

CREATIVE SOLUTION FOR THE FUTURE

식품 응용 솔루션

Product Introduction and Application Note



The Most Accurate Analysis of Food

Key Technologies

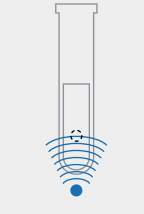
2Piece의 Q-Cup 기술 EDGE



- 자동 추출 시스템
- 신속한 추출/세척 : 10분 이내
- 쉽고 정확한 작동

03

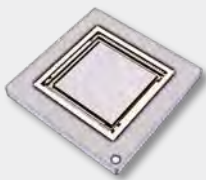
정확한 비접촉식 온도 센싱 기술 MARS 6



- 간편하고 정확한 온도 측정
- 최대 40개 시료 동시 처리
- One Touch 기술을 통한 자동화

09

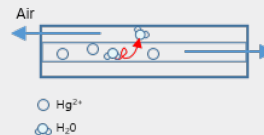
대형 검출기를 통한 Blooming 제거 Prodigy Plus



- 대형 CMOS 검출기
- 분석 범위 : 165~1100nm
(할로겐 옵션 : 134~1100nm)
- 간편한 시료 도입 시스템
- Focal Length : 800nm

12

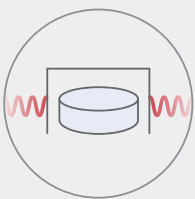
Nafion Dryer를 통한 완벽한 수분 제거 Hydra II c



- 완벽한 수분 제거 → 정확성 향상
- 합리적인 모듈 시스템
- 간편한 유지보수

15

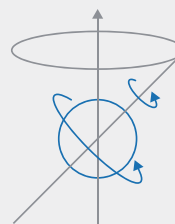
마이크로웨이브를 이용한 신속한 가열 Phoenix BLACK



- 간편한 회분 함량 측정
- 신속한 가열 및 회화
- 정확한 분석

20

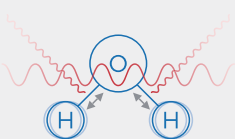
NMR을 이용한 간편한 지방 분석 ORACLE



- 신속하고 직접적인 분석법
- No Calibration
- No Method Development
- 높은 재현성 제공

23

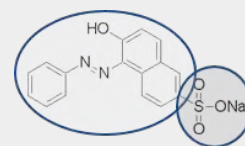
이중 주파수를 이용한 완벽한 가열 SMART 6



- MW와 IR로 완벽한 수분 제거
- 지능형 자동 출력 조절
- 모든 시료의 분석 지원
(Solid, Liquid, Slurry)
- AOAC 승인 Method

24

iTag 솔루션을 이용한 단백질 측정 Sprint



- 신속하고 직접적인 분석법
- 유해 폐기물 미발생
- 간편한 작동법

33

EDGE

EDGE는 가압 유체 추출(PFE) 및 분산 고체상 추출(d-SPE) 프로세스를 하나의 기기에서 결합하여 신속하고 효율적인 추출을 수행합니다. 이는 독창적인 오픈 셀 개념의 Q-Cup의 도입으로 가능하며, 시료의 추출과 세척(Clean-up)을 포함한 추출 과정은 매우 신속하게 진행됩니다. 액체 시료를 제외한 대부분의 응용에서 간편하게 사용할 수 있습니다.

시스템 특징점

- 고해상도, 풀 컬러의 터치스크린 & 음성지원
- 5-7분의 신속한 추출 가능 (세척/여과 과정 포함)
- PFE + d-SPE의 통합 시스템
- 콤팩트한 디자인 : 너비 : 약 36cm
- 40mL/50mL/60mL 수집 바이알 제공
- 일반 추출 및 잔류농약 추출 지원

응용분야

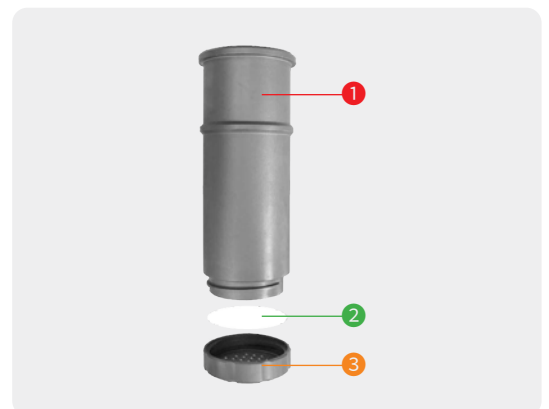


Q-Cup Technology

알루미늄으로 제작된 Q-Cup 홀더는 조립이 간편한 3개의 구성품으로 디자인되었습니다.

- 1 Q-Cup Cylinder
- 2 Q-Disc
- 3 Threaded Bottom

개방형 Q-Cup Cylinder는 빠른 추출 및 여과를 촉진하는 분산 효과를 야기시키고, 일회용 Q-Disc는 분석 전에 시료를 완전히 여과하기 때문에 별도의 여과 단계가 필요 없습니다. 심플한 디자인의 Threaded Bottom은 별도의 Tool 없이 쉽게 조립되며, 세척이 간편합니다.



구동 원리

1 Sample is Loaded

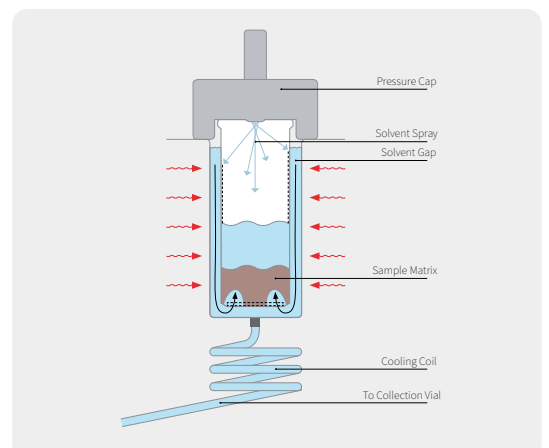
시료는 오토샘플러에 의해 자동으로 챔버로 이동

2 Solvent is Extracted

- 상단과 하단부에서 추출 용매 주입
- 열과 압력 발생되며 추출 진행

3 Extract is Collected

추출 완료 후 여과 냉각되어 수집 바이알로 이동



추출이 까다로운 식품 매트릭스에서의 살충제 성분 추출



Abstract

QuEChERS법은 다양한 식품 시료 중 잔류농약 성분의 추출 및 정제에 있어 업계 표준으로 사용되고 있습니다. 그러나 이러한 전처리 과정은 여러 처리 단계를 수동으로 거치기 때문에, 긴 처리 시간과 실험 오차를 동반합니다. 그리고 다양한 매트릭스와 농약성분만큼 다양 한 QuEChERS 키트가 존재하는데, 이때 얼마나 적합한 키트를 사용하는지가 전체 전처리 결과에 큰 영향을 미칩니다. 본 응용자료에서는 습식 및 건식 식품 시료의 정제 역할의 Q-Matrix Hydra 흡착제와 함께 자동 추출 시스템인 EDGE에 대한 내용이 기재되어 있습니다. EDGE는 전통적인 QuEChERS법과 동일한 회수율을 나타내면서 시료의 린싱, 여과, 시스템 세척을 자동으로 수행하였습니다.

Introduction

소비자로서 우리는 섭취하는 음식에 농약, 충전제 및 포장으로부터 유출될 수 있는 어떠한 유해 성분이 들어있는지에 알고 싶어하고, 제조업체로서 우리는 제품이 안전하고 허용 수준 내 오염물질이 존재하는지 확인해야 합니다. 잔류농약 노출의 장기적인 영향은 문서로 잘 정리되어 있고, 우리는 잔류농약 분석의 중요성을 잘 인지하고 있습니다. QuEChERS 법은 농약 분석에 있어 매우 일반적인 방법이지만 개선의 여지는 있습니다. 자동화된 방식으로 더 짧은 시간에 보다 완벽한 추출을 달성하는 것은 수년간 식품제조업체의 공통적인 요청 사항입니다. 계속해서 검출 한계는 낮아지고 요구하는 제품 생산 시간은 짧아지면서 보다 빠르고 효율적인 추출 방법을 필요로 합니다.

본 응용자료는 QuEChERS와 EDGE 자동 용매 추출 기술을 비교 하였습니다. QuEChERS는 수동의 여러 단계를 추출, 정제 과정에서 염과 흡착제를 사용하여 하나의 시료를 추출하는데 총 20분에서 60분의 시간이 소요됩니다.

반면에 EDGE는 시료의 린싱, 여과 및 시스템 세척을 포함하여 단 일 7~9분 만에 시료의 추출 및 정제를 수행합니다. Q-Matrix Hydra를 사용하면 습식 시료에서 물을 제거하여 추출 과정을 더욱 단순화하므로 시료의 추가 처리가 필요하지 않습니다.

Materials and Methods

Reagents

시료/시약명	구매처	용도
Strawberry CRM (T19253QCSale)	FAPS	Sample
Q-Matrix Hydra	CEM	Sorbent
Sodium Acetate	Silicycle	Sorbent
Magnesium Sulfate	Silicycle	Sorbent
Primary Secondary Amine	Silicycle	Sorbent
Acetonitrile with 1% Acetic Acid	-	Sonication, Extraction, Rinse, Wash Solvent

QuEChERS Method

딸기 표준물질 10g을 칭량하여 50mL 원심분리 튜브에 넣습니다. 튜브에 10mL의 Acetonitrile(1% Acetic Acid)을 첨가하고, 진탕기(VWR Analog Vortex Mixer)에 1분간 진탕합니다. Sodium Acetate 1.5g과 Magnesium sulfate 6g을 튜브에 첨가하고 뚜껑을 닫아 1분간 진탕하고, 원심분리기(Thermo CL2)를 이용하여 5분간 6000 rpm으로 원심분리합니다.

그리고 1mL Acetonitrile 총을 150mg Magnesium sulfate와 50mg Primary Secondary Amine(PSA)가 들어있는 20mL 원심분리 튜브에 첨가합니다. 튜브를 1분 동안 진탕시키고, 5분간 6,000rpm으로 원심분리합니다.

상등액만을 취해 분석을 위한 바이알에 옮겨담습니다. 모든 시료 및 블랭크는 3개씩 준비되었습니다.

EDGE Sample Preparation

S1(C9+G1+C9 Q-Disc가 샌드위치 형태로 위치) Disc와 함께 조립된 Q-Cup에 Q-Matrix Hydra 2.5g과 딸기 표준물질 5g 또는 10g을 넣습니다. 이후 Q-Screen을 그 위에 추가합니다. 시료가 첨가된 Q-Cup과 수집 바이알을 위치에 맞춰 랙에 넣고 이동식 랙을 EDGE 기기의 옆면을 통해 장착합니다. 잔류 농약에 대해 아래 승인된 CEM 파라미터에 따라 Method를 생성하고 전처리를 진행합니다. 해당 Method는 회수율을 증가시키기 위해 교반 및 다중 린스 단계가 추가되었습니다. 이후 추출물을 5mL 미만으로 증발하기 위해 Q-Dry 용매증발기로 옮겼습니다. 추출물은 Acetonitrile(1% Acetic Acid)를 이용해 5mL로 희석하였고, 추출액은 분석을 위해 바이알에 옮겨 담았습니다. 모든 시료 및 블랭크는 3개씩 준비되었습니다.

1) Pesticide Residues of 5g Sample

- Q-Disc : S1 Q-Disc stack (C9+G1+C9 Sandwich)
- Sample Size : 5g

Cycle 1

- Solvent : Acetonitrile with 1.0% Acetic Acid (v/v)
- Top Add : 25mL
- Bottom Add : 0mL
- Rinse : 5mL
- Temperature : 40°C
- Hold Time : 3min

Wash 1

- Solvent : Acetonitrile with 1.0% Acetic Acid (v/v)
- Wash Volume : 10mL
- Temperature : 40°C
- Hold Time : 3sec

2) Pesticide Residues of 10g Sample

- Q-Disc : S1 Q-Disc stack (C9+G1+C9 Sandwich)
- Sample Size : 10g

Cycle 1

- Solvent : Acetonitrile with 1.0% Acetic Acid (v/v)
- Agitation : 2min
- Top Add : 15mL
- Bottom Add : 0mL
- Rinse : 5mL
- Temperature : 40°C
- Hold Time : 4min

Cycle 2 (Rinse Only)

- Solvent : Acetonitrile with 1.0% Acetic Acid (v/v)
- Top Add : 0mL
- Bottom Add : 0mL
- Rinse : 10mL
- Temperature : ---
- Hold Time : ---

Wash 1

- Solvent : Acetonitrile with 1.0% Acetic Acid (v/v)
- Wash Volume : 10mL
- Temperature : 40°C
- Hold Time : 3sec

Analysis

- 기기 : Waters Acquity UPLC with a Xevo TQD Triple Quad Mass Spectrometer
- 컬럼 : Restek ARC-18, 2.7 μ m, 100 x 2.1mm
- 유속 : 0.4mL/min
- 분석 시간 : 7분
- 주입량 : 2 μ l
- 이동상 : Gradient
 - Mobile A : Water with 10 mM Ammonium Acetate and 0.2% Formic Acid
 - Mobile B : Methanol with 10 mM Ammonium Acetate and 0.2% Formic Acid

Time	Flow Rate (mL/min)	%A	%B
Initial	0.4	95	5
7	0.4	0	100

- 각 농약의 정량 분석에는 하나의 MSD Transition 사용
- 각 시료는 3회씩 반복 분석 진행

Results and Discussion

EDGE는 시료의 여과, 냉각 및 시스템 세척을 포함하여 7-9분 이내에 딸기 CRM에서 살충제를 효율적으로 추출했습니다. 표 1은 EDGE와 QuEChERS법으로 딸기 표준 물질에서 여러 잔류농약을 추출한 회수율 데이터를 보여줍니다. 그 결과 EDGE와 QuEChERS법 추출물 간에서 유사한 회수율을 보였습니다. 여기서 우리는 QuEChERS 방법은 딸기와 같은 매트릭스용으로 개발되었으므로 당연히 높은 회수율이 예상되어야 한다는 점에 유의해야 합니다. 때문에 이는 EDGE가 딸기와 같은 표준 매트릭스에 대해 QuEChERS 방법과 유사한 효율을 나타내는 적절한 대체 방법

유기분석 전처리 시스템

이 될 수 있음을 입증합니다. QuEChERS 법은 지루한 수동의 단계로 진행되지만, EDGE는 단순화된 자동 추출 시스템으로 기존 분석법과 유사한 수준의 회수율을 나타냅니다.

