

Capillary Column GC-MS 에 의한 식물유 트리글리세리드 분자종의 분석

윤형식·김선봉·박영호
부산수산대학 식품공학과

Analysis of Molecular Species of Vegetable Oil Triglycerides by Capillary Column GC-MS

Hyeung-Sik Yoon, Seon-Bong Kim and Yeung-Ho Park

Department of Food Science and Technology, National Fisheries University of Pusan, Pusan

Abstract

Triglyceride molecular species in some vegetable oils were analyzed by capillary column gas chromatography and electron impact ionization mass spectrometry utilizing selected ion monitoring. Triglycerides were separated according to their molecular weights and their degrees of unsaturation on 25m × 0.25mm fused silica open tubular capillary column coated with a phenylmethylsilicone gum stationary phase and in an analysis time less than 13 min. Triglyceride molecular species were identified by analyzing the fragment ions having the same time on the selected ion monitoring profile. The major triglyceride molecular species in each oils were C_{18:1}·C_{18:2}·C_{18:2}(OLL; 18.3%), C_{18:2}·C_{18:2}·C_{18:2}(LLL; 14.3%), C_{18:0}·C_{18:2}·C_{18:2}(SLL; 14.1%), C_{16:0}·C_{18:2}·C_{18:2}(PLL; 13.2%), C_{16:0}·C_{18:2}·C_{18:1}(PLO; 11.6%) in corn oil, C_{18:2}·C_{18:2}·C_{18:2}(LLL; 18.0%), C_{18:1}·C_{18:2}·C_{18:2}(OLL; 18.0%), C_{16:0}·C_{18:2}·C_{18:2}(PLL; 17.1%) in safflower oil, C_{16:0}·C_{18:2}·C_{18:2}(PLL; 23.5%), C_{16:0}·C_{18:2}·C_{18:1}(PLO; 13.8%), C_{18:0}·C_{18:1}·C_{18:1}(SOO; 13.5%), C_{18:1}·C_{18:2}·C_{18:2}(OLL; 10.6%) in cottonseed oil.

Key words: triglycerides, molecular species, capillary column GC/MS, vegetable oils.

서 론

식품의 가공·저장에 있어서 유지의 물성변화 및 산화 특성을 효과적으로 규명하기 위해서는 구성 트리글리세리드 분자종의 상세한 해석이 요구되지만, 종전에는 적절한 분석방법이 확립되어 있지 않아 불포화도가 높고 구성 지방산의 종류에 따라 다수의 분자종이 존재하는 천연유지 트리글리세리드의 산화특성을 분자종 레벨에서 상세히 밝히는 데는 많은 어려움이 있었다.

그런데 Kuksis 등⁽¹⁾이 GLC를 사용하여 트리글리세리드를 acyl 기의 탄소수별로 분리하는 정량법을 보고한 이래 GLC와 HPLC⁽²⁻⁶⁾ 또는 GC/MS⁽⁷⁻⁹⁾를 병용하여 트리글리세리드 조성에 관한 많은 발전적인 연구가 이루어져 왔다.

한편으로는 종전의 충전 컬럼보다 이동상 기체의 투과성이 좋고 컬럼의 길이가 길어 높은 분해능을 가지는 것으로 알려진 capillary column⁽¹⁰⁾이 트리글리세리드

분석에 이용됨으로써 트리글리세리드 조성에 관한 많은 유용한 정보를 보다 신속히 얻을 수 있게 되었고⁽¹¹⁻¹⁵⁾, 트리글리세리드처럼 분자량이 다양한 물질의 capillary column을 이용한 GLC 분석에는 시료의 주입방법⁽¹⁶⁾과 컬럼의 극성⁽¹⁷⁾이 중요한 영향을 미치는 것으로 알려져 있는 등 최근 capillary column GLC에 의한 트리글리세리드의 분석이 활발히 진행되고 있다. 그런데 지금까지 보고되고 있는 capillary column GLC 분석에 의한 시료유 트리글리세리드의 각 분자종 peak의 동정은 표준 트리글리세리드 또는 이미 잘 알려져 있는 간단한 트리글리세리드 조성을 가지는 유지의 분석, 그리고 HPLC 분석 등 다른 분석방법에 의해서 얻어진 자료들을 이용하거나, 최종적으로는 GLC상의 머무름시간을 근거로 하여 이루어졌기 때문에 이러한 방법으로는 동정이 매우 복잡할 뿐만 아니라 시간이 많이 걸리는 등의 문제점이 있었다.

