리가 어려운 2,3, 4,7,8-PeCDF, 2,3,7,8-TCDD와 2,3,7,8-TCDF 이성질체에 대한 독특한 선택성으로 분리능이 높으며 한번에 빠르게 분석 가능

장점2. 다른 컬럼에 비해 월등히 뛰어난 열적 안정성을 가짐. 340 °C까지 안정하며 이로 인해 블리드 현상 감소로 컬럼의 수명이 연장되고 빠른 분석이 가능하여 생산성이 높아짐.

Rtx[®]-Dioxin2 컬럼 사용 시 다음과 같이 2,3,4,7,8-PeCDF, 2,3,7,8-TCDD와 2,3,7,8-TCDF 이성질체에 대한 피크를 얻을 수 있다.



(그림 2) Rtx[®]-Dioxin2 컬럼으로 TCDDs를 분석한 크로마토그램



(그림 3) Rtx[®]-Dioxin2 컬럼으로 TCDFs를 분석한 크로마토그램

Rtx[®]-CLPesticides와 Rtx[®]-CLPesticides2 컬럼

유기염소계 농약은 1940년대에 알려졌고, 환경에 잔류하는 지속성으로 인해 오늘날 더 이상 사용하지 않는다. 그러나 여전히 물, 토양, 그 밖의 다른 시료에서 계속 존재하고 있기 때문에 지속적으로 모니터링되고 있다. EPA Method 8081B는 여러 다른 특성의 시

료 매트릭스 내의 유기염소계 농약 분석에 널리 사용된다. Rtx-CLPesticides와 Rtx-CLPesticides2 컬럼의 선택성은 농약 분석 방법인 EPA Method 8081과 8081B에 적합하고, 이 두가지 컬럼을 이용한 듀얼 컬럼 분석으로 뛰어난 결과값을 얻을 수 있다.

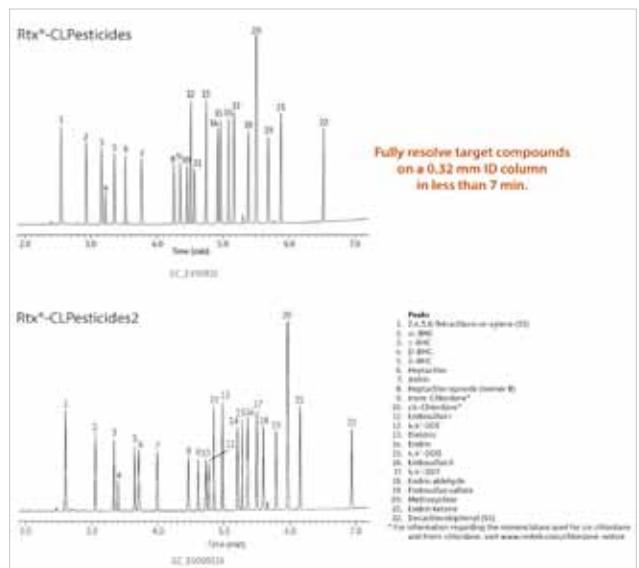


장점 1. 단 2개의 컬럼으로 EPA Method 8081B, 8082A, 8151A, 504.1, 505, 508.1, 552.2 모두 분석 가능

장점 2. 독특한 선택성을 가지고 있어 Multiple GC/ECD 분석법을 적용 가능

장점 3. 분석법 간의 컬럼 교체 없이 동일한 컬럼을 사용하여 시간을 절약

장점 4. Rtx[®]-CLPesticides 컬럼은 다른 많은 GC/ECD 분석 뿐 아니라 유기염소계 농약 분석에 전체적으로 가장 우수한 성능 제공



(그림 4) Rtx[®]-CLPesticides와 Rtx[®]-CLPesticides2 컬럼으로 분석한 크로마토그램

Restek에서 제공되는 모든 제품은 엄격한 품질관리로 LOT별, 컬럼별 재현성이 뛰어나다. 특히 Restek의 신기술이 적용된 Rxi[®] 컬럼은 최고의 불활성도와 낮은 블리드 현상, 뛰어난 재현성을 제공하여 산성 및 염기성, 중성 및 극성 분석 등 광범위한 적용이 가능한 컬럼이다. 현재 다양한 분야에서 보편적으로 사용되어지는 낮은 극성 컬럼으로 많은 사용자가 Rxi[®]-5Sil MS 컬럼을 선택하고 있다. Restek사는 앞서 설명한 응용별 특화된 컬럼과 더불어 새로운 컬럼을 꾸준히 개발 중이다.