Conclusion

EDGE 자동 추출 시스템에 사용된 추출 프로세스를 통해 딸기 표준물질을 단일 단계에서 효율적으로 추출했습니다. 하나의 자동화된 방법으로, 전통적인 QuEChERS 공정과 비슷한 살충제가 효율적으로 추출되었습니다. EDGE에 교반기능을 추가하면 교반을 사용하지 않을 때보다 적은 용매를 사용하지만 더 많은 시료를 취할 수 있습니다. 칭량할 수 있는 시료량이 증가하면 샘플링된 배치에 대한 시료 동질성을 높일 수 있습니다. 그리고 QuEChERS 방법과 비교할 때 최소 60%의 시간을 절약할 수 있습니다. 이 시간 절약은 시료 처리량과 전체 실험실의 생산성을 향상시킵니다.

이번 실험에서는 딸기 표준물질을 사용하여 습식 시료에 초점을 맞춰 전처리를 진행했지만, 동일한 Method를 사용하여 습윤 및 건조 등 모든 식품 시료에서 광범위한 잔류농약 전처리에 적용될 수 있습니다. 일부 살충제는 열에 불안정한 것으로 알려져 있습니다. 온도가 중요한 시료의 경우 EDGE는 실온 추출의 수행이 가능합니다. 효과적인 잔류농약 추출 Method를 갖춘 EDGE는 간단한 자동화 방법을 사용하여 모든 식품 시료에서 재현성 있는 결과를 제공하는 매우 이상적인 시스템입니다.

표 1. 시료 별 스파이크된 살충제의 회수율

Pesticide	EDGE 5g Sample (%Recovery)	EDGE 10g Sample (%Recovery)	QuEChERS (%Recovery)
Aldicarb Sulfoxide	92	100	111
Dimethoate	105	93	92
Etoxazole	69	65	60
Monocrotophos	82	98	96
Primicarb	87	102	62
Triticonazole	81	95	102

홍차 내 잔류 농약 성분 추출



Abstract

소비자들이 식품 중 잔류 농약에 대해 더 많이 인식함에 따라 농약 분석을 위한 효율적이고 자동화된 추출 방법의 필요성이 계속해서 증가하고 있습니다. 식품에서 잔류 농약 성분을 추출하는데 사용되는 일반적인 방법은 QuEChERS 법이지만, 사용되는 염(Salt)의 칭량, 다종의 추출액 이동 및 폐기물 생성 등의 많은 단점이 있습니다.

자동 추출 시스템인 EDGE는 추출액의 이동이 필요하지 않고, 염 또는 흡착제의 사용을 최소화하여 추출을 위한 QuEChERS 법에서 개선된 추출 방법입니다. 본 응용자료는 EDGE를 사용하여 홍차 내 잔류 농약 성분을 추출하였으며 80~120%의 허용 가능한 회수율과 20% 미만의 RSD 값으로 허용 범위의 재현성을 제공합니다. EDGE는 워크플로우를 자동화하려는 식품 실험실에 이상적인 선택입니다.

Introduction

소비자들은 음식에서 발견되는 농약 성분에 대해 점점 더 많은 관심을 보이고 있습니다. 농약의 내성과 새로운 농약의 지속적인 개발로 공식적으로 규제되는 농약의 항목은 계속 증가하고 있습니다. 농약은 농도 수준에 따라 인체에 유해할 수 있으므로 해당 물질의 정확한 테스트가 매우 중요합니다. 때문에 시료에서 잔류 농약 성분을 효율적으로 추출하는 방법이 필요합니다. 일반적으로 식품에서 살충제 성분을 추출하기 위한 산업 표준은 QuEChERS 법입니다. 이 방법에는 시료에 염과 흡착제를 첨가하여 수동의 혼합 과정 및 여러 번의 추출액 이동이 필요하기 때문에 오랜 시간을 필요로 합니다. 한 번의 추출에 필요한 시간은 약 20~60분으로, 해당 방법에 대한 혁신적인 개선이 필요합니다.

EDGE는 QuEChERS 법에서 개선된 자동 추출 시스템입니다. EDGE는 종종 LC-MS 및 GCMS 시스템에서 문제를 일으킬 수 있

는 염분과 흡착제의 사용이 불필요합니다. EDGE의 Q-Cup 기술은 다종의 추출액 이동이 필요없어 폐기물의 양도 최소화할 수 있습니다. 본 응용자료에서는 EDGE를 사용하여 2g의 홍차에서 큰 농약 패널을 추출하였습니다. EDGE는 높은 회수율(80% 이상)과 허용 범위 내의 RSD(20% 이하)를 가진 140가지 이상의 잔류 농약 성분을 빠르고 효율적으로 추출하였습니다. 또한 시료를 신속하게 추출하고, 여과 및 냉각하였습니다. EDGE는 자동화를 통해 워크플로우를 개선하려는 식품 테스트 실험실에 이상적인 대안입니다.

Materials and Methods

Reagents

시료/시약명	구매처	용도
Black Tea	Local Store	Black Tea
Pesticide Standards		Pesticide Standards
Methanol		Methanol
Ammonium Formate		Ammonium Formate
Formic Acid		Formic Acid
Acetonitrile		Acetonitrile

Sample Preparation

SI Q-Disc(C9+G1+C9)가 조립되어 있는 Q-Cup에 홍차 2g을 첨가합니다. 그리고 20 μ g/kg으로 제조된 잔류 농약 혼합액을 시료 위에 스파이킹 하였습니다. 이후 추출 과정에서 용매가 첨가되었을 때, 시료가 용매에 의해 부유하지 않도록 Q-Screen으로 시료를 고정시켰습니다. 수집 용기로는 50mL 원심분리 튜브를 사용하였으며 추출액으로는 Acetonitrile을 사용했습니다.

이외 별도의 염인 흡착제는 추가하지 않습니다. 시료는 세 개를 준비하였으며 수집된 추출액의 부피를 확인한 다음, 분석을 위해 바알로 옮겨담았습니다.

EDGE Methods

- Q-Disc : S1 Q-Disc stack (C9+G1+C9 Sandwich)

Cycle 1

- Extraction Solvent : Acetonitrile
- Top Add : 10mL
- Bottom Add : 0mL
- Rinse : 0mL
- Temperature : 40°C
- Hold Time : 1min 30sec

Cycle 2 (Rinse Only)

- Extraction Solvent : Acetonitrile
- Top Add : 0mL
- Bottom Add : 0mL
- Rinse : 5mL
- Temperature : ---
- Hold Time : ---

Wash

- Wash Solvent : Acetonitrile
- Wash Volume : 10mL
- Temperature : 40°C
- Hold Time : 3sec

Analysis

- 기기 : Agilent UHPLC with a 6490A Mass Spectrometer
- 컬럼 : Eclipse Plus C8, 1.8μm, 2.1X100mm Column
- 유속 : 0.3mL/min
- 분석 시간 : 17min
- 주입량 : 5μl
- 이동상 : Gradient

Mobile Phase A : Methanol with 2% Water, 5mM Ammonium Formate, 0.1% Formic Acid

Mobile Phase B : Water with 2% Methanol, 5mM Ammonium Formate, 0.1% Formic Acid

Time	Flow Rate (mL/min)	%A	%B
Initial	0.3	0	100
17	0.3	100	0

* 각 시료는 3회씩 반복 분석을 진행하였습니다.

Results

표 1은 n=3 시료에 대해 추출된 농약의 회수율 및 RSD를 나타낸 것입니다. EDGE는 잔류 농약이 스파이크된 홍차로부터 144종의 농약을 10분 이내에 효율적으로 추출하였습니다. 이 144종의 농약의 회수율은 80% 이상으로 각 성분에 대해 높은 회수율을 나타냈고, RSD값은 20% 미만으로 일반적으로 허용되는 재현성 이내의 값을 가집니다. 이 시료 유형의 경우, EDGE는 염, 흡착제 또는 기타 세정 물질이 불필요하며 간편한 전처리를 지원합니다. 그러나 이러한 보조물질은 특정 농약의 회수를 방해하고, 분석 시스템에 영향을 줄 수 있는데, EDGE는 그러한 물질의 영향을 받지 않고 분석 수행이 가능합니다.

Conclusion

EDGE는 시료 중 잔류 농약을 자동으로 추출할 수 있어 QuEChERS 법의 단점을 보완합니다. EDGE에서 사용하는 Q-Cup 기술을 통해 추출액의 이동이 불필요하며 폐액을 감소시킵니다. 본 응용자료에서는 EDGE는 QuEChERS 법에 필요한 염 또는 흡착제를 사용하지 않고, 10분 이내에 홍차 2g에서 잔류 농약을 효과적으로 추출하였습니다. 추출 결과, 각 성분의 회수율은 약 80% 이상으로, 재현성 있는 결과값을 나타냈습니다. EDGE는 수동의 QuEChERS 법에 대한 빠르고 효율적이면서 자동화된 대안을 제공하며 식품 실험실에서 자동화로 추출 프로세스를 간소화할 수 있는 훌륭한 솔루션입니다.

표 1. n=3 시료에 대해 추출된 농약의 회수율 및 RSD

Compound	Recovery (%) n=3	RSD(%) n=3
2, 4-D	84%	3%
Acetamiprid	87%	5%
Acrinathrin	83%	10%
Ametoctradin	92%	3%
Anilofos	88%	0%
Azinphos-ethyl	85%	4%
Azinphos-methyl	93%	10%
Azoxystrobin	87%	12%
Benalaxyl	85%	0%
Bifenthrin	91%	13%
Bitertanol	114%	15%
Boscalid	93%	1%
Bronacil	86%	6%

표 1의 전체 자료는 영인에스티 분광분석팀으로 요청 부탁드립니다. (E-mail. SS@younginst.com)

MARS 6

MARS 시리즈는 마이크로웨이브 시스템의 선두주자인 CEM사 제품으로 전세계 점유율 1위의 시료전처리 시스템입니다.

이 시스템은 통합 센서 기술을 사용하여 Vessel의 개수, 종류와 위치를 자동으로 인식하고 그에 따른 적절한 출력으로 산 분해를 진행합니다. 또한 iWave 비접촉식 온도 센서로 모든 Vessel의 온도를 정확하게 측정하고, 응용에 따라 다양한 Vessel을 선택할 수 있어 처리량이 많은 시료부터 어렵고 까다로운 시료까지 대부분 시료의 전처리가 가능합니다.

시스템 특징점

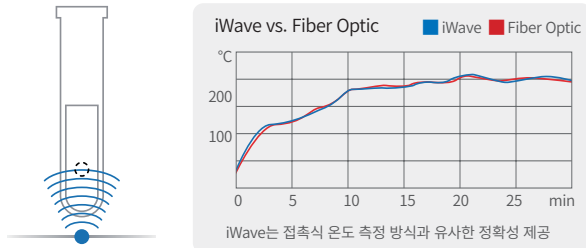
- 고해상도, 풀 컬러의 터치스크린 & 음성지원
- PowerMax™ 출력 컨트롤
- One Touch Technology
- iWave를 통한 정확한 온도 측정
- Method Library 내장
- 응용에 따른 다양한 Vessel/Option 제공

응용분야



정확한 온도 측정

iWave를 이용하면 보다 정확하고 편리하게 모든 Vessel의 온도를 측정 및 제어 할 수 있습니다.



MARS 6 Digestion Vessels

				
Vessel Name	MARS Xpress	MARS Xpress Plus	EasyPrep Plus	iPrep
Pressure/Temperature	Medium	Medium	High	Very High
Batch Capacity	40	24	12	16
Volume Option	10mL / 20mL / 55mL / 75mL	110mL	100mL	110mL
Disposable Option	Teflon	Glass	-	-

더 많은 시료량을 취하는 마이크로웨이브 산 분해



Abstract

마이크로웨이브 산 분해는 20년 넘게 식품의 원소 분석을 위한 전처리로 사용된 방법입니다. 하지만 제한된 시료량 때문에 대표성을 확인하기 위해 많은 시료량을 필요로 하는 분석에서는 한계가 있었습니다. CEM사는 최근 더 많은 시료를 취할 수 있도록 설계된 새로운 고성능 용기를 도입했습니다. iPrep의 특허받은 이중 밀봉 기술은 일반적인 분해 용기보다 훨씬 더 높은 온도와 압력을 유지시킵니다. 이 용기와 iWave 고급 온도 제어 기술을 사용하여 다양한 시료와 시료량의 시료를 동일한 배치에서 한 번에 분해했습니다.