그래서 본 연구에서는 capillary column GLC를 사용하여 트리글리세리드를 분리하고 분리된 각 peak를 혼합성분 중의 특정성분의 검출이나 정량에 유효한 것으로 알려져 있는⁽¹⁸⁾ GC/MS의 selected ion

Corresponding author: Yeung-Ho Park, Department of Food Science and Technology, National Fisheries University of Pusan, Pusan 608-023

monitoring(SIM) 분석을 통하여 동정하는 방법으로 옥수수유, 홍화유, 면실유 트리글리세리드의 분자종을 분석·검토하였다.

재료 및 방법

트리글리세리드

日本 東京都 소재 林市次商店에서 구입한 옥수수유(corn oil), 홍화유(safflower oil), 면실유(cotton seed oil)에서 규산 컬럼 크로마토그래피 및 TLC로 분획한⁽¹⁹⁾ 트리글리세리드를 -70°C 에 보관하여 두면서 실험에 사용하였다. 그리고 표준 트리글리세리드인 tristearin 과 trilinolein 은 Sigma 사 제품을 사용하였다.

트리글리세리드의 에스테르 교환

Tristearin 과 trilinolein 을 감압상태의 용기내에 넣고 촉매제로 sodium methoxide(Aldrich Chemical社)를 가하여 120°C 에서 20분간 반응시켜 무작위적으로 에스테르 교환된 트리글리세리드를 얻었다⁽²⁰⁾.

트리글리세리드의 지방산 분석

시료 트리글리세리드를 14% BF_3 -methanol 을 사용하여 지방산 methylester 로 만든 다음 GLC(Shimadzu GC-8A)로써 분석하였으며, 분석조건은 컬럼: Supelco Wax 10 fused silica open tubular (FSOT) capillary column($30\text{m}\times 0.25\text{mm i.d.}$, $0.25\mu\text{m}$ in film thickness), carrier gas: helium $20\text{ml}/\text{min}$, 컬럼온도: 195°C , 검출기온도: 250°C , FID 이었다.

트리글리세리드의 분자종 분석

시료 트리글리세리드를 chloroform 에 용해시켜 0.02% 용액으로 만든 다음 이것의 $0.1\text{-}0.2\mu\text{l}$ 을 직접 시료도입법⁽²¹⁾에 의하여 GLC(Shimadzu GC-12A)에 주입하여 분석하였다. 분석조건은 컬럼: MP65HT FSOT capillary column(65% methylphenyl-silicone, $0.1\mu\text{m}$ in thickness, $25\text{m}\times 0.25\text{mm i.d.}$), carrier gas: helium, $30\text{ml}/\text{min}$, 컬럼온도: 345°C , 검출기온도: 370°C , FID 이었다. 그리고 위의 capillary column GLC에 의해 분리된 각 peak의 동정은 GC/MS(Shimadzu QP 1000, EI source)의 SIM을 분석하여 행하였는데, 분석조건 중 GC 부분은

컬럼의 길이($15\text{m}\times 0.25\text{mm i.d.}$)를 제외하고는 위의 GLC 분석조건과 똑 같으며 MS 부분의 분석조건은 다음과 같다. 이온源온도: 330°C , 이온화전압: 70eV , 가속전압: 3kV .

결과 및 고찰

Capillary column GLC 및 GC/MS-SIM에 의한 표준 트리글리세리드의 분리 및 동정

Capillary column GLC에 의해 분리된 트리글리세리드 각 peak의 동정을 GC/MS 분석에 의한 SIM을 통하여 행하였는데 우선 이 방법의 유효성을 검토하기 위하여 표준 트리글리세리드를 시료로 하여 실험하였다.

Tristearin 과 trilinolein 을 무작위적으로 에스테르 교환시킨 것의 capillary column GLC 크로마토그램을 Fig. 1에 나타내었다. 이 경우 이론적으로는 이성체를 고려하지 않는다면 SSS, SLS, SLL, LLL 네 중

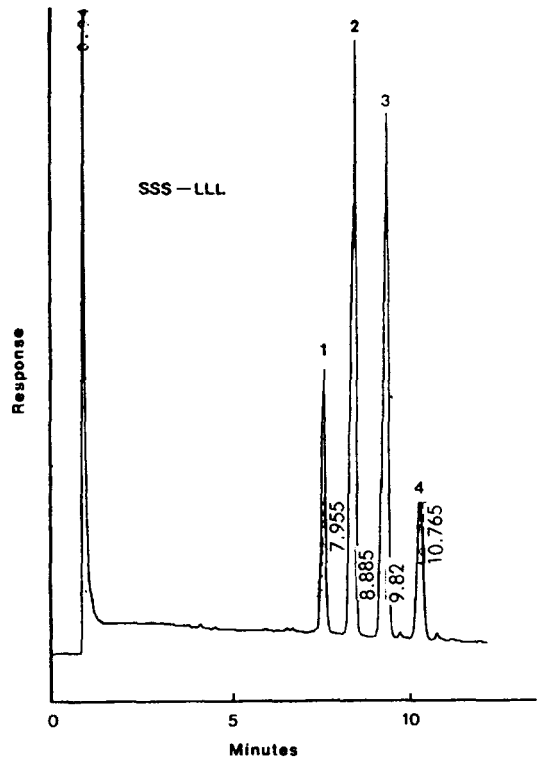


Fig. 1. Capillary gas chromatogram of triglycerides prepared by random interesterification of tristearin(SSS) and trilinolein(LLL).