각종 환경규제와 휴대용 XRF



휴대용 성분 분석기, 휴대용 XRF, XRF 장비, PMI 장비, 포터블 XRF, 중금속간이측정기 등 불리는 이름은 다양하지만, 이것은 하나의 장비를 말하는 것이다. 휴대용 성분 분석기는 주로 건 타입의 형태를 지니며 리튬 이온 배터리를 사용해 X선을 만들어 낸다. 이렇게 생성된 X선을 시료에 조사하면 형광분석원리에 의해 성분을 분석할 수 있다.

휴대용 성분 분석기는 X-Ray의 형광 분석을 이용하기 때문에 무기 원소를 정성/정량 분석할 수 있으며, 주기율표상 가운데 있는 금속 원소들을 분석하는데 가장 많이 쓰인다. 최근 들어서는 각종 환경 관련 규제가 재정되면서 금속의 성분 분석 외에도 그 쓰임새가 넓어지고 있다. RoHS, Halogen Free 규제에 대응하기 위해 제조 및 유통업자가 제품의 유해물질을 스크리닝하는 것이 대표적인 예이다.



환경 유해물질을 규제하는 법에는 유럽연합의 RoHS(Restriction of Hazardous Substances Directive)와 WEEE(Waste Electrical and Electronic Equipment) 외에도 미국의 CPSIA(Consumer Product Safety Improvement

Act), 한국의 자원순환법 등이 있는데 각 나라와 대상 품목에 따라 구체적인 내용은 상이하나 골자는 같다.

실생활에 밀접한 제품을 생산 및 유통하는 과정에서 인체에 유해한 물질(예컨대 납, 수은, 카드뮴 등)을 사용하지 말라는 것이다. 따

라서 관련 주체는 각 산업 및 품목마다 규제 대상물질을 지정하고 그 함유량을 엄격히 제한하고 있다

2006년부터 발효된 유해물질에 대한 사용제한 지침은 사실 최근 이슈는 아니며 이와 관련있는 기업들은 품질관리에 성분 분석 작업을 꾸준히 진행해 오고 있었다. 그러나 휴대용 성분 분석기가 국내에 유통되기 시작하면서 휴대용이라는 편의성과 비파괴 검사라는 점에 많은 업체들이 관심을 가지게 되었다. 휴대용 성분 분석기를 사용하지 않던 기존 방식은 매우 불편했기 때문이다.

데스크탑 형태의 분석기일 경우 시료를 채취할 필요가 있으며, 분석을 의뢰할 경우 비용이 많이 들고 복잡할 뿐만 아니라 시간이 많이 소요된다. 따라서 현장에서 바로바로 성분을 분석해 내는 XRF 장비는 이러한 문제점을 한 번에 해결할 수 있는 대안으로 주목받았다

지난 3월 9일, SBS 교양 프로그램 'SBS 스페셜'에서 독성가족이라는 제목으로 생활 속 유해물질의 위험성을 보도한 바 있다. <그림 1>의 사용자는 노동환경연구원 소속 연구원으로, Olympus의 Delta 모델을 이용하여 생활용품, 가구 및 바닥재에 유해물질을 검사하는 모습이 방송되었다.