Introduction

식품 재료의 중금속 분석 능력은 식품 안전과 소비자 건강에 필수적입니다. 비소, 카드뮴, 납, 수은과 같은 기타 중금속은 유해 중금속으로 간주되며 인체의 신진대사에 악영향을 미칩니다. 이러한 유해물질의 허용 기준은 극미량이며 기준을 초과할 경우 신장 이상, 각 장기의 기능 장애 및 종양, 만성 독성 등의 증상을 유발할 수 있습니다. 안전성 외에도 식품 분석은 제품의 품질을 보장하고 원산지 및 위조품을 확인하는데도 중요합니다. 이 응용 노트는 다양한 시료에서 이전에 가능했던 것보다 훨씬 더 많은 시료량을 취한다는 것에 중점을 둡니다. 전처리에 사용될 시료는 설탕, 단백질, 지방을 많이 포함하는 각각의 다른 식품 시료로, 전처리의 다양성을 설명하기 위해 하나의 배치에 동일한 Method로 단일 처리 되었습니다.

Procedure and Method

페퍼로니와 치즈는 적당히 조각내어 무게를 칭량한 후 iPrep 용기에 넣고, 분유는 바로 용기에 칭량했습니다. 냉동된 다진 고기는 먼저 블렌딩하여 균질성화 시킨 다음 용기에서 칭량했습니다.

시료의 유형과 대략적인 무게는 아래 표 1에 기재해두었습니다. 이후 각 시료에 질산(HNO_3) 10mL씩을 첨가하고, 용기의 뚜껑을 닫고 조립한 다음 산 분해를 위해 MARS 6에 장착하였습니다. 용기는 아래 표 1에 기재된 위치로 고르게 분포시킨 후, One Touch iPrep Method를 사용하여 전처리하였습니다. One Touch 기술은 자동으로 용기의 유형과 수량, 위치를 인식하고, 최적화된 산 분해 출력을 계산합니다. 본 Method의 최고 온도는 210°C 이며 일반적으로 식품 시료를 전처리할 때는 이 이상의 온도를 필요로 하지 않습니다.

표 1. 시료와 대략적인 칭량값

Sample	Vessel Positions	Sample Weight
Milk Powder	1,7	1.0g
Pepperoni Stick	2,8	2.0g
Cheddar Cheese Block	4,10	2.0g
Mixed Frozen Entrée	5,11	5.0g

Results and Discussion

iPrep 용기 및 iWave 온도 제어 기능이 있는 MARS 6는 다양한 시료량을 가진 4가지 식품 시료를 동시에 처리했습니다. 4개의 시료는 2세트씩 준비하여 총 8개의 시료를 동시에 처리했습니다. 그림 1을 보시면 용기 1과 7에 있는 분유 시료가 먼저 분해되기 시작했으며 높은 탄수화물 함유량으로 빠르게 초기 온도에 도달했습니다. iWave는 이 급격한 온도 증가를 감지하고 그림 2의 녹색 전력 곡선에 표시된 것처럼 신속하게 전력을 줄여 시료가 타지 않도록 합니다. 초기 반응이 가라 앉으면 마이크로웨이브 출력이 다시 증가합니다. 분해가 끝날 무렵, 페퍼로니 시료는 그림 3과 같이 온도가 가장 높습니다. 이는 지방 함량이 높은 시료의 경우,

무기분석 전처리 시스템

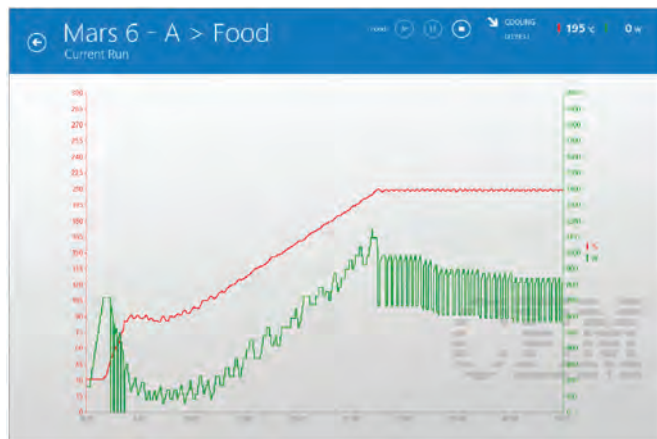
분해를 시작하기 위해 더 높은 온도가 필요하기 때문입니다. 동일한 시료는 각 시료 유형에 대해 거의 동일한 온도를 나타내며 분유 시료는 실행 초기에 완전히 분해되었기 때문에 현재 온도에서는 가장 낮습니다. iWave의 정밀한 온도 제어와 고압/고압에서도 사용 가능한 iPrep 용기의 사용을 통해 그림 4와 같이 다양한 식품 및 시료량의 동시 분해가 가능했습니다.

그림 1. 초기 시점의 산 분해 온도 그래프



분유 시료는 높은 탄수화물 함량으로 인해 빠르게 분해됩니다.

그림 2. 온도-마이크로웨이브 출력 그래프



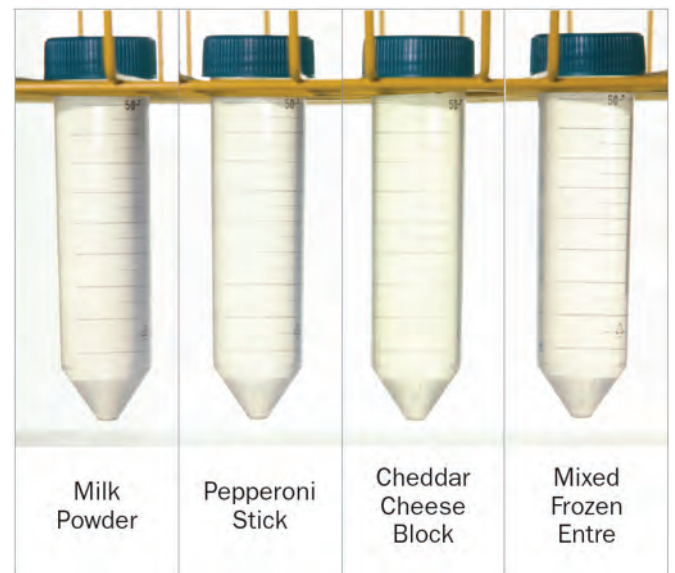
iWave 온도 제어 시스템은 분유 시료의 급격한 발열 반응을 제어하기 위해 마이크로웨이브 출력을 즉시 감소시킵니다.

그림 3. 완료 시점의 각 시료 용기 별 온도 그래프



전처리 완료 후, 고지방의 페퍼로니 시료 온도가 가장 높습니다.

그림 4. 50mL로 희석된 전처리 시료



Prodigy Plus

Prodigy Plus ICP-OES는 Solid State 검출 시스템과 Teledyne Leeman Labs사만의 고성능 Echelle 스펙트로미터로 디자인되었습니다. 최상의 분해능, 안정성, 그리고 낮은 검출 한계와 신뢰성 높은 결과 데이터를 제공합니다. 또한 다양한 선택 가능한 특징을 선보여 사용자들의 유/무기 분석 환경의 개선을 보장합니다.

시스템 특징점

- Full Spectral Access (FSA)
: 한번의 분석으로 거의 모든 원소에 대한 정성 정량 분석을 제공
- 분석 가능 파장대 : 165 - 1100nm
(할로겐 옵션 선택 시 135 - 1100nm 가능)
- 800nm 대의 광학 경로 : 우수한 화질/높은 해상도
- Twist-n-Lock, Auto-Aligning 시료 도입 시스템
- 대형, 고급 CMOS 검출기 : Blooming 제거
 - Pixels : 1840X1840
 - Pixels Resolution : 0.0015nm@200nm



응용분야



Prodigy DC Arc

Prodigy DC Arc (직류 아크 분광 분석기)는 고체시료, 금속, 비철금속 등 분해가 어렵거나 불가능한 까다로운 시료에 대해 시료 분해없이 기본 형태로 빠르고 정확한 미량 분석을 제공합니다. 분석은 전극에 탑재된 시료를 카운터 전극과 함께 직류 아크에 연결한 후 점화하면 직류 플라즈마가 발생하고, 원소에 따라 발생하는 빛을 분광계로 검출하는 방법으로 분석됩니다.

시스템 특징점

- 고체 시료 내 다양한 원소 분석
- 낮은 검출 한계 : 1ppm 미만 (고체)
- 빠른 분석 시간 : 1분 이내
- High-Purity Graphite 분석
- 간단한 시료 준비
- 저렴한 유지보수 비용
- 분석 파장 : 175 - 900nm



응용분야



ICP-OES를 이용한 홉(Brewer's Hops) 분석



Introduction

식물은 자라는 동안 주변의 오염 물질과 잔류 물질을 흡수한다는 사실은 과학적으로 입증되었으며, 이러한 물질들은 식물을 섭취하는 인간과 동물에게 전달됩니다. 오염은 토양, 하천, 지하수 등의 직접적인(자연적인) 오염과 산업, 폐기물 처리, 농업 또는 광업과 같은 인간 활동에 의한 오염으로 발생되며 이러한 오염은 중금속, 방사성 핵종, 폭발물, 살충제 및 비료 등을 포함합니다.

Hops는 양조 과정에서 맥주의 맛과 쓴맛을 더하기 위해 사용되며 박테리아의 성장을 억제하는 항생제 역할로도 사용됩니다.

보리와 Hops에 있는 Cu, Mn, Zn과 같은 소량의 금속은 일반적인 것이고 식물 성장에 필수적인 요소입니다. 양조 과정에서 이 금속들은 효모의 신진 대사를 돕고 완성된 맥주의 물리적 특성에 영향을 미치게 됩니다. 그러나 금속 함유량이 높은 경우 효모에 독성을 나타내어 맥주가 금속 맛이 날 수 있습니다.

결과적으로 Hops와 양조 과정에서의 금속 함량은 완성된 맥주의 성공과 품질에 직접적으로 관련됩니다. 특히 Cd와 Pb와 같은 금속의 경우에는 낮은 농도에서도 인체에 유해한 독성을 나타낼 수 있어 반드시 관리해야 하는 금속들입니다.

Methods

이 연구에 사용된 Prodigy Plus 작동 파라미터와 파장을 각 표 1과 표 2에 기재하였습니다. 분석에 사용된 Viewing Zone은 0.25 ppm Mn 표준액을 사용하여 설정하였습니다. 최적의 Viewing Position은 Prodigy Plus의 Salsa 소프트웨어에 의해 자동으로 선택됩니다. 모든 데이터는 Axial-view 토치 방향을 사용하여 수집하였습니다.

표 1. 시스템 작동 파라미터

Parameter	Value	Part Number
RF Power	1.2kW	-
Coolant Flow	16.0LPM	-
Auxiliary Flow	0.5LPM	-
Nebulizer Pressure	34PSI	-
Pump Rate	25RPM	-
Torch	Quartz Demountable	318-00167-1
Injector	2.5mm Bore	318-00161-ORG2
Axial Integration Time	60sec	

표 2. 파장 및 시스템 검출 한계

Element	Wavelength(nm)	DL(ppm)
Cd	214.441	0.0006
Co	228.615	0.0005
Cr	206.149	0.003
Cu	324.754	0.0004
Fe	259.94	0.0002
Mn	257.61	0.0001
Ni	221.648	0.004
Pb	220.353	0.003
Zn	213.856	0.0004

Sample Preparation

워싱턴 주에서 재배된 2종의 건조 상태의 brewer's hops (Centennial and Nugget)를 분석에 사용하였습니다. 시료를 유리 비이커에 최대 0.5g 취하고, 5ml의 초순수(DI)를 첨가하였습니다.

이후 5ml의 질산을 첨가하고, 시료를 95°C에서 1시간 동안 산처리 하였습니다. 시료가 냉각되면 30% 과산화수소 5ml를 가하고, 시료를 다시 30분간 가열합니다. 냉각 후, 시료를 Whatman®50 여과지를 사용하여 여과하고 초순수를 사용하여 최종 부피가 100 mL가 되도록 희석합니다. 추가 시료 하나에 0.1mg/Kg 농도의 분석할 원소를 첨가하고 위와 동일한 전처리 과정을 진행하여 해당 분석 Method를 확인하였습니다. 공시험액도 동일한 전처리 과정으로 준비합니다.

Standards Sample

NIST SRM1570A(시금치 표준품)는 품질관리(QC)에서 사용되는 표준 방법으로 분석되었으며 위의 시료 준비와 동일한 방법으로 산분해 되었습니다. 표 3에 표시된 Calibration Standards는 VH G Labs(LGC Quality Control Standard 19, P/N VH-GC19-5 00)의 다중 원소 ICP 표준물을 이용하여 작성되었습니다.

표 3. 검량선 표준액 농도

Element	Std0 ppm	Std1 ppm	Std2 ppm	Std3 ppm
Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb, Zn	0	0.05	0.1	0.25

Results and Conclusion

연구 결과는 아래 표에 기재되어 있습니다. 언급하지 않는 한 모든 농도는 mg/Kg 단위입니다. 'ND'로 표시된 결과는 IDL 아래에 있고, 'NA'로 표시된 결과는 값을 명시할 수 없음을 나타냅니다. 시료 결과는 표 4와 표 5에 나타냈습니다. 스파이크된 시료 결과는 표 4의 "Spike % Recovery"열에 표시됩니다. NIST SRM QC 표준 결과는 표 6에 나와 있습니다.

NIST SRM1570A의 결과는 상당히 좋았습니다. 스파이크 및 전처리된 시료는 허용 가능한 수준의 회수율을 나타냈으므로 해당 Method는 이 시료에 적합한 방법이라고 판단됩니다. 시료 준비와 분석은 간단하고 신속했으며 Teledyne Leeman Labs사의 Prodigy Plus ICP를 이용한 식품 시료 내 금속 분석(해당 연구에서는 Brewer's Hops 사용)은 성공적이었습니다.