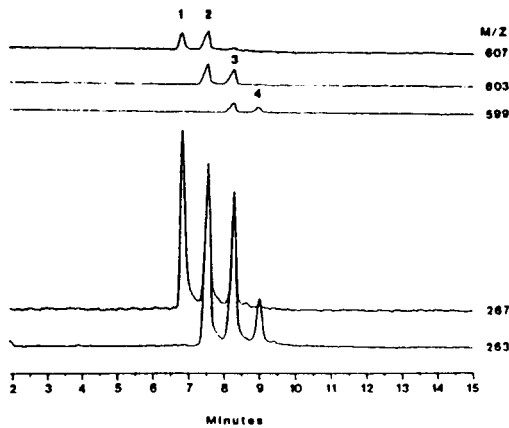


Fig. 2. GC/MS selected ion monitoring profiles of triglycerides prepared by random interesterification of tristearin(SSS) and trilinolein(LLS). 1, SSS; 2, SSL; 3, SLL; 4, LLL. S, stearic acid; L, linoleic acid.

류의 분자종의 생성이 예상되는데⁽²⁰⁾, 실제로도 Fig. 1에서 처럼 같은 acyl기의 탄소수를 가지는 네 개의 peak로 분리되었다. 그런데 종전의 총전력법에서는 트리글리세리드의 acyl기의 탄소수가 같을 경우 모두 1개의 peak로 검출되었으나 capillary column에서는 acyl기의 탄소수가 같더라도 분자종의 이중결합수에 따라 이중결합수가 적은 것부터 분리되는 특성을 나타내었다. 그리고 분리된 각 peak의 동정을 위한 GC/MS-SIM을 Fig. 2에 나타내었다.

트리글리세리드의 질량 spectra 중에 비교적 이온강도가 강한 주요 fragment ion으로는 [M-OCOR]⁺, [M-CH₂OCOR]⁺, [M-RCOOH]⁺, RCO⁺, [RCO+74]⁺와 [RCO+128]⁺ 등이 있다^(1,22). 이 중에서 앞의 세 fragment ion은 트리글리세리드 각 분자종의 분자량과 관계있는 것이고 뒤의 세 fragment ion은 글리세롤에 결합되어 있는 지방산잔기의 종류에 관한 것이다. 그런데 본 연구의 분석조건으로는 전 SIM 분석을 통하여 RCO⁺, [RCO+74]⁺와 [RCO+128]⁺가 서로 거의 비슷한 정보를 제공해 주고 있기 때문에 여기서는 이들 세 fragment ion 중 가장 이온 강도가 강한 RCO⁺만을 선택하기로 하였다. 똑같은 이유로 분자량과 관계있는 fragment ion들 중에서는 [M-OCOR]⁺을 선택하여 각 트리글리세리드 분자종의 동정을 행하였다.

Fig. 2에서 peak No.1의 경우 GLC상의 머무름시간 6.9분에서 두 개의 peak, 즉 m/z 267과 607에서 각각 하나씩의 peak가 검출되었는데, 이들 값은

Table 1. Values of RCO⁺ induced from randomized authentic triglycerides (SSS-LLL)

TC:DB ^{a)}	Molecular species	Fatty acid residue ^{b)}	M ⁺	RCO ⁺	[M-OCOR] ⁺
54:0	SSS	S	890	267	607
		S		267	607
		S		267	603
54:2	SLS	L	886	263	607
		S		267	603
		S		267	599
54:4	SLL	L	882	263	603
		L		263	603
		L		263	599
54:6	LLL	L	878	263	599
		L		263	599

a) TC, total acyl carbon number; DB, the number of double bonds.

b) S, stearic acid; L, linoleic acid.