Olympus의 Delta 모델은 마그네슘부터 우라늄까지의 대부분의 원소를 분석할 수 있다. 분석이 시작되면 결과가 <그림 1>의 오른쪽 그림과 같이 즉각적으로 나타나기 때문에 현장에서 유용하게 사용할 수 있다. 최근 들어 약 13개의 방송 프로그램 및 언론에

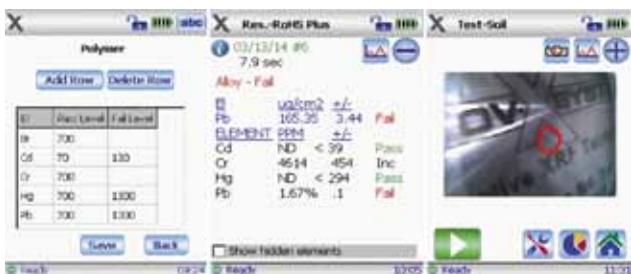


〈그림 1〉 SBS 스페셜에 나온 Olympus Delta 모델

Olympus Delta 모델이 종종 노출되었는데 그만큼 환경에 대한 인식과 규제가 변하고 있다는 것을 나타내는 증거라고 할 수 있다. 최근 Delta의 한국 총판을 맡고 있는 에이티프런티어에 구매 관련 문의가 꾸준히 이어지고 있으며 판매 실적 또한 증가하는 추세이다.

Delta 모델은 현재 한국환경관리공단, 한국기계전기전자시험연구원, 한국건설생활시험연구원, 노동환경연구원 등 유해물질 및 어린이활동공간에 관한 시험기관에서 사용 중에 있는데 Delta 모델의 여러 장점들을 현장에서 다양하게 활용하고 있다.

장점 중 첫 번째로, Delta는 규제 대상이 되는 납, 수은, 크롬, 염소, 브롬, 카드뮴, 안티몬 등을 분석할 수 있을 뿐만 아니라 소프트웨어에 규제 기준을 추가해 Pass/Fail을 확인할 수 있다. 두 번째 장점은 Surface Lead 기능이다. 도색된 시료 내 납 분석 시 납이 페인트에 있는지 금속 표면(시료의 모체, 내부물질)에 있는지 알려주는 기능이다. 세 번째로, 카메라 및 컬러미터(조사경) 기능이 내장되어 있어 시료의 측정 부위를 육안으로 확인하면서 측정할 수 있으며 동시에 시료 사진이 자동 저장된다.



〈그림 2〉 Delta 모델의 다양한 기능들

이렇게 유해물질 분석을 위한 다양한 부가 기능이 있지만 분석기에서 가장 중요한 변수는 정확성일 것이다. 만약 성분 분석기가 유해물질 규제의 대응으로 사용된다면 ppm 단위로 규제되는 기준함량을 분석할 수 있도록 높은 분해능을 가져야 할 것이다

특히 Olympus의 Delta 모델은 염소의 검출 한계(LOD)가 매우 낮아 동급 분석기 중 가장 우수한 정확도를 자랑한다. 할로젠 프리 규제의 경우, 염소(Cl) 규제가 900 ppm 이하이기 때문에 검출 한계가 높고 오차 범위가 크다면 분석 결과의 신뢰성을 가질 수 없다. 그러나 Delta의 경우 염소의 검출 한계(LOD)가 10~30 ppm으로 매우 낮기 때문에 염소와 브롬 등 유해물질 분석에 있어서 높은 신뢰성을 가질 수 있다.



〈그림 3〉 에이티프런티어가 보유한 시편과 부품

Delta는 규제 대상이 되는 납, 수은, 크롬, 염소, 브롬, 카드뮴, 안티몬 등을 분석할 수 있을 뿐만 아니라 소프트웨어에 규제 기준을 추가해 Pass/Fail을 확인할 수 있다. 또한 도색된 샘플 내 납 분석 시 납이 페인트에 있는지 금속 표면에 있는지 알려주는 Surface Lead 기능이 있으며 특정 부분에만 조사할 수 있는 카메라 및 컬러미터(조사경) 기능이 내장되어 있다. 특히 Olympus의 Delta 모델은 염소의 검출 한계(LOD)가 매우 낮아 동급 분석기 중 가장 우수한 정확도를 자랑한다.