표 4. Centennial Hops에 대한 결과값

Element	Mean	Standard Deviation	Spike % Recovery
Cd	0.24	0.02	90.1
Co	ND	NA	NA
Cr	0.51	0.07	93.6
Cu	4.84	0.02	94
Fe	59	0.68	95.2
Mn	44.2	0.35	93.4
Ni	4.1	1.05	87.8
Pb	0.61	0.19	90.7
Zn	40.1	0.05	98.5

표 5. Nugget Hops에 대한 결과값

Element	Mean	Standard Deviation
Cd	214.441	0.03
Co	228.615	NA
Cr	206.149	0.052
Cu	324.754	0.02
Fe	259.94	1.2
Mn	257.61	0.29
Ni	221.648	0.16
Pb	220.353	0.24
Zn	213.856	0.09

표 6. NIST SRM1570A에 대한 결과값

Element	Mean	Certified Result	% Recovery
Cd	2.79	2.89	96.5
Co	ND	-	-
Cr	0.36	0.39	91.4
Cu	11.7	12.2	95.6
Fe	125.8	-	-
Mn	73.5	75.9	96.9
Ni	2.08	2.14	97.2
Pb	ND	-	-
Zn	81.2	81.2	99.1

Hydra IIc

Hydra IIc는 전자동으로 고상, 액상 시료를 전처리없이 직접적으로 수은을 분석하는 시스템입니다. 시료는 완전 열분해되고 수은만이 금아말감을 통해 포집되어 냉증기 원자 흡수 분광법을 이용하여 검출됩니다. 본 시스템의 가장 큰 장점은 복잡한 시료전처리 과정이 필요 없다는 것입니다.

시스템 특징점

- 전처리없이 고체, 액체 시료 중 수은(Hg) 분석 가능
- 평균 5 ~ 7분의 분석 시간 소요
- 검출한계 : 0.001ng Hg
- 오토샘플러 : 최대 70개의 시료 자동 분석 (수동 분석도 가능)
- Nafion Dryer를 이용한 이중 수분 제거
- 자동 무게 입력 장치
- 간편한 유지 보수 및 소프트웨어
: 촉매관 및 시스템을 별도의 도구 없이 탈부착, 교체 가능



응용분야



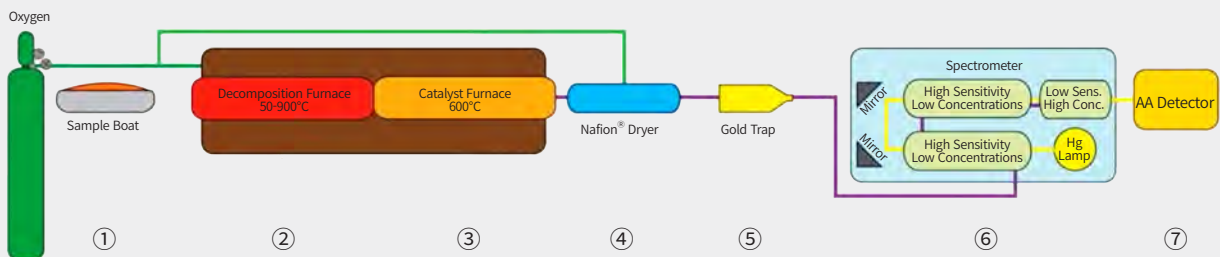
혁신적인 통합 모듈 디자인

Hydra IIc 모듈은 비용, 시간, 설치 공간 등 분석자의 요구 사항을 고려하여 설계되었습니다. 사용자는 분석 응용에 따라 간단하게 시스템을 냉증기 원자 흡수 분광법(CVAA)로 재구성하여 사용할 수 있습니다.



Hydra II_{AA} Hydra II_c
냉증기 원자 흡수 분광법(CVAA) 전처리가 필요없는 열분해 금아말감법

작동 및 분석 원리



- ① 시료의 무게 칭량 후 주입
- ② 시료의 건조 및 열분해
- ③ 촉매관 작용(수은 증기를 제외한 일부 부산물 제거)
- ④ 내부 건조관(Nafion Dryer)에서 수분 제거
- ⑤ 금아말감으로 수은 증기 포집/탈착
- ⑥ 탈착된 수은 증기가 분광기로 이동
- ⑦ AA 검출기를 통해 검출

다양한 어패류 중 수은 측정



Introduction

전 세계적으로 수년간 꾸준히 화두가 되고있는 환경 문제로 어패류의 수은 함량 증가가 있습니다. 해양 동물에게 수은이 축적되는 과정은 동물이 서식하는 수역에서 수은의 자연적 및 인위적 원인으로 시작됩니다. 물속 먹이 사슬의 기초를 형성하는 미생물은 수은 원소를 유기 메틸수은으로 전환시킵니다. 그런 다음 메틸수은은 동물 조직의 단백질에 단단히 결합하고, 점차적으로 큰 먹이를 섭취하는 먹이 사슬을 따라 상위 단계로 움직이면서 증가합니다. 생물 농축 과정을 거쳐 최고 포식자의 수은 농도는 주변 동물에 비해 약 100만배나 증가할 수 있습니다. 어패류의 섭취는 오메가3 지방산과 같은 중요한 영양소를 제공하며 단백질의 실질적인 공급원이기도 하지만, 일반적으로 인체가 수은에 노출되는 주요 경로이기도 합니다. 수은은 인간의 심혈관, 면역, 호흡기, 위장 및 생식 기관 등에 손상을 줄 수 있는 독소이며 특히 어린이의 신경계 발달에 해로울 수 있습니다.

이 응용 노트는 Teledyne Leeman Labs사의 Hydra II c 수은 분석기를 사용하여 USEPA Method 7473에 따라 분석하였을 때 수중 식물 조직뿐 아니라 다양한 해양 어패류에서의 수은 측정에 대한 능력을 입증합니다. USEPA Method 7473은 실험실 및 현장에서 열분해, 아말감 및 원자 흡수분광법(AA)을 사용하여 고체, 반고체, 용액 중 수은 분석에 대해 승인된 방법입니다. 이번 분석에서는 Hydra II c를 이용하여 4개의 표준물질(CRMs, Certified Reference Materials)과 5개의 알려지지 않은 시료를 분석하였습니다.

Experimental

Hydra II c는 Teledyne Leeman Labs사 Envoy 소프트웨어에 의해 운영되며 개별 시료에 대한 컨트롤이 가능합니다. 소프트웨어

의 파라미터는 다양한 시료 내 수은을 분석하기 위해 각 시료의 건조 및 분해 조건을 최적의 조건으로 설정할 수 있습니다. (사용자 지정에 의해 연소 온도와 지속 시간 제어 가능) 이 실험에서 시스템은 0~400ng의 수은을 포함하는 범위의 2개의 검량선이 작성되었습니다. 시료 분석 중에 사용된 시스템의 작동 조건은 표 1에 나타냈습니다.

표 1. 시스템 작동 파라미터

Sample	Method Parameter	Parameter Value
Various Fish Shellfish Tissue	Drying Temp. (°C)	300
	Drying Time (Sec)	70
	Decomposition Temp. (°C)	800
	Decomposition Time(Sec)	250
	Catalyst Temp.(°C)	600
	Wait Time (Sec)	60
	Amalgamator Temp. (°C)	600
	Amalgamator Time (Sec)	30
	Integration Time (Sec)	100
	213.856	250

Note. 일반적으로 캘리브레이션을 진행하거나 액체 시료를 분석할 때, 건조 시간에 대한 파라미터는 100 마이크로리터 당 70초의 비율(300°C의 일반적인 온도 설정에서)을 권장합니다.

Procedure

Calibration Standard 보트의 세척과 동일한 Method로 시료 분석을 위한 빈 니켈 보트를 세척하였습니다. 각 CRM을 샘플링하는 사이사이에 시료를 완전히 혼합시켜 0.050~0.100g의 시료

를 세척된 니켈 보트에 담았습니다. 각각의 개별 시료에 대한 정확한 무게를 기록하고, Envoy 소프트웨어에 입력합니다. 이 방법으로 총 3개씩 CRM과 시료가 준비되면 자동 분석을 위해 Auto-sampler slider 로 옮겨 담습니다. Auto-sampler에 Slider 장착 후 연결된 덮개를 닫아 분석을 기다리는 동안 부유 미립자에 의해 보트 내 시료가 오염되는 것을 예방합니다.

Envoy 소프트웨어의 주요 장점으로 먼저 일부 시료의 칭량 및 분석을 시작한 후 분석이 진행되는 동안 나머지 시료를 칭량하여 시퀀스 끝에 추가할 수 있다는 점입니다. 이를 통해 전체 분석 시간을 감소시킬 수 있습니다.

또는 수동 분석을 원한다면 Envoy 소프트웨어가 지시하는 순서에 맞춰 칭량된 시료가 담긴 보트를 주입구에 직접 장착하고 칭량 값을 입력하면 시료를 수동(개별적)으로도 분석할 수 있습니다.

Results

Hydra II c 수은 분석기를 사용하여 4개의 CRM 분석 결과 성적서에 표기된 값과 유사하게 90% 이상의 회수율을 나타냈습니다. CRM 및 미지 시료는 표 1에 기재된 작동 조건을 사용하여 분석되었으며, CRM의 평균 농도 (ng/g), 표준편차 및 회수율은 계산하여 표 2에 나타내었습니다. 5개의 미지 시료에 대한 평균 중량, 평균 결과 및 표준 편차 결과는 표 3에 나타내었습니다.

표 2. 다양한 어류 및 식물 조직의 수은 측정 - CRM

CRM		Mean Conc. (ng/g)	Std. Dev.	Certified Conc.(ng/g)	Recovery(%)
BCR060	Aquatic Plant	300	2.8	340	94.1
BCR463	Tuna	2841	22.1	2850	99.7
DOLT3	Dogfish Liver	3398	23.2	3370	100.8
DORM2	Dogfish Liver	4311	36.7	4640	92.9

표 3. 다양한 어류 조직에서의 수은 측정 - Unknown

Sample	Average Weight (g)	Mean Conc. (ng/g)	Std.Dev.
Botino Flakes	2.79	101	7.3
Cod	ND	59.24	5.7
Clam	0.36	41.98	1.3
Trout	11.7	23.16	1
Tuna	125.8	390	7.3

Conclusion

Hydra II c는 회화로(연소)를 이용한 AAS 수은 분석기로, EPA Method 7473의 지침에 따라 표 1의 작동 조건을 사용하여 다양한 어패류 및 식물 조직의 총 수은의 농도를 분석, 측정할 수 있습니다. 연소법을 이용하기 때문에 유해한 화학 폐기물 발생이 적고, 시료 전처리 단계가 없으므로 분석자의 시간 및 운영 비용이 절감됩니다. 그리고 Auto-sampler의 이용은 수은 분석의 빠르고 간단하며 편리한 접근을 제공합니다.

식품 공전에 따른 메틸수은 분석



Introduction

총 무기 및 메틸수은의 측정은 동식물의 생태계에서 흡수되고 생물 농축되는 수은을 모니터링할 수 있는 중요한 도구입니다. 환경 중 수은 오염을 정량화함으로써 인체에 노출되는 위험을 적절하게 평가할 수 있습니다. 중금속 수은(유기/무기)은 인간의 신경계, 소화계, 면역계에 독성 영향을 미치는 것으로 알려져 있으며 태아 및 유아의 신경 발달 장애를 초래할 수 있습니다. 환경 시료 중 수은 종(유기수은 or 무기수은)에 대한 정량/정성적인 연구는 지구 환경에서 수은의 이동과 수명을 확인하고, 검증하는데 사용되는 귀중한 자원입니다. 어떤 경우에는 수은 기원종을 아는 것이 생물 농축에 의해 생성되는 메틸수은의 유해한 노출을 감소시키거나 예방하는데 도움이 될 수 있습니다.

이 응용자료는 Hydra IIc, 연소 원자 흡수 (CAA) 검출 타입의 수은 분석기를 이용하여 선택적으로 추출된 메틸 수은의 측정 능력을 나타냅니다. 한국 식품 의약품 안전처에서 새로 개발한 “식품 공전, 9.1.7.2법 메틸수은 시험법”은 메틸수은(MeHg) 측정을 위해 선택적 추출과 CAA 검출을 지정하고 있으며, 이 분석법은 식품에 적용되어 식품 중 MeHg를 분석할 때 사용할 수 있습니다. 인증된 참조 물질(CRM)로 참치 시료(BCR®-463)가 사용되었으며 MeHg 농도는 $\text{CH}_3\text{Hg} + 3.04\mu\text{g/g} \pm 0.16$ 로 보고되었습니다. 시스템의 안정성 테스트를 위한 캘리브레이션 검증에는 다양한 표준 참조 물질(SRM)을 사용했습니다.

Experimental

메틸 수은을 분석하기 위해선 먼저 시료 전처리 과정이 필요합니다. 칭량된 시료를 HCl (3:1 HCl/DI Water), NaCl (25% w/v DI Water) 및 톨루엔으로 전처리 한 다음 3000 RPM으로 원심 분리합니다. 이후 MeHg이 있는 톨루엔 층을 취해 L-cysteine 용액을

첨가합니다. 그리고 MeHg이 선택적으로 추출된 L-cysteine 용액을 시료로 합니다. 시료는 시스템에 주입되어 연소된 후, 수은만 금 아말감에 포집되었다 탈착되는 과정을 통해 원소 수은 (Hg^0)으로 방출됩니다. 마지막으로, 수집된 수은의 정량화는 원자 흡광법을 사용하여 수행되며, 건조 물질 기준으로 분석 결과의 질량 변환을 사용하여 계산된 MeHg의 양을 계산합니다. 시스템은 Envoy 소프트웨어에 의해 운영되며, 이 시스템으로 개별 시료에 대한 컨트롤이 가능 합니다. 소프트웨어의 파라미터는 다양한 시료의 수은을 분석하기 위해 각 시료의 건조 및 분해 조건을 최적의 조건으로 설정할 수 있습니다. 시료 분석 중에 사용된 시스템의 작동 조건은 표 1에 나타냈습니다.