Table 1에서처럼 m/z 267은 stearic acid의 RCO⁺값이고 m/z 607은 SSS의 분자량 890에서 stearic acid 잔기의 RCOO⁺값을 뺀 [M-OCOR]⁺값이다. 따라서 peak No.1은 SSS로 동정하였다. peak No.2는 머무름시간 7.6분에서 네 개의 peak 즉 m/z 263, 267, 603, 607에서 각각 검출되었는데, m/z 263과 267은 각각 linoleic acid와 stearic acid의 RCO⁺값이다. 그리고 m/z 603과 607은 SLS의 분자량 886에서 각각 stearic acid와 linoleic acid 잔기의 RCOO⁺를 뺀 값이다. 따라서 peak No.2를 SLS로 동정하였다. peak No.3에서도 네개의 peak가 같은 머무름시간에서 검출되었는데, m/z 263과 267은 글리세롤에 결합되어 이 지방산잔기를 알려주는 값으로 각각 linoleic acid와 stearic acid의 RCO⁺값이다. 그리고 m/z 599, 603은 각각 트리글리세리드 분자종의 분자량을 알수있는 fragment ion인 [M-OCOR]⁺값으로 Table 1에서처럼 SLL의 [M-OCOR]⁺값들과 잘 일치한다. 따라서 peak No.3은 SLL로 동정되었다. 그리고 peak No.4의 경우는 머무름시간 9.0분에서 두 개의 peak가 m/z 263과 599에서 각각 검출되었는데, m/z 263은 linoleic acid의 RCO⁺값이며 m/z 599는 LLL의 [M-OCOR]⁺값이다. 따라서 peak No.4를 LLL로 동정하였다.

Capillary column GLC 및 GC/MS-SIM에 의한 식

Table 2. Fatty acid composition of triglyceride in refined vegetable oils (%)

Fatty acid	Corn	Safflower	Cottonseed
14:0	0.11	Tr.	0.73
16:0	7.41	11.01	20.10
16:1(n-7)	0.09	0.08	0.42
17:1(n-8)	ND	0.08	0.11
18:0	2.76	2.56	2.90
18:1(n-9)	31.69	31.10	18.79
18:1(n-7)	0.70	0.75	0.92
18-2(n-6)	55.61	52.03	54.56
18:3(n-3)	0.28	0.92	0.42
20:0	0.35	0.53	0.31
20:1(n-9)	0.35	0.44	0.29
22:0	0.46	0.31	0.29

Tr.: trace (less than 0.05%). ND: not detected.

물유 트리글리세리드 분자종의 분석

앞에서 표준 트리글리세리드의 capillary column GLC 및 GC/MS-SIM 을 통한 트리글리세리드 분자종 분석의 유효성이 입증되었으므로 실제 식물유의 트리글리세리드 분자종 분석에의 적용 타당성을 검토하기 위하여 실험하였다.

먼저 규산 컬럼으로 분획한 옥수수유, 홍화유, 면실유 트리글리세리드의 지방산조성을 Table 2에 나타내었다. 그 결과 이들 시료유의 주요 지방산은 linoleic acid, oleic acid, palmitic acid, stearic acid, linolenic acid 이며, 이들 주요 지방산의 함량이 옥수수유 트리글리세리드의 경우 전체 지방산함량의 98.5%, 홍화유 트리글리세리드는 98.4%, 면실유 트리글리세리드는 97.7%이었기 때문에 여기서는 이들 주요 지방산만으로 구성되어 있는 분자종의 분석을 행하였다. 그래서 이러한 시료유 트리글리세리드의 지방산조성으로부터 각 시료유 트리글리세리드 분자종의 동정을 위해 구성 지방산 잔기를 알 수 있는 fragment ion 인 RCO⁺와 분자종의 분자량을 알 수 있는 fragment ion 인 [M-OCOR]⁺의 값을 계산하여 Table 3에 나타내었다.

먼저 옥수수유 트리글리세리드를 capillary column GLC로 분석한 크로마토그램을 Fig. 3에 나타내었다. 그 결과 옥수수유 트리글리세리드는 capillary column GLC상에서 acyl기의 탄소수에 따라 50, 52, 54의 세 그룹으로 나뉘어 지고 본 연구의 분석조건으로는 머무름시간 11분만에 모두 12개의 peak가 검출되

Table 3. The content and reproducibility^{a)} of each triglyceride molecular species capillary column GLC profile of corn oil triglycerides

Molecular species ^{b)}	Mean %	Standard deviation	Coefficient of variation
POP	2.54	0.05	2.0
PLP	3.75	0.09	2.4
POS	1.63	0.08	4.9
POO+PLS	6.48	0.12	1.9
PLO	11.62	0.14	1.2
PLL+PLnO	13.38	0.15	1.1
PLnL	1.81	0.06	3.3
SOO	2.50	0.05	1.9
OOO+SLO	6.25	0.09	1.4
OLO+SLL	16.42	0.17	1.0
OLL	18.31	0.17	1.0
LLL	15.31	0.15	1.0

a) Indicated as results of five injections.

b) P, palmitic acid; S, stearic acid; O, oleic acid; L, linoleic acid; Ln, linolenic acid.