이 밖에 국내 공급을 책임지고 있는 에이티프런티어는 관련된 모든 시편 및 부품을 보유하고 있어 검교정 작업 및 수리에 대한 A/S 부분에서 업계 최고라고 할 수 있다. 에이티프런티어는 이러한 강점들로 인해 지속적인 성장세를 보이고 있다.

랩프런티어 화장품 품질검사 서비스



랩프런티어는 2003년도부터 식품의약품안전처로부터 화장품에 대한 품질검사위탁기관으로 지정받아 분석업무를 수행하고 있다. 수입화장품에서부터 국내에서 제조되고 있는 화장품 및 해당 원료에 이르기까지 다양한 종류의 화장품에 대한 품질검사를 진행하고 있으며, 중금속, 미생물, 프탈레이트, 디옥산, 포름알데하이드 및 다양한 기능성 성분에 대한 함량검사를 통해 소비자에게 안전한 제품이 사용될 수 있는 기반을 제공하고 있다.

또한 시험분석능력을 향상시키기 위하여 매년 해당항목들에 대한 검사능력평가 및 정도관리 프로그램 참여와 분석원들의 교육훈련 프로그램 참가를 통해 신뢰할 수 있는 분석결과를 제공하기 위한 노력도 함께 병행하고 있다.

랩프런티어 화장품 품질검사기관 운영 개요

구분	내용	비고
기관지정	2003년 12월 30일 화장품검사기관 지정	제4호
정도관리	검사능력평가(연 1회), 비교속련도시험 수시 진행	
인력관리	검사원 대상 연간 교육프로그램에 따라 교육 참여	
장비관리	교정 주기에 따른 내·외부 교정 및 일/주/월간 점검	주요 장비 및 초차
현장 지도 점검	매년 1회 이상 2~3일간 점검	식약처
분석건수	연 5,000여건	
관련규정	화장품법, 화장품법 시행령, 화장품법 시행규칙	
	식품·의약품 분야 시험·검사 등에 관한 법률	2014년 7월 31일 시행 예정
	의약품 등, 화장품 및 의료기기 검사기관 지정 등에 관한 규정	

기관운영을 위한 인력요건

랩프런티어는 화장품 품질검사기관으로서 신뢰성 높은 결과를 제공하기 위하여 화장품법에서 요구하는 인력요건 이상의 검사원을 배치하여 분석업무를 진행하고 있으며, 기기분석, 이화학 및 미생물 분야의 인력 6인 뿐만 아니라 별도의 QC 인력을 배치함으로써 높은 수준의 분석결과를 제공할 수 있는 업무기반을 구축하여 운영 중에 있다. “화장품법 시행규칙 별표 6”에서 요구하는 검사원의 자격요건은 <표 1>에 설명되어 있다.

<표 1> 검사원의 자격요건

항목	자격 요건 및 인원
화장품 품질검사원 자격	기기분석 분야, 이화학 분야, 미생물 분야의 각 분야별로 다음 각 호에 모두 해당하는 검사원을 1인 이상 1. 「고등교육법」에 따라 전문대학 또는 동등 이상의 학교에서 약학, 미생물학, 화학, 생화학 등 관련학과를 졸업한 사람 2. 의약품 또는 화장품 관련업체 또는 검사기관 등에서 기기 분석 분야, 이화학 분야, 미생물 분야에서 해당업무에 1년 이상 종사한 사람

기관운영을 위한 필수 시설 및 장비요건

“의약품 등, 화장품 및 의료기기 검사기관 지정 등에 관한 규정”에 따라 화장품 품질검사기관을 유지 및 운영하기 위하여 다양한 시설과 장비를 보유하고 이에 대한 적절한 관리(교정, 점검 등)를 주기적으로 진행해야 한다. 시험종류에 따른 실험실이 필요할 뿐만 아니라 수없이 다양한 화장품들을 분석할 수 있는 장비 및 소모품들도 구비하고 있어야 하는데 이를 정리하면 <표 2>와 같다.