표 1. 시스템 작동 파라미터

Parameter	Temp.(°C)	Time(Sec)	Other
Drying	200	60	-
Catalyst	600	20	-
Decomposition	800	150	-
Oxygen Flow	-	-	350mL/min
Integration	-	80	-
Amalgamator	700	30	-
Ramp Time*	-	60	TempoRamp 60
Nafion Temp.	~70	-	NafionFurnace Temp 600
Gold Trap Hold	~175	-	EluteWarm Tempo Override 175
μ Absorbance level cut-off*	-	-	LowPeakAbs Limit 380000

*상기 파라미터는 Envoy 소프트웨어 startup.ini 파일에서 수정

Procedure

두 가지 변수(시료량과 혼합 방법)를 변경하면서, 세 가지 실험 (TEST 1 : 0.25g의 시료 수동 혼합 / TEST 2 : 시료량이 상이한 자동 혼합 / TEST 3 : 0.5g의 시료의 자동 혼합)을 아래 Method로 분석하여 회수율과 재현성을 확인 했습니다.

■ 전처리 과정

- ① 시료 0.25~1g을 40mL 투명한 바이알에 칭량 후 기록
- ② 25% NaCl 용액 10mL을 추가
- ③ 4mL의 HCl 용액을 추가
- ④ 톨루엔 15mL를 추가
- ⑤ 바이알을 원심 분리기로 분리 (3,000 RPM에서 20 분)
- ⑥ 상층의 톨루엔 층을 취해서 다른 바이알로 이동
- ⑦ 추출된 톨루엔 바이알에 L-cysteine 5mL를 추가
- ⑧ 분석을 위한 시료는 하층(L-cystein 부분)을 사용

■ 분석 과정

추출된 유기 수은을 포함하는 하층(L-cysteine) 사용

- ① 100μL의 피펫으로 하층(L-cysteine)을 샘플링
- ② 컨디셔닝된 샘플 보트에 시료를 추가
- ③ 시료와 무게값 입력 후 분석 진행
- ④ 분석 결과값 수집 및 메틸 수은 값 계산
(최종 계산에는 건조 시료 기준의 무게값을 이용)

Results and Conclusion

식품 공정 9.1.7.2 메틸 수은 분석 방법을 이용한 세 가지의 분석 결과와 그 결과값을 정리하여 표 2-5에 기재하였습니다.

시료량과 시료 혼합 방법을 변경하여 Method의 회수율과 재현성을 연구한 결과 자동 혼합기는 시료 전처리 시간을 단축시켰을 뿐만 아니라 결과의 재현성도 크게 향상시켰습니다. 표에 기재되어있듯이 MeHg %RSD는 9.43에서 2.85로 향상되었고, TEST 1과 TEST 3은 각 실험에서 동일한 시료량을 사용했기 때문에 관찰된 정밀도의 향상은 자동 혼합기를 사용 여부의 차이일 수 있습니다. 또한 시료량이 적을수록 회수율이 낮아져 TEST 2의 경우 자동 혼합기를 사용해서 재현성은 향상되었지만, 회수율은 감소하였습니다.

Hydra IIc는 식품 공정 9.1.7.2 메틸 수은 시험법 또는 유사한 MeHg 추출 시험법에 이상적인 분석 시스템입니다.

표 2. TEST 1의 결과 (0.25g의 시료 수동 혼합)

October 2019 Extraction Hand Shaken/Mixed	Sample Extraction Weight (g)	(10.76 %) Moisture Corrected Weight (g)	Raw Value ng/g	Control Blank Corrected Value (ng/g)	MeHg (mg/Kg) 3.04 ± 0.16	% Recovery
Extraction Control Blank (E1)	0.1 g ES		3.036			
BCR 463 (E2) Rep 1	0.251	0.224	100.2929	97.26	2.33	76.6
BCR 463 (E3) Rep 2	0.256	0.228	103.491	100.46	2.37	78.0
BCR 463 (E4) Rep 3	0.250	0.223	113.2234	110.19	2.66	87.5
BCR 463 (E5) Rep 4	0.249	0.222	115.6785	112.64	2.73	89.8
BCR 463 (E6) Rep 5	0.251	0.224	129.494	126.46	3.03	99.7
BCR 463 (E7) Rep 6	0.252	0.225	110.8109	107.77	2.57	84.5
BCR 463 (E8) Rep 7	0.254	0.227	124.2773	121.24	2.87	94.4
STDEV					0.25	8.4
RSD %					9.43	9.6
Average					2.65	87.2

표 3. TEST 2의 결과 (상이한 시료 자동 혼합)

May 2020 Extraction Automated Shaken/Mixed	Sample Extraction Weight (g)	(10.76 %) Moisture Corrected Weight (g)	Raw Value ng/g	Control Blank Corrected Value (ng/g)	MeHg (mg/Kg) 3.04 ± 0.16	% Recovery
RM 8414 (5 ng/g)			5.5975			112.0
MeHg-3 (91 ng/g)			98.5918			108.3
Extraction Control Blank (E1)	0.1 g ES		2.2496			
BCR 463 (E2) Rep 1	0.203	0.181	93.9313	91.68	2.72	89.5
BCR 463 (E3) Rep 2	0.099	0.088	40.6405	38.39	2.34	77.0
BCR 463 (E4) Rep 3	0.148	0.132	69.0703	66.82	2.72	89.5
BCR 463 (E5) Rep 4	0.125	0.112	58.4486	56.2	2.70	88.8
BCR 463 (E6) Rep 5	0.097	0.087	42.7265	40.48	2.50	82.2
BCR 463 (E7) Rep 6	0.246	0.22	110.7613	108.51	2.65	87.2
BCR 463 (E8) Rep 7	0.09	0.08	39.5253	37.28	2.50	82.2
STDEV					0.15	4.8
RSD %					5.79	5.6
Average					2.59	85.2

표 4. TEST 3의 결과 (0.5g의 시료 자동 혼합)

February 2021 Extraction Automated Shaken/Mixed	Sample Extraction Weight (g)	(10.76 %) Moisture Corrected Weight (g)	Raw Value ng/g	Control Blank Corrected Value (ng/g)	MeHg (mg/Kg) 3.04 ± 0.16	% Recovery
RM 8414 (5 ng/g)			4.5723			91.4
MeHg-3 (91 ng/g)			94.5385			103.9
Extraction Control Blank (E0)	0.1 g ES		2.0916			
BCR 463 (E1) Rep 1	0.477	0.426	218.6202	216.53	2.73	89.8
BCR 463 (E2) Rep 2	0.512	0.457	239.5063	236.31	2.78	91.4
BCR 463 (E3) Rep 3	0.514	0.459	237.4624	234.26	2.74	90.1
BCR 463 (E4) Rep 4	0.477	0.426	236.0431	232.84	2.94	96.7
BCR 463 (E5) Rep 5	0.468	0.418	227.6429	224.44	2.89	95.1
BCR 463 (E6) Rep 6	0.499	0.445	232.0842	228.88	2.76	90.8
BCR 463 (E7) Rep 7	0.505	0.451	239.3919	236.19	2.81	92.4
STDEV					0.08	2.6
RSD %					2.85	2.8
Average					2.81	92.4

표 5. 실험 결과값 정리

Sample	TEST 1	TEST 2	TEST 3
Sample Extraction Weight	0.25g	Varied	0.5g
Means of Shaking	Hand	Mechanical	Mechanical
@95%, Average W/Uncertainties	2.65±0.19 (mg/kg)	2.59±0.11 (mg/kg)	2.81±0.06 (mg/kg)
STDEV MeHg	0.25	0.15	0.08
%RSD MeHg	9.43	5.79	2.85
Average % Recovery	87.2	85.2	92.4

Phoenix BLACK

Phoenix BLACK은 시료를 빠르고 안전하게 회분시키며 내장된 터치 스크린을 사용하여 직관적이고 편리한 작동을 지원합니다. 두 개의 강력한 마그네트론으로 캐비티를 가열하기 때문에 정확한 온도 제어 및 가열 시간을 감소시킵니다. 불량률을 줄이고 개선된 공정 제어를 위해 신속한 측정을 지원합니다.

시스템 특징점

- 기존 회화로보다 최대 97% 신속한 Microwave 회화로
- 터치스크린 & 직관적이고 간편한 작동법
: Auto-start 설정을 통한 예열 및 섯다운 가능
- 급속 냉각이 가능한 석영 섬유 도가니 : 1분 이내 칭량 가능
- 자동 계산을 위한 저울/프린터 호환
- IQ / OQ / PQ 서비스 제공
- 응용에 따른 회화 타입 선택 및 간편한 교체

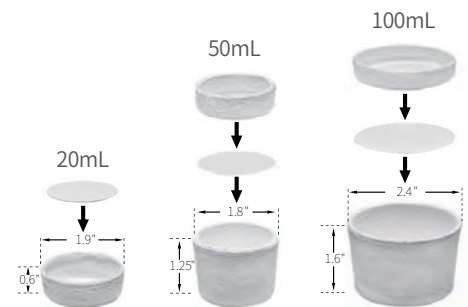


응용분야



Quartz-Fiber Crucibles

석영 섬유 도가니는 산소가 시료 주위를 순환하기 때문에 더 효율적인 회화/분해가 가능합니다. 또한, 초 단위의 빠른 냉각으로 긴 방냉시간을 획기적으로 감소시키기 때문에 전체 회화 시간이 대폭 감소되고 안전한 사용이 가능합니다.



고온 전용 회화



- 최대 1,200°C까지 가열
- 20mL/50mL 도가니 : 8개
- 100mL 도가니 : 5개

대용량 전용 회화



- 최대 1,000°C까지 가열
- 20mL/50mL 도가니 : 15개
- 100mL 도가니 : 12개

Phoenix BLACK의 실제 회분 함량 측정 비교

Sample	Conventional (hours)	Phoenix BLACK (minutes)	Time Savings (%)	Sample	Conventional (hours)	Phoenix BLACK (minutes)	Time Savings (%)
Carbon Black	16	90	91	Polypropylene	0.5	5	83
Cat Food	5	10	97	Poultry (feed)	2	10	92
Coal	48	40	99	Silicon Carbide Mix	2	10	92
Egg (dried yolk)	48	20	99	Sludge (municipal)	1	15	75
Paper	1	10	83	Stearates	1.5	5	94
Polyester	8	15	97	TiO2	1	10	83

가공육 내 뼈 함량 측정



Abstract

육류 가공 공장은 미국 농무부 지침(USDA, 1% 미만의 뼈 함량)을 만족하면서 비용 효율적인 방식으로 동물 한 마리 당 수확량을 극대화하는 과제에 지속적으로 직면하고 있습니다. 이는 기계적으로 분리시킨 고기 역시 마찬가지입니다. CEM은 화학 물질을 사용하지 않고도 시료의 뼈 함유량을 신속하고 정확하게 측정할 수 있는 Phoenix™ Bone Content Analyzer 제품을 개발하였습니다. ProFat™ 분석기와 결합하면 주어진 가공육 시료의 수분, 지방, 단백질 및 뼈 함량을 신속 정확하게 측정할 수 있으며 이러한 정보는 프로세스 과정을 조정하고 생산량을 더 늘릴 수 있는 자료가 됩니다. 이 기술을 입증하기 위해 미국 농무부 지침, FSIS SOP No: CLG-CAL2.00, “Calcium, Inductively Coupled Plasma (ICP) Determination.”을 따르는 표준 분석법과 비교하였으며 유사한 뼈의 함량 값을 나타냈습니다.

Introduction

기계적으로 분리된 제품에 대해 미국 농무부 지침을 따르면서 생산량을 극대화하기 위해서는 정확한 뼈 함량 측정이 필수적입니다. 기존의 전통적인 기술은 긴 분해 및 적정 시간, 비싼 장비 가격과 함께 외부 의뢰를 필요로 합니다.

만약 프로세스 과정의 제어를 통해 빠르고 정확한 측정을 필요로 하신다면 Phoenix가 가장 적합한 제품입니다. 뼈의 함량을 신속하게 측정하면 기계적 해체 공정을 가장 효율적으로 조정할 수 있습니다. 스크린을 조정해야 하거나 오래되어 교체해야 하는 경우 운영자에게 빠른 피드백을 진행합니다. 몇 시간 또는 며칠을 걸러 만든 정보보다 해당 정보로 만든 제품이 실험자가 원하는 사양에 훨씬 가까운 제품을 생성할 수 있습니다.

전통적인 방법에서 뼈의 함량을 측정할 때 몇 가지 단계가 필요합니다. 먼저, 칼슘을 나머지 샘플과 분리한 후 적정 또는 유도 결합 플라즈마(ICP)를 사용하여 칼슘의 양을 측정합니다. 이 숫자는 시료에서 뼈의 양을 계산하는 데 사용됩니다. 이러한 공정에는 측정자 오차, 계산 오차, 유해 화학 물질 및 상당한 시간이 필요합니다. Phoenix는 앞의 세 가지 요소를 완전히 제거하고 네 번째 요소인 시간을 크게 단축시킵니다.

장비는 시료의 뼈조각만을 남겨두고 모든 유기물을 태워버림으로 뼈의 함량을 직접 측정합니다. 측정자는 기계적으로 해체된 제품에서 시료를 채취하여 장비에 넣고, 가열을 진행합니다. 이 과정에서 유해 화학물질, 전처리 또는 복잡한 계산이 필요하지 않습니다. 결과는 30분 이내에 확인할 수 있으며 뼈의 함량은 자동으로 계산됩니다. 석영 섬유 도가니가 시험에 사용되어 냉각 시간을 단축하고 파손되지 않은 경우, 재사용이 가능합니다.