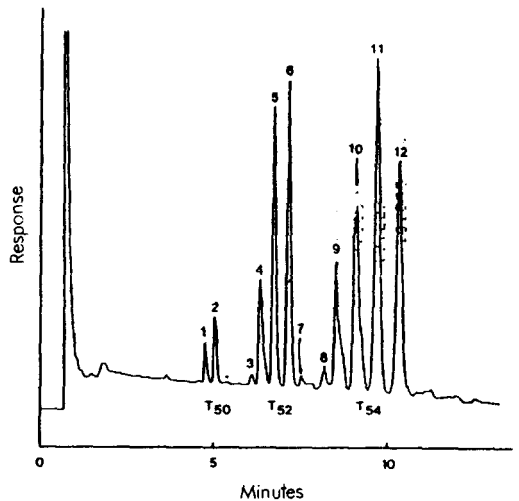


Fig. 3. Capillary gas chromatogram of corn oil triglyceride.

었다. 그리고 옥수수유 트리글리세리드의 GC/MS 분석에 의한 SIM을 Fig. 4에 나타내었는데 각각의 머무름시간에 따라 12개의 peak 그룹으로 분리되었다. 그런데 Fig. 3의 GLC의 컬럼과 Fig. 4의 GC/MS의 컬럼의 액상이 똑같은 것이기 때문에 Fig. 3과 4에서 각 트리글리세리드 분자종 peak의 용출되는 순서에는 차이가 없다.

Peak No. 1의 경우 먼저 구성지방산의 종류를 알 수

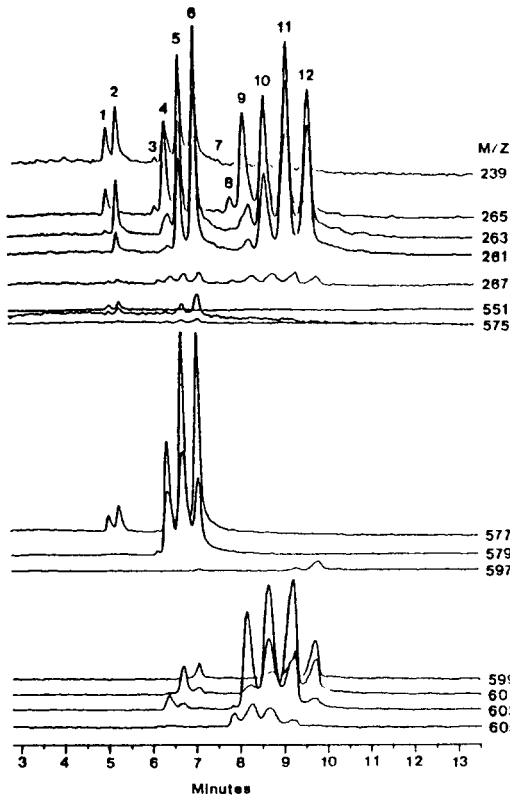


Fig. 4. GC-MS selected ion monitoring profiles of corn oil triglyceride.

1, POP; 2, PLP; 3, POS; 4, POO and PLS; 5, PLO; 6, PLL and PLnO; 7, PLnL; 8, SOO; 9, OOO and SLO; 10, OLO and SLL; 11, OLL; 12, LLL. P, palmitic acid; S, stearic acid; O, oleic acid; L, linoleic acid; Ln, linolenic acid.

있는 fragment ion인 RCO⁺를 살펴보면 m/z 239와 m/z 265에서 같은 머무름시간의 peak 가 각각 검출되었는데 m/z 239는 palmitic acid, m/z 265는 oleic acid의 RCO⁺값이다. 또 분자종의 분자량을 알 수 있는 fragment ion인 [M-OCOR]⁺에서는 m/z 551과 577의 두 개가 같은 머무름시간에서 나타났는데 이러한 결과를 만족시키는 분자종은 Table 3에서 POP 뿐이다. 따라서 peak No.1은 POP로 동정되었다. 그러나 불포화지방산을 갖는 트리글리세리드 분자종은 질량 spectrum 상에서 RCO⁺ 뿐 아니라 [RCO±1]⁺ 또는 [RCO±2]⁺를 함께 만들기도 하는데, 이런 경우 불포화지방산의 불포화도가 클수록 이들의 이온강도도 커지는 것으로 알려져 있다. 이는 [M-OCOR]⁺의 경우도 마찬가지이다⁽²²⁾. 따라서 peak No.2에서 보면 m/z 239, 263, 261의 세 개의 RCO⁺가 같은 머무름시간에