〈표 2〉 시설 및 필수 장비 목록

시설 요건			
교차오염 방지를 위하여 각각 분리된 일반실험실, 전처리실, 기기분석실, 미생물검사실 등			
필수 장비 목록			
번호	시험 시설 및 기구명	번호	시험 시설 및 기구명
1	기체크로마토그래프 또는 기체크로마토그래프 질량분석계	18	전위차 측정장치
2	가시부 및 자외선 분광광도계	19	질소 농축기
3	가열식 자석 교반기	20	초단파 용해장치
4	고성능 액체 크로마토 그래프	21	회화로
5	고속 원심분리기	22	pH 측정기
6	다용도 고속진탕기	23	냉장고
7	박층 크로마토그래프 장치	24	증류수 제조장치
8	분석용 저울	25	초순수 제조장치(해당하는 경우)
9	비소 시험장치	26	초음파 세척기
10	세미 마이크로 천평	27	폐수 처리장치
11	속실험 추출장치	28	피펫 세척기(해당하는 경우)
12	수은 측정장치	29	향온 수욕조
13	원자 흡광 분광광도계 또는 유도결합 플라즈마 분광광도계	30	향온 항습기
14	유독가스 배출장치	31	화장품 원료기준
15	자외선 등	32	식약처장이 고시한 화장품 관련 기준 및 시험방법
16	자외선 차단 지수 측정장치 (해당하는 경우)	33	그 밖에 시험에 필요한 시설, 기구 및 도서
17	전기 건조기	00	기기분석

화장품 품질검사기관 지정을 위한 제출 서류

화장품 품질검사기관으로 지정받기 위하여 인력요건, 설비 및 장비요건을 구비해야 하는 것 외에도 수많은 품질문서들을 요구하고 있으며, 적합한 분석능력을 확인하기 위하여 항목별로 3회의 분석 결과를 산출하여 제출해야 한다. 최근 식약처에서는 KS Q ISO/IEC 17025 수준의 요건들을 만족하도록 요구하고 있으며, 해당 기관 역시 이에 상응하는 품질시스템 기반하에 운영할 수 있도록 관련 법령을 강화하고 있는 상황이다. 기관지정을 위하여 요구하는 품질문서는 〈표 3〉과 같다.

〈표 3〉 기관지정을 위한 제출서류

서류	비고
일반 현황	설립 근거 및 목적 등 포함
검사기관의 평면도	보관소, 시험실 및 그 밖의 부대시설 포함
품질관리부서의 조직 및 인력 현황	인력 자격 및 경력증명서류 포함
시험용수, 시험시설 및 기구 보유 현황	기구의 명칭, 규격, 제조원 및 수량 등 표시
검사 업무 범위	시험항목, 분석기간, 수수료 및 산출근거 등
검사절차 등 품질검사 업무에 관한 규정	검사업무규정, 장비 SOP
시험성적서 발행에 관한 사항	성적서발행 절차 및 관련 규정
시험일지를 포함한 성적서	신청항목별 3회 분석 결과 및 rawdata
식약처장이 정하여 고시하는 자료 및 SOP	신청 항목에 대한 분석 SOP

랩프린티어의 화장품 품질검사기관 운영 시스템

2000년 국제공인시험기관(KOLAS) 지정을 통해 KS Q ISO/IEC 17025를 기반으로 국제기준에 부합하는 실험실 품질시스템을 현재까지 운영 중에 있으며, 매년 10회 이상의 비교숙련도시험, 검사능력평가, 정도관리프로그램 참여를 통한 분석원의 시험검사능력 제고 노력도 병행하고 있다. 또한 직원들에 대한 외부 교육프로그램(KS Q ISO/IEC 17025, 측정불확도, 검사원의무교육 등)의 참여를 통한 시험검사능력 향상 노력 역시 지속적으로 진행하고 있다. 이러한 다년간의 실험실 운영 및 품질시스템 적용을 통하여 현재까지 식약처로부터 진행되었던 검사능력평가 및 현장지도점검에서도 행정처분 및 중결합사항 없이 안정적인 기관 운영을 하고 있다. 최근에는 정부기관으로부터 위탁검사기관으로 지정받기를 원하는 타 기관을 대상으로 컨설팅 사업도 병행하고 있으며, 이미 2013년도에 약 6개월동안의 기관지정컨설팅 경험도 보유하고 있다.