Sample Preparation

시료는 이전과 동일하게 식품 전동 조리 기구(소비자 등급)를 사용하여 시료 전체가 균일해질 때까지 혼합하였습니다.

Instrumentation

Phoenix는 기계적으로 분리된 제품에 대해 직접적으로 뼈의 함량을 측정합니다. 시료는 통합 저울을 통해 무게를 측정하고, 550°C로 설정된 회화로 내부에 넣으면 유기 물질은 높은 온도로 인해 모두 연소되어 뼈조각만 남게 됩니다. 회화 후 시료(남은 뼈조각)의 무게를 재 측정하면 그 편차가 디스플레이에 표시됩니다. 데이터는 컴퓨터에 표시, 기록 및 저장됩니다.

회분함량 측정기

아래의 결과에서 보여주듯이 해당 분석은 미국 농무부 지침, FSIS SOP No: CLG-CAL2.00, “Calcium, Inductively Coupled Plasma (ICP) Determination.”을 따르는 표준분석법과 유사한 정확도를 나타냈습니다. 또한 적정 방법과 달리 별도의 화학 물질이 필요하지 않으며 훨씬 우수한 재현성을 나타냈습니다.

Method Parameter

- Temperature : 550°C
 - Dwell Time : *30min
- *ProFat 또는 SMART 6를 이용해 사전 건조된 시료는 단 15분 만에 분석할 수 있습니다.

Procedure

회화로는 550°C로 예열합니다. 저울을 이용하여 미리 건조된 50mL 석영 섬유 도가니에 약 4g으로 균일하게 측정된 시료를 담습니다.

Result

표 1. 시험법에 따른 MSC* 시료의 % 뼈 함량

MSC	% 뼈 함량	AOAC Bone	편차
1	0.77	0.83	0.06
2	0.70	0.76	0.06
3	0.80	0.62	0.18
4	0.59	0.55	0.04
5	0.64	0.56	0.08
6	0.50	0.50	0
7	0.83	0.85	0.02
8	0.85	0.88	0.03

*MSC : Mechanically Separated Chicken (기계적으로 분리된 고기)

Phoenix는 빠르고 정확한 테스트 결과를 제공하므로 가공육 생산자가 공정의 관리상태를 개선하고, USDA 지침에 따라 뼈의 함량을 유지할 수 있도록 도와줍니다. 프로세서는 생산 현장에서 신속하게 조정하여 용매의 사용량을 절감하고 소모시간을 감소시켜 생산량을 극대화할 수 있습니다.

SMART 6

SMART 6는 세계에서 가장 진보된 기술의 수분/고형분 함량 분석기로 3분 이내의 신속한 분석이 가능합니다. 이 시스템은 마이크로웨이브와 적외선, 두개의 에너지를 가열원으로 적절히 사용하여 모든 시료의 수분과 고형분을 빠르게 분석합니다. 특허받은 이중 주파수의 가열 에너지원은 다양한 응용에 대해 가장 빠르고 완벽한 건조 결과를 제공합니다.

시스템 특징점

- 이중 주파수를 이용한 신속/정확한 수분 측정 가능 : iPower
- 터치스크린 & 직관적이고 간편한 작동법
- 대부분 응용에 대한 Method 제공
- 2~3분 내에 신속한 수분 함량 분석
- 3단계의 간단한 작동법 (영점조정 → 시료 첨가 → START 선택)
- 실시간 온도 및 수분/고형분 함량 모니터링
- AOAC, 21 CFR Part 11 만족

응용분야



고분자



식품



사료



소재



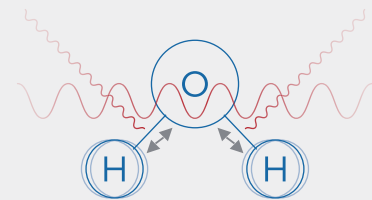
정밀화학



iPower Technology

iPower 기술은 마이크로웨이브와 적외선의 이중 주파수를 이용하며 온도에 따라 자동으로 전자파의 비율을 조정합니다. 기존 분석기에서 발생할 수 있는 화재 및 불완전한 건조를 방지할 수 있습니다.

- Higher frequency, IR : 시료 표면을 고르게 가열하고 비극성 물질 제거
- Lower frequency, Microwave : 시료 전체에 조사되어 극성 물질 제거



SMART 6의 실제 수분함량 측정 비교

Sample	Reference (%)	SMART 6 (%)	Difference	Sample	Reference (%)	SMART 6 (%)	Difference
Beef (M)	55.91	56.08	0.17	Milk (S)	11.91	11.95	0.04
Chicken (M)	66.86	66.84	0.02	Yogurt (S)	23.25	23.38	0.13
Potted Meat (M)	70.38	70.03	0.35	Paper (M)	9.50	9.15	0.35
Dressing (S)	49.46	49.57	0.11	Latex (S)	56.80	56.79	0.01
Cream (S)	45.24	45.24	0.00	Coating (S)	55.41	55.52	0.11
Cheese (M)	45.36	45.30	0.06	Adhesive (S)	63.17	63.46	0.29

(M) : Moisture, 수분 함량 기준, (S) : Solids, 고형분 함량 기준

수분/고형분, 지방 함량 측정

ORACLE

ORACLE은 고속 지방 함량 측정기로 Method Development가 전혀 필요없는 최초의 시스템입니다. ORACLE은 화살표 한번의 클릭으로 시료 매트릭스나 함량에 대한 사전 정보없이 정확한 지방 측정이 가능합니다. 실행 화살표를 누르고 분석이 시작되면 30초 이내 매우 정확하고 정밀한 지방 측정 결과가 제공됩니다. 뿐만 아니라 ORACLE을 SMART 6와 연결하면 5분 이내에 정확한 수분과 지방의 함량을 측정할 수 있습니다.

시스템 특징점

- 내장된 NMR을 이용하여 정확한 지방 분자 분석
- Calibration & Method Development 불필요
- SMART 6 - ORACLE : 수분과 지방을 5분 내 분석 (ORACLE : 30초)
- 유해 시약 및 용매 미사용
- 낮은 실험실/실험자 오차 및 높은 재현성
- 대형 터치스크린 & 간편한 소프트웨어
- 액체, 분말, 반고체, 배양물 등 다양한 시료 분석

응용분야



식품

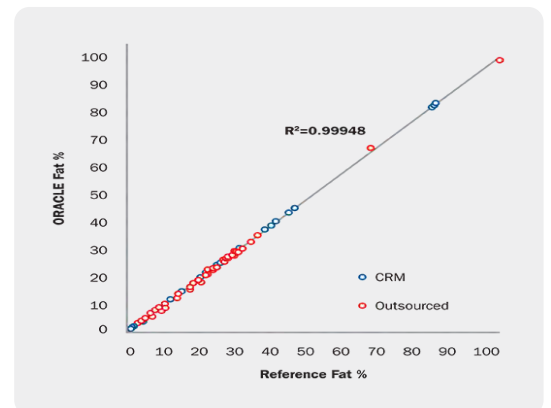


정확한 분석 결과

단 30초! 모든 식품 시료의 정확한 분석

ORACLE은 유럽과 미국에서 공급된 30개 이상의 CRM을 통해 검증되었습니다. 그래프의 파란색 데이터는 CRM 표준 결과값과 ORACLE의 지방 결과값 사이의 선형성을 보여줍니다. 빨간색 데이터는 외부 실험실 표준 결과값과 ORACLE의 결과값 사이의 비교를 나타냅니다.

즉, CRM 분석 결과나 외부 의뢰 결과나 ORACLE과 동일하게 측정되었음을 확인할 수 있습니다.



ORACLE의 실제 지방 함량 측정 비교

시료	Reference (%)	ORACLE (%)	Difference	시료	Reference (%)	ORACLE (%)	Difference
Hot Dog	30.10	30.25	0.15	Yogurt	1.15	1.17	0.02
Beef	11.94	12.08	0.14	Cream	41.58	41.54	0.04
Chicken	7.84	7.95	0.11	Ice Cream	13.56	13.52	0.04
Fish (Catfish)	15.57	15.6	0.03	Natural Cheese	32.72	32.74	0.02
Bacon	54.6	54.73	0.13	Rice Milk	0.94	1.01	0.07
Pork	10.14	10.26	0.12	Lowfat Plain Kefir	1.26	1.23	0.03

식용육의 총 수분 및 지방 측정



Introduction

식품 시료에 대한 수분 및 지방 테스트는 습식 반응을 이용하여 분석되어 왔으며 이는 분석이 까다롭고 오랜 시간을 필요로 합니다. 경우에 따라서 인체에 유해한 용매가 사용되며 숙련된 실험자에 의해서 분석이 진행됩니다. 신속한 분석을 위해 다양한 기술(TD-NMR, NIR, FT-IR, FT-NIR)이 도입되었지만, 복잡한 캘리브레이션 설정과 유지 관리가 필요하기 때문에 일반적인 방법으로는 사용되지 않습니다. NIR(근적외선)법은 보편적으로 식용육의 종류, 원산지, 계절에 따라 별도의 캘리브레이션이 필요하지만 아직 허용 가능한 수준의 정확한 캘리브레이션은 불가능합니다.

수분/고형분함량 측정기 SMART 6-지방함량 측정기 ORACLE은 신속한 수분과 지방의 측정을 위한 복합 시스템으로, SMART 6의 이중 주파수 건조(iPower®) 기술과 ORACLE의 첨단 NMR기술을 결합시킨 것입니다. SMART 6의 이중 주파수 건조는 빠르고 정확한 수분 측정을 가능하게 합니다. ORACLE은 식품에서 지방을 직접 측정할 수 있는 혁신적인 기술이 적용된 신속한 시간 영역의 NMR(TD-NMR) 장비입니다. 다른 기술과 달리 ORACLE은 복잡한 매트릭스 내의 지방을 완전히 분리하여 검출할 수 있어 별도의 캘리브레이션 설정이 불필요합니다.

SMART 6-ORACLE시스템을 함께 사용하면, NIR의 캘리브레이션 설정 및 유지보수에 사용되는 비용과 시간을 절약하는 동시에 식용육(생고기 및 가공육)에서 빠르고 정확하고 재현성 있는 총 수분과 지방을 측정할 수 있습니다. SMART 6-ORACLE이 식용육 시료에서 수분과 지방의 함량을 정확하고, 재현성 있게 측정하는지 확인하기 위해 13가지 시료를 분석했습니다. 시료는 매트릭스 유형과 상대 성분 농도 모두를 대표할 수 있는 범위에서 준비하였습니다.

Key System Benefits

■ No Calibration and Method Development

SMART 6-ORACLE 시스템은 별도의 캘리브레이션 없이 모든 식용육에서 수분 및 지방 분석이 가능하며 측정에 최적화된 다량의 Method를 보유하고 있어 추가적인 Method Development가 불필요합니다.

■ 신속성

수분+지방 분석 시간이 5분 이내로 소요됩니다.

■ 정확성

Soxhlet 및 기타 습식 반응을 이용한 비교 분석에서 표준물질(Certified Reference Materials, CRM)을 포함한 다양한 식용육 시료에 대해 검증되었습니다.

■ 재현성

분석자와 관계없이 습식 추출보다 우수한 재현성을 나타냅니다.

■ AOAC 승인 분석법

식용육 시료의 분석에서 사용되는 AOAC 승인을 받은 분석법(2008.06)으로 마이크로웨이브를 이용한 수분 측정과 TD-NMR을 이용한 지방 분석을 결합시킨 분석법입니다.

■ 안전성

별도의 리캘리브레이션 또는 캘리브레이션을 위한 유지보수가 불필요합니다.

Experimental

정확한 분석을 위해 각 시료는 ORACLE 분석 전 SMART 6를 사용하여 미리 건조해두었습니다(약 3~4분 소요). 시료가 장비에 주입

수분/고형분, 지방 함량 측정

되면 시료는 이후 NMR 원리를 이용하여 분석됩니다(35초). Quik-kPrep™을 사용하여 신속하게 Condition됩니다(30초). 분석에는 2g의 시료가 사용되었습니다. 각 시료는 AOAC 기재된 표준 분석법과 SMART 6-ORACLE 분석법으로 분석되었고, SMART 6-ORACLE 분석은 재현성 확인을 위해 3회 분석하여 그 평균값을 사용하였습니다.

그림 1. SMART 6-ORACLE 시스템



Results and Discussion

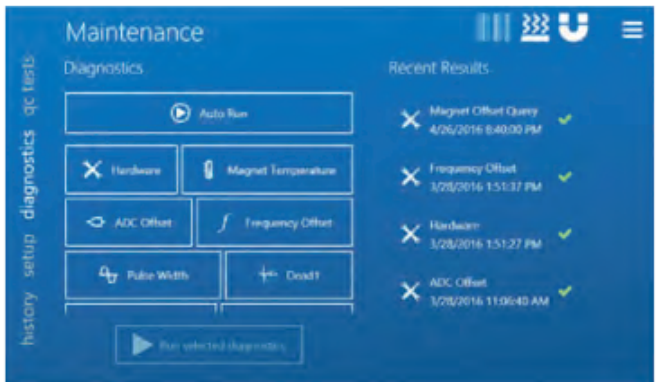
SMART 6-ORACLE의 정확성을 확인하기 위해 AOAC에 기재된 표준 분석법과 비교 실험을 진행하였습니다. 결과 데이터는 다음 페이지 표 1에 나타냈으며, SMART 6-ORACLE 결과값은 3회 분석된 값의 평균값을 사용하였습니다. 분석 결과는 각각의 장비는 표준 시험법과 비교하였을 때 수분의 경우 0.01~0.69%, 지방의 경우에는 0.02~0.56%의 차이를 나타냈습니다. 다음 페이지의 표 2는 SMART 6-ORACLE의 분석을 3회 반복했을 때의 결과 데이터로 장비의 재현성 확인을 위해 진행되었으며 표준 분석법과의 값을 비교한 실험에서는 다음 결과와 같은 평균값이 사용되었습니다. 분석 결과 표준 편차는 수분의 경우, 0.04~0.64%로 나타났으며 지방의 경우에는 0.03~0.49%로 측정되었습니다.