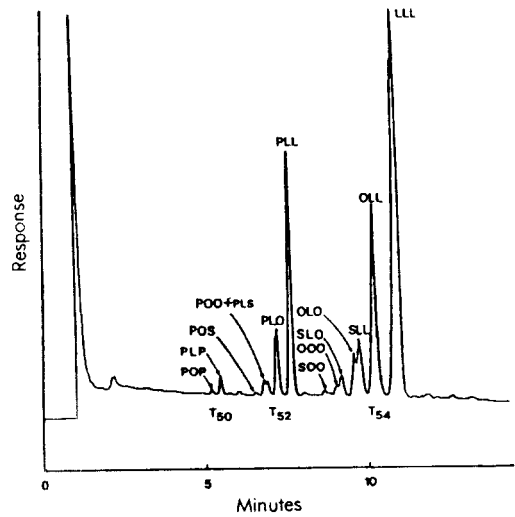


Fig. 5. Capillary gas chromatogram of safflower oil triglyceride. P, palmitic acid; S, stearic acid; O, oleic acid; L, linoleic acid.

서 나타나는데, 이 중 m/z 239는 palmitic acid, m/z 263은 linoleic acid의 RCO⁺이지만 m/z 261을 linolenic acid의 RCO⁺로 보기는 어렵다. 왜냐하면, 만일 m/z 261이 linolenic acid의 경우 peak No.2의 분자종은 PLnL인 것이 되는데, PLnL의 [M-OCOR]⁺인 m/z 575와 m/z 597에서는 아무런 peak도 나타나지 않았다. 따라서 m/z 261은 linolenic acid의 [RCO-2]⁺인 것으로 생각된다. 결국 peak No.2는 palmitic acid와 linoleic acid의 두 개의 지방산으로 구성된 것으로 생각되는데, 이러한 분자종으로는 PLP와 PLL을 들 수 있다. 그러나 PLL의 [M-OCOR]⁺인 m/z 575와 m/z 599에서는 아무런 peak도 나타나지 않았지만 PLP의 [M-OCOR]⁺인 m/z 551과 575에서는 같은 머무름시간에서 각각의 peak가 검출되었다. 따라서 peak No.2는 PLP인 것으로 동정되었다.

한편 peak No.4에서는 RCO⁺의 경우 m/z 239, 265, 263, 261, 267이 비슷한 머무름시간에서 검출되었는데 자세히 살펴보면 m/z 265가 m/z 263, 261, 267보다 조금 빨리 검출되었고, m/z 239의 peak는 넓게 퍼져 있는 것을 알 수 있다. 이러한 사실로부터 이 peak No.4에는 두 개의 분자종, 즉 palmitic acid와 oleic acid로 구성된 분자종과 palmitic acid, stearic acid, linoleic acid 또는 linolenic acid로 구성된 분자종이 혼재해 있음을 추측할 수 있다. 이러

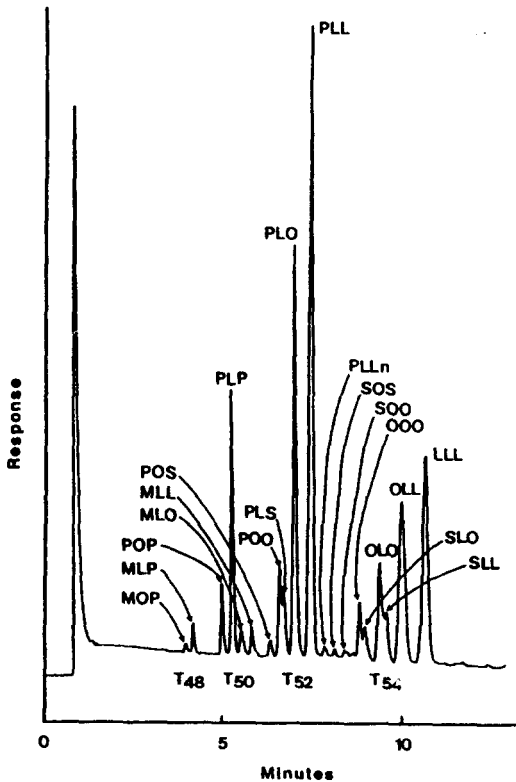


Fig. 6. Capillary gas chromatogram of cottonseed oil triglyceride.

M. myristic acid; P. palmitic acid; S. stearic acid; O. oleic acid; L. linoleic acid.

한 결과 같은 머무름시간에서의 분자종의 분자량을 알 수 있는 fragment ion 인 $[M-OCOR]^+$ 의 값들 즉 m/z 603, 597, 577, 575을 비교해 보면 peak No.4는 POO와 PLS의 두 개의 분자종이 혼재해 있는 것을 알 수 있다. 이러한 방법으로 나머지 각 분자종 peak를 동정하여 Fig. 4에 함께 나타내었다.