화장품 품질검사기관 지정 컨설팅 사업 사례

2013년도 K사 화장품 품질검사기관 지정을 위한 컨설팅 진행(약 6개월)

- 품질문서, 신청항목별 SOP 작성 및 신청관련 제반 문서작업 지원
- 실제 시료를 이용한 분석 노하우 전수 (8일간 실습 위주의 in-house/on-site 교육)
- 신속한 지정신청서류 준비 및 즉각적인 업무투입 가능한 1:1 교육 프로그램 제공

■ 화장품 품질검사 관련 문의 : 031-460-9192

HOT ISSUE

최신 뉴스

영인과학과 Agilent사의 30년 파트너십 기념식 개최



지난 5월 27일, 영인과학에서는 Agilent Technologies사와 영인과학의 성공적인 파트너십 30주년을 기념하고 축하하는 자리가 마련되었습니다. 영인과학은 지난 1984년, Agilent Technologies사의 한국 독점대리점으로 출발하여 30년간 한국의 과학 연구/실험분야에 첨단 분석기기를 보급 및 기술지원해 오고 있습니다. 특히 기기 판매보다는 응용/기술지원, R&D 등 고객 중심의 지원을 지속적으로 시행하고 있습니다. 이번 기념식을 위해 내사한 Agilent Technologies사 Chemical Analysis Group(CAG)의 Mr. Danilo Cazzola 총괄 부사장은 기념사를 통해 “영인과학과의 오랜 제휴 관계는 대한민국의 혁신과 개발에 대한 강한 염원과 함께 이어져 왔다. 앞으로도 오랫동안 영인과학과 지금과 같은 생산적인 제휴 관계를 지속하길 바란다”고 밝혔습니다. 30년의 장기 파트너십 관계는 분석 관련 업체 중 국내 최장 기록이며, 이와 관련한 내용은 국내 분석 관련 주요 언론매체를 통해 보도되었습니다.

New Principal
신규 대리점

128년 XRD 역사의 독일 STOES사와 대리점 계약 체결



STOE사는 독일 다름슈타트(Darmstadt)에 위치한 고성능, 다기능 X-선 회절 분석기 전문 회사로 128년의 역사를 가지고 있으며, 유럽 내에서 XRD 기술력과 높은 인지도를 가지고 있는 회사입니다. 2014년 5월부터 영인과학과 STOES사가 정식 대리점 계약을 맺고 X-Ray Diffractometer(XRD) 공급을 시작합니다. STOES사(www.stoe.com)는 전문가용 XRD를 개발, 생산하는 회사로 단결정 회절 분석 시스템과 분말 회절 분석 시스템을 생산하고 있습니다.

HOT ISSUE

최신 뉴스

영인가족 과학교실 봉사활동, 영인사랑나눔 실시



지난 6월 13일, 경남 진주에 위치한 진서중학교에서 영인가족 과학교실 봉사활동인 “영인사랑나눔”을 실시하였습니다. 영인 계열사에서는 지난 2008년부터 연 2회 전국 각 도의 오지학교를 찾아 부족한 과학기자재 기증 및 미래 과학자의 꿈을 키워주기 위한 과학교실 봉사활동을 진행해 오고 있습니다. 이번 영인사랑나눔은 12번째 행사로, 전교생이 33명인 진서중학교를 방문하여 pH meter, 전자저울 등 학교에 필요한 과학 기자재를 기증하였으며, 영인 계열사 임직원들과 학생들이 함께 “우리 고장의 자랑, 딸기 적정 재배 환경 조사”, “대장균의 DNA 보기”라는 주제로 과학교실을 진행하였습니다. 영인 계열사에서는 앞으로도 보다 많은 학생들에게 과학에 대한 관심도를 높이고 오지학교를 지원하는 영인사랑나눔을 지속적으로 실시할 예정입니다.