그림 2. ORACLE 오토샘플러 시스템(옵션)



Note. 요구되는 시료 처리량이 많을 때는 오토샘플러와 대용량 히터 블록(100 Position) 옵션을 추가하여 일괄적으로 자동 분석할 수 있습니다.

간편한 사용과 유지보수



Conclusion

비교 분석한 결과, SMART6-ORACLE은 AOAC에 기재된 표준 시험법과 매우 유사한 정확도로 유제품 시료의 수분/고형분 함량과 지방 함량을 안정적으로 측정하였습니다. 또한 표준 시험법은 실험실의 다양한 실험 변수(추출 시간, 용제 구성, 온도 등)의 영향을 많이 받는 반면, ORACLE은 자체적으로 분석에 대한 재현성이 높게 설계되었습니다.

수분/고형분, 지방 함량 측정

표 1. 정확성 확인; 다양한 식용육에서의 수분/고형분 및 지방을 측정한 비교 데이터 (SMART 6-ORACLE VS 표준 분석법)

시험 항목	수분/고형분			지방		
시료	SMART 6	Oven	편차	ORACLE	Mojonnier	편차
Hot Dogs	52.97	53.66	0.69	30.25	30.99	0.15
Beef	67.57	67.82	0.25	12.08	11.94	0.14
Beef (Debonded)	67.01	66.86	0.15	15.95	15.68	0.27
Chicken	72.65	73.05	0.40	7.95	7.84	0.11
Chicken (High Fat)	66.43	66.69	0.26	18.33	17.95	0.38
Chicken (Msc)	70.10	70.43	0.33	13.87	13.78	0.09
Turkey	68.27	68.15	0.12	13.64	13.37	0.27
Pork	70.23	70.08	0.15	10.26	10.14	0.12
Fish (Salmon)	74.45	74.63	0.18	4.08	4.00	0.08
Fish (Catfish)	66.56	67.09	0.53	15.60	15.57	0.03
Potted Meat	69.99	70.00	0.01	12.87	13.04	0.17
Bacon	34.05	33.96	0.09	54.73	54.60	0.13
Viscera	68.05	68.70	0.65	16.05	15.49	0.56
		평균	0.29		평균	0.19

표 2. 재현성 확인; 다양한 식용육에서의 수분/고형분 및 지방 3회 반복 분석 데이터

시료	항목	Replicates					
		1	2	3	평균	범위	표준편차
Hot Dogs	수분/고형분	53.06	52.96	52.90	52.97	0.16	0.08
	지방	30.13	30.34	30.27	30.25	0.21	0.11
Beef	수분/고형분	67.65	67.47	67.60	67.97	0.18	0.09
	지방	12.06	12.00	12.18	12.08	0.18	0.09
Beef (Debonded)	수분/고형분	66.66	67.49	66.87	67.01	0.83	0.43
	지방	16.00	15.88	15.98	15.95	0.12	0.06
Chicken	수분/고형분	72.87	72.35	72.74	72.65	0.52	0.27
	지방	7.97	8.05	7.83	7.95	0.22	0.121
Chicken (High Fat)	수분/고형분	65.81	66.53	66.94	66.43	1.13	0.57
	지방	18.04	18.74	18.22	18.33	0.70	0.36
Chicken (Msc)	수분/고형분	70.13	70.18	69.98	70.10	0.20	0.10
	지방	13.85	13.61	14.15	13.87	0.54	0.27
Turkey	수분/고형분	68.06	68.23	68.53	68.27	0.47	0.24
	지방	13.61	13.53	13.79	13.64	0.26	0.13

수분/고형분, 지방 함량 측정

표 2. 재현성 확인 ; 다양한 식용육에서의 수분/고형분 및 지방 3회 반복 분석 데이터 (Continued)

시료	항목	Replicates					
		1	2	3	평균	범위	표준편차
Pork	수분/고형분	73.08	70.06	70.25	70.23	0.32	0.16
	지방	10.30	10.24	10.24	10.26	0.06	0.03
Fish (Salmon)	수분/고형분	74.51	74.22	74.61	74.45	0.39	0.20
	지방	4.03	4.10	4.10	4.08	0.07	0.04
Fish (Catfish)	수분/고형분	67.29	66.33	66.07	66.56	1.22	0.64
	지방	15.22	15.44	16.15	15.60	0.93	0.49
Potted Meat	수분/고형분	69.98	70.03	69.96	69.99	0.07	0.04
	지방	12.99	12.76	12.85	12.87	0.23	0.12
Bacon	수분/고형분	34.15	33.75	34.26	34.05	0.51	0.27
	지방	54.51	55.14	54.55	54.73	0.63	0.35
Viscera	수분/고형분	67.58	68.25	68.32	68.05	0.74	0.41
	지방	16.12	15.76	16.28	16.05	0.52	0.27

유제품 내 수분/고형분 및 지방함량 측정



Introduction

식품 시료에 대한 수분 및 지방 테스트는 습식 반응을 이용하여 분석되어 왔으며 이는 분석이 까다롭고 오랜 시간을 필요로 합니다. 경우에 따라서 인체에 유해한 용매가 사용되며 숙련된 실험자에 의해서 분석이 진행됩니다. 신속한 분석을 위해 다양한 기술(TD-NMR, NIR, FT-IR, FT-NIR)이 도입되었지만, 복잡한 캘리브레이션 설정과 유지 관리가 필요하기 때문에 일반적인 방법으로는 사용되지 않습니다.

ORACLE은 식품에서 지방/오일을 직접 측정할 수 있는 혁신적인 기술이 통합된 신속한 시간 영역의 NMR(TD-NMR) 장비입니다. 다른 기술과 달리 ORACLE은 복잡한 매트릭스 내의 지방을 완전히 분리하여 검출할 수 있기 때문에 별도의 캘리브레이션 설정이 불필요합니다. ORACLE을 SMART 6 수분/고형분 측정기와 연결하여 지방 분석과 더불어 빠른 수분과 고형분 측정이 가능합니다.

SMART 6-ORACLE이 유제품 시료에서 수분/고형분과 지방 함량을 정확하고 재현성 있게 측정하는지 확인하기 위하여 11가지 시료를 분석했습니다. 시료는 매트릭스 유형과 상대 성분 농도 모두를 대표할 수 있는 범위에서 준비하였습니다.

Key System Benefits

■ No Calibration and Method Development

SMART 6-ORACLE 시스템은 별도의 캘리브레이션 없이 모든 식품 용역에서 수분 및 지방 분석이 가능하며 측정에 최적화된 다량의 Method를 보유하고 있어 추가적인 Method Development가 불필요합니다.

■ 신속성

수분+지방 분석 시간이 5분 이내로 소요됩니다.

■ 벌크 측정

색상이나 입도의 영향을 받지 않습니다.

■ 재현성

분석자와 관계없이 습식 추출보다 우수한 재현성을 나타냅니다.

■ 안전성

별도의 리캘리브레이션 또는 캘리브레이션을 위한 유지보수가 불필요합니다.

Experimental

정확한 분석을 위해 각 시료는 ORACLE 분석 전 SMART 6를 사용하여 미리 건조해두었습니다. (약 3~4 분 소요) 시료가 장비에 주입되면 시료는 이후 NMR 원리를 이용하여 분석됩니다(35초). QuickPrep™을 사용하여 신속하게 Condition됩니다(30초). 분석에 2~3g의 시료가 사용 되었습니다. 각 시료는 AOAC 기재된 분석법과 SMART 6-ORACLE 분석법 두 가지로 분석되었고, SMART 6-ORACLE 분석은 재현성 확인을 위해 3회 분석하여 평균값을 사용하였습니다.

수분/고형분, 지방 함량 측정

그림 1. SMART 6-ORACLE 시스템



Results and Discussion

SMART 6-ORACLE의 정확성을 확인하기 위해 AOAC에 기재된 표준 분석법과 비교 실험을 진행하였습니다. 결과 데이터는 표 1에 작성하였으며 SMART 6-ORACLE 결과값은 3회 분석된 값의 평균값을 사용하였습니다. 분석 결과는 각각의 장비는 표준 시험법과 비교하였을 때 수분/고형분의 경우 0.01~0.13%, 지방의 경우는 0.00~0.09%의 차이를 나타냈습니다.

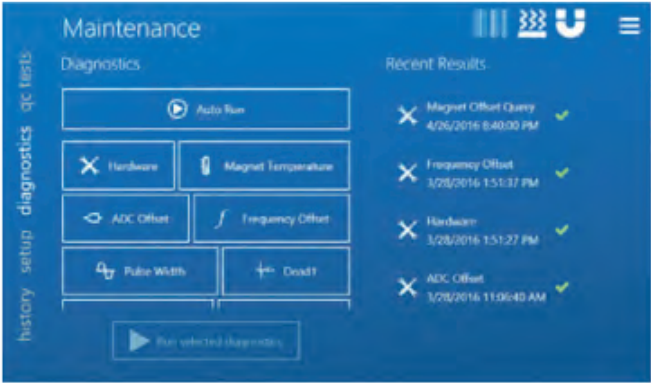
표 2는 SMART 6-ORACLE의 분석을 3회 반복했을 때의 결과 데이터로, 장비의 재현성 확인을 위해 진행되었으며 표준 분석법과 비교한 실험에서는 다음 결과의 평균값이 사용되었습니다. 분석 결과 표준편차는 수분/고형분은 0.01~0.09%, 지방의 경우에는 0.01~0.12%로 측정되었습니다.

그림 2. ORACLE 오토샘플러 시스템 (옵션)



Note. 요구되는 시료 처리량이 많을 때는 오토샘플러와 대용량 히터 블록(100 Position) 옵션을 추가하여 일괄적으로 자동 분석할 수 있습니다.

간편한 사용과 유지보수



수분/고형분, 지방 함량 측정

표 1. 정확성 확인 ; 다양한 유제품에서의 수분/고형분 및 지방을 측정한 비교 데이터

시험 항목	수분/고형분			지방		
시료	SMART 6	Oven	편차	ORACLE	Mojonnier	편차
Skim Milk	9.28	9.26	0.02	0.19	0.18	0.01
Yogurt	20.69	20.56	0.13	1.17	1.15	0.02
Low Fat Milk	10.95	10.91	0.04	2.00	2.01	0.01
Whole Milk	11.88	11.89	0.01	3.20	3.18	0.02
Ice Cream	39.13	39.07	0.06	13.52	13.56	0.04
Half and Half	18.44	18.47	0.03	10.08	10.08	0.00
Processed Cheese	41.58	41.50	0.08	30.98	32.02	0.04
Natural Cheese	37.07	37.03	0.04	32.74	32.72	0.02
Cream Cheese	65.44	65.40	0.04	22.85	22.91	0.06
Cream	46.88	46.86	0.02	41.54	41.58	0.04
Sour Cream	26.48	26.44	0.06	17.76	17.67	0.09
	평균		0.29	평균		0.19

표 2. 재현성 확인 ; 다양한 유제품에서의 수분/고형분 및 지방 3회 반복 분석 데이터

시료	항목	1	2	3	평균	범위	표준편차
Skim Milk	수분/고형분	9.27	9.28	9.28	9.28	0.01	0.01
	지방	0.17	0.19	0.20	0.19	0.03	0.02
Yogurt	수분/고형분	20.69	20.73	20.69	20.69	0.08	0.04
	지방	1.20	1.15	1.15	1.17	0.05	0.03
Low Fat Milk	수분/고형분	10.94	10.95	10.97	10.95	0.03	0.02
	지방	2.01	2.00	2.00	2.00	0.01	0.01
Whole Milk	수분/고형분	11.86	11.87	11.91	11.88	0.05	0.03
	지방	3.21	3.19	3.21	3.20	0.02	0.01
Ice Cream	수분/고형분	39.16	39.06	39.06	39.13	0.10	0.06
	지방	13.56	13.54	13.54	13.52	0.10	0.06
Half and Half	수분/고형분	18.42	18.48	18.41	18.44	0.07	0.04
	지방	10.13	10.04	10.04	1.08	0.09	0.05
Processed Cheese	수분/고형분	41.47	41.63	41.63	41.58	0.16	0.09
	지방	30.97	30.99	30.99	30.98	0.02	0.01
Natural Cheese	수분/고형분	37.05	37.00	37.15	37.07	0.15	0.08
	지방	32.72	32.87	32.64	65.44	0.23	0.12
Cream Cheese	수분/고형분	65.43	65.42	65.48	22.85	0.06	0.03
	지방	22.91	22.82	22.82	46.88	0.09	0.05

수분/고형분, 지방 함량 측정

표 2. 재현성 확인; 다양한 식용육에서의 수분/고형분 및 지방 3회 반복 분석 데이터 (Continued)

시료	항목	1	2	3	평균	범위	표준편차
Cream	수분/고형분	46.86	46.90	46.88	46.88	0.04	0.02
	지방	41.55	41.54	41.53	41.54	0.02	0.01
Sour Cream	수분/고형분	26.47	26.45	26.51	26.48	0.06	0.03
	지방	17.76	17.77	17.75	17.76	0.02	0.01

Conclusion

비교 분석한 결과, SMART6-ORACLE은 AOAC에 기재된 표준 시험법과 매우 유사한 정확도로 유제품 시료의 수분/고형분 함량과 지방 함량을 안정적으로 측정하였습니다. 또한 표준 시험법은 실험실의 다양한 실험 변수(추출 시간, 용제 구성, 온도 등)의 영향을 많이 받는 반면, ORACLE은 자체적으로 분석에 대한 재현성이 높게 설계되었습니다.