그리고 capillary column GLC 상에서 분리된 옥수수유 트리글리세리드 각 peak의 재현성과 그 분자종 조성을 Table 4에 나타내었다. 그 결과 재현성은 양호한 것으로 나타났으며, 주요 분자종은 OLL, LLL, SLL, PLL, PLO인 것으로 밝혀졌다. 또 이상과 같은 capillary column GLC와 GC/MS-SIM을 이용하는 방법으로 홍화유 트리글리세리드와 면실유 트리글리세리드를 분석한 크로마토그램을 Fig. 4에 나타내었다. 그 결과 홍화유 트리글리세리드의 주요 분자종은 LLL, OLL, PLL, SLL, PLO이었으며, 면실유 트리글리세리드의 주요 분자종은 PLL, PLO, SOO, OLL, OLO인 것으로 나타났다. 이러한 결과와 같은 시료유

Table 4. Values of RCO^+ and $[M-RCOO]^+$ induced from vegetable oil triglycerides

TC:DB ^{a)}	Molecular species	Fatty acid residue ^{b)}	M ⁺	RCO ⁺	$[M-OCOR]^+$
48:1	MOP	M	804	211	577
		O		265	523
		P		239	549
48:2	MLP	M	802	211	575
		L		263	523
		P		239	547
50:1	POP	P	832	239	577
		O		265	551
		P		239	577
50:2	PLP	P	830	239	575
		L		263	551
		P		239	575
50:3	MLO	M	828	211	601
		L		263	555
		O		265	553
50:4	MLL	M	826	211	599
		L		263	547
		L		263	547
52:1	POS	P	860	239	605
		O		265	579
		S		267	577
52:2	POO	P	858	239	603
		O		265	577
		O		265	577
52:3	PLO	P	856	239	601
		L		263	577
		O		265	575
52:4	PLL	P	854	239	599
		L		263	575
		L		263	575
52:4	PLnO	P	852	239	599
		Ln		261	577
		O		265	573
52:5	PLnL	P	852	239	597
		Ln		261	575
		L		263	573
54:1	SOS	S	888	267	605
		O		265	607
		S		267	605

Table 4. (continued)

54:2	SOO	S		267	603
		O	886	265	605
		O		265	605
54:3	OOO	O		265	603
		O	884	265	603
		O		265	603
54:3	SLO	S		267	601
		L	884	263	605
		O		265	603
54:4	OLO	O		265	601
		L	882	263	603
		O		265	601
54:4	SLL	S		267	599
		L	882	263	603
		L		263	603
54:5	OLL	O		265	599
		L	880	263	601
		L		263	601
54:6	LLL	L		263	599
		L	878	263	599
		L		263	599

a) TC, total acyl carbon number; DB, the number of double bonds.

b) P, palmitic acid; S, stearic acid; O, oleic acid; L, linoleic acid; Ln, linolenic acid.

트리글리세리드를 HPLC를 이용하여 분석한 결과^(4,5)와 비교해 보면 구성분자종의 수에는 다소 차이가 있으나 주요 분자종은 동일하다는 것을 알 수 있다.

따라서 HPLC를 이용한 분석방법이 GLC 분석결과와 HPLC 분석결과를 종합해서 트리글리세리드 중에 함유되어 있는 구성 지방산의 조합을 산정하여 가능한 트리글리세리드 조성을 밝힌다는 점을 고려할 때, 다양한 분자종으로 구성되어 있는 천연유지 트리글리세리드의 산화특성을 분자종 레벨에서 정량적으로 신속히 분석하는 데는 본 연구의 분석방법이 유효한 것으로 생각된다. 다만 본 연구의 분석조건으로는 트리글리세리드 분자종의 위치 이성체(POP-PPO-OPP)의 분리는 할 수 없었는데 이러한 점은 앞으로 더욱 연구되어야 할 과제라고 생각된다.

요 약

Capillary column GLC를 사용하여 트리글리세

리드를 분리하고 분리된 각 peak를 GC/MS의 selected ion monitoring 분석을 통하여 동정하는 트리글리세리드 분자종 분석방법의 적용 타당성을 검토하기 위하여 표준 트리글리세리드 및 옥수수유, 홍화유, 면실유의 트리글리세리드를 시료로 하여 실험하였다.

그 결과 시료유 트리글리세리드는 capillary column GLC(65% methylphenylsilicone)상에서 acyl기의 총탄소수별 및 이중결합수에 따라 분리되고, acyl기의 총탄소수와 이중결합수가 같을 경우는 구성 지방산의 극성차에 따라 분리되는 특성을 보였다. 그리고 분리된 각 분자종 peak의 동정을 위해 트리글리세리드의 GC/MS상의 질량 spectrum 중 RCO⁺와 [M-OCOR]⁺를 선택하여 사용하였는데, 시료별 트리글리세리드의 주요 분자종은 옥수수유의 경우 OLL, LLL, SLL, PLL, PLO 이었고, 홍화유의 경우는 LLL, OLL, PLL 이었고, 면실유의 경우는 PLL, PLO, SOO, OLL 이었다.