New Product
신제품

Agilent Cary 8454 UV-VIS 분광광도계 출시

2014년 4월, 다이오드어레이(Diode-array) 분광광도계 세계시장 점유율 부동의 1위를 지켜왔던 Agilent사의 8453 UV-VIS 분광광도



계의 견고한 성능을 계승하는 신제품 Cary 8454 UV-Vis가 출시되었습니다. 기존 8453 및 8452 분광광도계를 사용하시는 실험실에서는 현재의 표준 작동과정(SOP)과 분광광도계 약세서리를 새로운 Cary 8454에서 그대로 사용할 수 있기 때문에 신제품으로의 업그레이드시 비용을 절감하고 가동 시간을 극대화할 수 있습니다. 제품에 대한 자세한 내용은 영인과학 홈페이지(www.youngin.com)에서 확인하실 수 있습니다.

Exhibition
전시회

Korea Lab 2014 참가



지난 6월 10~13일, 일산 KINTEX에서 열린 Korea Lab 전시회에 영인 과학이 참가하였습니다. 식품포장기자재, 제약, 화장품, 화학장치 전시회가 동시에 개최된 국내 최대 규모의 이번 전시회에서 영인과학은 5월 출시된 새로운 GE Sievers 총 유기탄소 분석기 M9 모델과 시료 전처리없이 바로 수은을 분석할 수 있는 Teledyne Leeman Labs사 전자동 수은분석기, 그리고 Nanalysis사의 NMR 분석기를 전시하였습니다. 많은 분들이 전시 기기에 대해 관심을 가져 주셨고 방문객들을 위해 마련된 다양한 이벤트 또한 큰 호응을 얻었습니다.

세포병리학회 전시 참가

지난 6월 14일, 신촌세브란스병원에서 진행된 세포병리학회에 영인 과학이 참가하였습니다. 이번 학회에서 영인과학은 NOVACYT사의 액상세포검사장비(Novaprep Processor System)인 NPS50을 전시하였습니다. 액상 자궁경부 세포검사, 액상 체액세포병리검사, 액상 흡인세포병리검사 등 세포병리 검사를 위해 채취한 모든 종류의 탈락세포를 이용하여 slide 제작이 가능한 NPS Processor System에 많은 방문객들이 관심과 호응을 보였습니다.


Seminar
세미나

세계 토양학회 학술대회 참가



영인과학은 지난 6월 8~13일, ICC 제주에서 열린 세계 토양학 학술대회에 참가하여 기기 전시 및 PLFA(Phospholipid Fatty Acid) 분석 세미나를 진행하였습니다. 이번 전시에서는 MIDI사 Sherlock 미생물 동정 시스템과 Agilent사 7890A GC/FID를 선보였습니다. 또한 MIDI사에서 직접 내한하여 “토양 중 우세한 미생물 종 분석”을 주제로 진행한 세미나에도 고객들이 참석하여 다양한 정보를 나누는 시간을 가졌습니다.

e-Seminar
온라인 세미나

마이크로웨이브 시료전처리 장비, 총유기탄소 분석기, 수은분석기 e-Seminar

영인과학에서는 매 월 기기분석의 기초와 최신 기술동향을 주제로 온라인 세미나(e-Seminar)를 진행하고 있습니다. 몇 년 간 꾸준히 진행해 오고 있는 Agilent사 제품과 함께 지난 3월부터는 CEM사 마이크로웨이브 시료전처리장비와 GE AI사 총유기탄소(Total Organic Carbon) 분석기, Teledyne Leeman Labs사 전자동 수은분석기에 대해서도 e-Seminar를 실시하고 있습니다. 시료전처리 장비, 수은분석기, TOC Analyzer에 관심이 있으시거나 기기를 사용하고 계시다면, 잠깐 시간을 내셔서 기초 이론, 원리, 특징, 기기구성 등 기기에 대한 기초적인 지식을 습득해 보시기 바랍니다. 매 월 진행되는 e-Seminar 일정은 영인과학 웹사이트(www.youngin.com) > 뉴스 > 세미나에서 확인 및 신청하실 수 있습니다.