Sprint

Sprint는 빠른 Green Technology 공정을 기반으로한 단백질 측정 시스템으로, 5분 이내에 단백질을 직접 검출할 수 있습니다. 이는 식품 분석을 위한 기존의 킬달 방법을 대체합니다. CEM사 특허인 iTAG 단백질 태깅 기술을 사용하는 시스템으로, 질소가 아닌 단백질만 식별하고 측정하므로 정확한 측정이 가능합니다.

시스템 특징점

- iTAG 솔루션을 이용하여 단백질 아미노산만 정확히 측정
- 비 단백질 질소(Non-Protein Nitrogen, NPN)에 의한 영향 없음
- 액체, 고체 시료를 전처리없이 신속하게 분석
- 1회 분석에 약 5분 소요
- 유해 화학물질 미사용, 환경 친화적인 분석 및 유지비 절감
- 킬달 및 듀마스 분해법과 유사한 결과값 도출 및 우수한 재현성
- AOAC 967.12, 930.33, 930.29, 2011.04 Method의 자동화

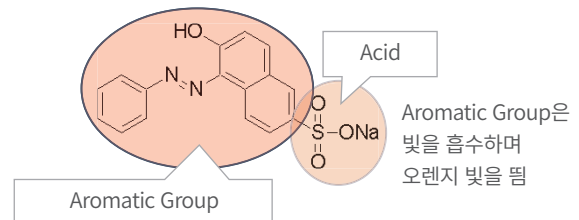
응용분야



식품



단백질 측정 원리



모든 단백질에는 아미노산이 포함되어 있고, 음식에서 발견되는 기본 염기성 아미노산은 아르기닌(Arginine), 히스티딘(Histidine) 및 리신(Lysine)입니다. CEM의 특허기술인 iTag 솔루션은 산 그룹을 사용하여 이 세 가지 아미노산에 결합시킵니다. 분자의 방향족 부분은 빛을 흡수하고 비색계로 쉽게 감지할 수 있습니다.

Sprint의 실제 단백질 함량 측정 비교

Sample	Reference (%)	Sprint (%)	Difference
Fluid Milk	3.3	3.3	0
Fluid Milk with 0.1% added Melamine	3.7	3.3	0.4
Fluid Milk with 0.5% added Melamine	5.1	3.3	1.8
Fluid Milk with 1.0% added Melamine	8.6	3.4	5.2

Sprint는 멜라민과 같이 단백질과 관련이 없는 비단백질 질소 (Non Protein Nitrogen, NPN)의 영향을 받지 않는 직접 분석법 (Direct Analysis) 으로 더욱 정확한 분석이 가능합니다. 왼쪽 표에서 볼 수 있듯이 Sprint는 멜라민이 포함된 시료에 대해서도 실제 단백질값을 정확하게 표시합니다.

유제품 내 수분/고형분 및 지방함량 측정



Introduction

세계 유제품 시장이 계속 성장함에 따라 요거트 분야는 단백질, 프로바이오틱 등의 영양소를 첨가시켜 건강에 좋은 공급원이 된다는 이점 때문에 특히 빠른 성장 추세를 보이고 있습니다. 특히 그릭 요거트의 인기 증가와 최근 아몬드, 코코넛, 콩과 같은 식품을 대체하는 특별한 유제품의 출현으로 더욱 성장하였습니다. 2018년 자료에 따르면 국내 1인당 연간 유제품 소비량은 원유환산 기준 2008년 60.9kg에서 2017년 79.5kg로 약 30% 가량 증가하였습니다.

단백질은 제품의 두께와 근선명도(Definition)에 직접적인 영향을 미치기 때문에 요거트 제조 업체에서는 필수적인 측정 요소입니다. (예: 그릭 요거트는 기본 요거트보다 약 2배 높은 단백질을 함유하고 있다.) 요거트는 우유를 고온으로 가열시키고, 다시 냉각시킨 후에 냉각된 우유에 생균 박테리아를 첨가하여 생산됩니다. 박테리아 배양물은 이전에 열처리된 우유에서 젖당(Lactose)을 발효시켜 젖산(Lactic Acid)을 생성합니다. 이전 열처리 과정에서 pH가 감소된 우유 단백질(Casein, Whey)의 고차 구조에서 클러스터 구조로 변성하게 되는데, 요거트의 단백질이 변성되어 서로 결합되면서 요거트가 두꺼워집니다.

CEM사의 단백질 함량 측정기 Sprint®는 요거트 제조업체가 공정 중이거나 요거트 제품을 테스트 할 때 사용할 수 있는 이상적인 솔루션입니다. 이 기술은 신속한 친환경 화학 공정을 기반으로하여 5분 이내에 직접적으로 단백질을 검출합니다. CEM사 특허 기술인 iTag®용액은 시료와 혼합되어 단백질의 골격, 즉 염기성 아미노산(Lysine, Arginine, Histidine)에 직접 결합합니다. 신속하고 직접적인 단백질 검출 기술은 단백질과 관련있지 않은 비단백

질소 물질(Non-Protein Nitrogen, NPN)의 영향을 받지 않으며 킬달 (Kjeldahl)법과 같은 습식 화학 기술과 관련된 어떤 위험 시약도 사용하지 않습니다. 또한 요거트 생산 과정에서 단백질의 변성은 Sprint의 효능을 감소시키지 않고, 오히려 iTag 솔루션과 결합하기 위해 더욱 많은 백본을 노출시킵니다.

Key System Benefits

- 5분 이내의 신속한 분석
- 총 질소 함량의 측정이 아닌 단백질의 직접 측정
- 친환경 화학(고온의 유해 화학물질 미사용)
- 킬달 및 연소 분석보다 높은 재현성
- AOAC 967.12(우유) 만족
- AOAC 930.33(아이스크림, 빙과류) 만족

Samples

단백질 함량 측정기 Sprint의 정확성과 재현성을 입증하기 위해 다양한 함량 레벨의 공정 중 시료 9개와 완제 요거트 시료 15개에 대한 데이터를 수집하였습니다. Sprint 분석값은 AOAC 991.20 (조단백질) 및 AOAC 991.21(순단백질)에 따라 얻은 킬달(Kjeldahl)값과 비교되었습니다. 공정 중 시료에는 요거트, 우유 농축액(Milk Retentates) 및 우유 부산물(Milk Permeates)이 포함되어 있으며, 완제품 시료에는 일반 요거트와 그릭 요거트에 과일이 포함된 경우, 포함되지 않은 경우가 해당합니다.

Sample Preparation and Analysis

다양한 요거트, 우유 농축액 및 우유 부산물 시료를 단백질 함량 측정기 Sprint를 사용하여 분석하였습니다. 각 시료는 분석 전 적절한 혼합을 보장하기 위해 스파츨러 또는 일회용 피펫을 이용하여 교반하였습니다.

Note. 과일을 함유하고 있는 요거트 시료의 경우, 최상의 결과를 얻기 위해서는 식품 가공기를 사용하여 균질화해야 합니다. 큰 과일 입자는 샘플링 중에 피해야 하며, 공정 중 시료에 큰 과일 입자가 있는 경우에는 대표적인 고유값을 얻는 것이 어려울 수 있습니다. 또한 액상 시료에 고체가 보이는 경우에는 AOAC925.21에 따라 템퍼링이 필요할 수 있습니다.

Results

Sprint의 정확성과 재현성은 표 1~6를 통해 확인할 수 있습니다. 조단백질이나 순단백질과 상관 관계가 있도록 설정이 가능합니다. 표 1~4는 조단백질 관련 데이터이고, 표 5~6에서는 순단백질의 데이터를 보여주고 있습니다. 표 1,2에서 볼 수 있듯이 공정 요거트, 농축액 및 부산물을 Sprint와 킬달로 조단백질을 분석했을 때, 평균 분석편차는 0~0.12%, 표준편차는 0~0.08% 범위였습니다. 표 3,4는 완제 요거트를 Sprint와 킬달을 이용하여 조단백질을 분석하였을 때, 평균 분석편차는 0~0.07%, Sprint로 3회 재현성을 확인하였을 때의 표준편차는 0~0.08% 범위였습니다. 이 두 표에 표시된 요거트 시료에는 다양한 단백질의 함량, 향료, 첨가물(예: 과일) 등이 포함되어 있습니다. 표 5과 6은 세 가지 종류의 그릭요거트의 순단백질을 분석한 데이터로, 평균 분석편차는 0~0.07%, Sprint로 재현성을 확인하였을 때, 표준편차는 0~0.03% 범위로 나타났습니다.

이러한 결과는 Sprint가 제조 과정 및 멤브레인 분리 공정 전반에 걸쳐 요거트, 우유 농축액, 우유 부산물 시료에서 기존 표준 화학 결과의 단백질 분석과 신뢰성있게 일치할 수 있음을 나타냅니다. 또한 공정 과정 및 완제 요거트 모두에서 넓은 범위 (약 0.20~13.50%)에 걸쳐 높은 수준의 재현성을 나타냅니다.

표 1. 정확성 확인

공정 중 요거트, 농축액 및 부산물 중 조단백 측정 비교 데이터

시료	%단백질		
	Sprint	킬달	편차
요거트1(공정)	1.77	1.79	0.02
요거트2(공정)	2.49	2.47	0.02
요거트3(공정)	3.80	3.77	0.03
요거트4(공정)	4.21	4.33	0.09
농축액1	6.03	6.02	0.01
농축액2	9.54	9.64	0.10
농축액3	13.40	13.28	0.12
부산물1	0.18	0.20	0.02
부산물2	0.52	0.52	0.00
	평균		0.04

표 2. 재현성 확인

공정 중 요거트, 농축액 및 부산물 중 단백질 함량 3회 분석 데이터

시료	%단백질					
	1	2	3	평균	범위	표준편차
요거트1(공정)	1.77	1.77	1.76	1.77	1.79	0.02
요거트2(공정)	2.49	2.49	2.48	2.49	2.47	0.02
요거트3(공정)	3.80	3.81	3.80	3.80	3.77	0.03
요거트4(공정)	4.21	4.21	4.21	4.21	4.33	0.09
농축액1	6.03	6.03	6.03	6.03	6.02	0.01
농축액2	9.59	9.45	9.57	9.54	9.64	0.10
농축액3	13.35	13.46	13.39	13.40	13.28	0.12
부산물1	0.17	0.18	0.19	0.18	0.20	0.02
부산물2	0.52	0.52	0.51	0.52	0.52	0.00

단백질 함량 측정

표 3. 정확성 확인

완제품 요거트 시료에서의 단백질 함량 분석 데이터

시료	%단백질		
	Sprint	킬달	편차
요거트 1(플레인)	3.56	3.50	0.06
요거트 2(플레인)	4.07	4.07	0.00
요거트 3(플레인)	4.29	4.33	0.04
요거트 1(과일)	3.18	3.11	0.07
요거트 2(과일)	3.57	3.60	0.03
요거트 3(과일)	3.76	3.71	0.05
그릭요거트(플레인)	10.15	10.20	0.05
그릭요거트(꿀)	8.32	8.28	0.04
그릭요거트(블루베리)	8.50	8.54	0.04
그릭요거트(복숭아)	7.18	7.15	0.03
그릭요거트(파인애플)	7.17	7.13	0.04
그릭요거트(딸기)	8.11	8.18	0.07
	평균		0.04

표 4. 재현성 확인

완제품 요거트 시료에서의 단백질 함량 3회 분석 데이터

시료	%단백질					
	1	2	3	평균	범위	표준편차
요거트 1(플레인)	3.57	3.54	3.56	3.56	0.03	0.02
요거트 2(플레인)	4.07	4.10	4.05	4.07	0.05	0.03
요거트 3(플레인)	4.28	4.29	4.30	4.29	0.02	0.01
요거트 1(과일)	3.19	3.17	3.17	3.18	0.02	0.01
요거트 2(과일)	3.57	3.58	3.57	3.57	0.01	0.01
요거트 3(과일)	3.76	3.75	3.76	3.76	0.01	0.01
그릭요거트(플레인)	10.19	10.20	10.07	10.15	0.13	0.07
그릭요거트(꿀)	8.32	8.32	8.32	8.32	0.00	0.00
그릭요거트(블루베리)	8.50	8.49	8.50	8.50	0.01	0.01
그릭요거트(복숭아)	7.16	7.20	7.20	7.18	0.04	0.02
그릭요거트(파인애플)	7.23	7.08	7.18	7.17	0.25	0.08
그릭요거트(딸기)	8.11	8.11	8.10	8.11	0.01	0.01

표 5. 정확성 확인

완제품 요거트 시료에서의 단백질 함량 분석 데이터

시료	%단백질		
	Sprint	킬달	편차
그릭요거트(플레인)	10.35	10.28	0.07
그릭요거트(바닐라)	8.00	8.02	0.03
그릭요거트(코코넛바닐라)	7.55	7.53	0.00
	평균		0.04

표 6. 재현성 확인

완제품 요거트 시료에서의 단백질 함량 3회 분석 데이터

시료	%단백질					
	1	2	3	평균	범위	표준편차
그릭요거트(플레인)	10.35	10.37	10.32	10.35	0.05	0.03
그릭요거트(바닐라)	8.00	7.98	7.98	7.99	0.02	0.01
그릭요거트(코코넛바닐라)	7.55	7.53	7.52	7.53	0.03	0.02

CREATIVE SOLUTION FOR THE FUTURE