문 헌

1. Kuksis, A. and McCarthy, M.J.: Gas-liquid chromatography of triglyceride. *Can. J. Biochem. Phys.*, **40**, 679(1962)
2. Plattner, R.D., Spencer, G.F. and Kleiman, R.: Triglyceride separation by reverse phase high performance liquid chromatography. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, **54**, 511(1977)
3. Wada, S., Koizumi, C. and Nonaka, J.: Analysis of triglyceride of soybean oil by high performance liquid chromatography in combination with gas liquid chromatography. *Yukagaku*, **26**(2), 95(1977)
4. 최수안, 박영호: 식물유의 트리글리세리드 조성에 관한 연구, 1. 면실유의 트리글리세리드 조성. *한국식품과학회지*, **14**(3), 219(1982)
5. 최수안, 박영호: 식물유의 트리글리세리드 조성에 관한 연구, 2. 옥수수유의 트리글리세리드 조성. *한국식품과학회지*, **14**(3), 226(1982)
6. 천석조, 박영호: 호도기름의 트리글리세리드 분자종에 관한 연구, *한국식품과학회지*, **19**(2), 134(1987)
7. Aassen, A.N., Lauer, W.M. and Holman, R.T.: Mass spectrometry of triglycerides. II. Specifically deuterated triglyceride and elucidation of fragmentation mechanism. *Lipids*, **5**(11), 869(1972)
8. Murat, T. and Takahashi, S.: Analysis of triglyceride mixture by gas chromatography-mass

- spectrometry. *Anal. Chem.*, **45**(11), 1816(1973)
9. Murat, T.: Analysis of triglyceride mixture by gas chromatography/chemical ionization mass spectrometry. *Anal. Chem.*, **49**(14), 2209(1977)
 10. Ackman, R.G.: WCOT (capillary) gas-liquid chromatography. In *Analysis of oils and fats*, Hamilton, R.J. and Rossel, J.B.(ed), Elsevier Applied Science Pub., London, p.137(1986)
 11. Grob, K. Jr.: Evaluation of injection techniques for triglycerides in capillary gas chromatography. *J. Chromatography*, **178**, 387(1979)
 12. Grob, K. Jr., Neukom, H.P. and Battaglia, R.: Triglyceride analysis with glass capillary gas chromatography. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, **57**, 282(1980)
 13. Grob, K. Jr.: Degradation of triglyceride in gas chromatographic capillaries; Studies by reversing the column. *J. Chromatography*, **205**, 289(1980)
 14. Traitler, H. and Prevat, A.: Gas chromatographic separation of triglycerides according to their degree of unsaturation on glass capillary columns. *J. High Res. Chrom. & Chrom. Comm.*, **4**, 109(1981)
 15. Mares, P. and Husek, P.: Quantitative capillary gas-liquid chromatography of triglycerides on a fused silica column with a chemically bonded stationary phase. *J. Chromatography*, **350**, 87(1985)
 16. Termonia, M., Munari, F. and Sandra, P.: High oven temperature-cold on column injection for the automated CGC analysis of high molecular weight compounds such as triglycerides. *J. High Res. Chrom. & Chrom. Comm.*, **10**, 263(1987)
 17. Geeraert, E. and Sandra, P.: On the potential of CGC in triglyceride analysis. *J. High Res. Chrom. & Chrom. Comm.*, **7**, 431(1984)
 18. Vandenheuvel, W.J.A., Carlin, J.R. and Walker, R. W.: Biochemical and biomedical application of capillary column GLC using SIM. *J. Chromatographic Sci.*, **21**, 119(1983)
 19. Christie, W.W.: The analysis of simple lipid classes. In *Lipid analysis*. 2nd eds. Pergamon Press, Oxford, p.93(1982)
 20. Wada, S. and Koizumi, C.: Influence of the position of unsaturated fatty acid esterified on the oxidation rate of triglyceride. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, **60**(6), 1105(1983)
 21. Murat, T. and Takahashi, S.: Direct inlet system/ammonia chemical ionization mass spectrometry of triglycerides. *Shimadzu Rev.*, **42**(2), 213(1985)
 22. Bhati, A.: Gas chromatography-mass spectrometry of triglycerides and related compounds. In *Analysis of oils and fats*, Hamilton, R.J. and Rossel, J.B.(ed), Elsevier Applied Science Pub., London, p.207(1986)

(1989년 2월 20일 접수)