● 독자카드

영인 Lab. Highlight는 모든 연구, 실험에 종사하는 분들에게 도움을 드릴 수 있는 소식지가 되기 위해 독자 여러분의 의견을 듣고자 합니다.

보내주시는 의견은 영인 Lab. Highlight의 발전을 위한 소중한 자료로 활용하겠습니다.

이름	회사/부서명
전화번호	e-mail
주소	

① 이번 호에 가장 유익했던 기사는 어떤 것입니까 ?

② 다음 호에 다루었으면 하는 내용이나 영인 Lab. Highlight에 바라는 점이 있다면 적어 주십시오.

③ 필요하신 제품 정보 및 응용자료가 있으시면 적어주십시오. 신속하게 보내드리겠습니다.

④ 영인 Lab. Highlight 64호 내용 중 필요하신 자료가 있으시면 체크해 주십시오.

우편이나 e-mail로 신속하게 자료를 보내드리겠습니다.

- 자료번호 64-01 110가지 미량 잔류농약의 다성분 동시 분석
- 자료번호 64-02 시료전처리 자동화 시스템을 활용한 시금치 중 잔류농약 분석
- 자료번호 64-03 섬광검출기를 이용한 전하를 띤 입자의 검출
- 자료번호 64-04 체액을 이용한 세포병리 검사
- 자료번호 64-05 탁상형 NMR Spectrometer를 이용한 pK_a(산해리상수) 측정
- 자료번호 64-06 다이오드어레이(Diode-array) 분광광도계, Agilent사 Cary 8454 UV-Vis 분광광도계
- 자료번호 64-07 분석시간이 두 배 빨라진 총유기탄소 분석기, GE Al사 Sievers M-series TOC 분석기
- 자료번호 64-08 환경 방사선 실시간 모니터링 시스템, GE-RS사 RSDetection
- 자료번호 64-09 중소병원에서도 Reticulocyte 측정 가능, Horiba Medical사 자동혈구계수기
- 자료번호 64-10 와이에스엔 연구실 이전 서비스
- 자료번호 64-11 재현성 A! 분리능 A! 경제성 A! Biochrom Amino-Acid Analyzer
- 자료번호 64-12 영린 당 전용분석시스템
- 자료번호 64-13 RESTEK 환경 분석 전용 GC 컬럼
- 자료번호 64-14 각종 환경규제와 휴대용 XRF
- 자료번호 64-15 랩프런티어 화장품 품질검사 서비스

※ 독자카드를 보내주시는 분들 중 의견이 채택된 분께는 소정의 기념품을 보내드립니다.



여름을 시원하게 보내는 방법

해가 갈수록 여름은 점점 더 더워지는 느낌입니다.
에어컨이나 선풍기를 계속 켜 둘 수도 없고, 냉방병도 신경써야 하고...
여러모로 힘든 시간이 꽤 오래 지속될 것 같아요.

그렇다면, 조금 더 시원하게 여름을 보낼 수 있는 방법들을
찾아보기로 하지요.

1. 땀을 많이 흘리게 되면 수분이 빠져 나가기 때문에 자주 물을 섭취하는 것이 좋습니다.
더불어 오이나 수박 같은 수분이 많은 과일을 먹는 것도 도움이 됩니다.
2. 7시간 정도 충분히 자는 것도 좋은 방법인데요.
취침하기 전에 미지근한 물에 샤워를 하면 숙면에 도움이 된다고 합니다.
3. 더위를 이기는 삼계탕, 장어 등의 보양 음식을 먹는 것도 효과가 좋습니다.
4. 주말이나 여유가 있을 때는 숲이 우거진 곳을 찾아 시원한 하루를 보내시면 좋을 것 같습니다.

TV와 스마트폰을 내려놓으시고, 에어컨도 조금 덜 켜시고,
건강하게 더위를 이기는 방법을 실천해 보세요.

올 여름 지치지 마시고 건강하게 보내시기 바랍니다.

편집자.



영인과학

135-891 서울시 강남구 압구정로 28길 22 구정빌딩 6층 | 전화 : 1544-1344 | 팩스 : 02-519-7400 | www.youngin.com | youngin@youngin.com

