

# Agilent 7696A Sample Prep WorkBench를 이용한 EPA 분석법 8270용 AQA 표준 생성

## 응용 자료

환경

### 저자

Darren DeBoo  
GEOAnalytical, Inc.  
Twinsburg, Ohio  
USA

Peter Mrozinski  
Agilent Technologies  
Wilmington, Delaware  
USA

### 개요

Agilent 7696A Sample Prep WorkBench를 사용하여 검량 표준물질을 제조하는 것을 통해 이 실험실이 EPA 분석법 8270을 위해 설정한 분석적 품질 보증 표준 이내의 상응 감응 인자 재현성 회수율을 성취할 수 있습니다.

### 서론

분석적 품질 보증(AQA)은 모든 상업, 정부 또는 학계 분석 실험실의 정상적인 운영에 매우 중요합니다. 데이터의 신뢰성, 특히 미국 환경 보호국(EPA)이 규제하는 분석의 데이터 신뢰성은 넓은 범위의 분석 작업 절차에 대한 철저한 준수에 달려 있습니다. 가장 일반적인 두 가지 절차는 검량선의 사용과 스파이킹 시료의 회수율 측정입니다.

미지 시료 내의 분석물질의 예상 농도와 접근하는 다양한 농도에 따라 일련의 표준물질을 제조하는 것을 통해 검량선을 구성합니다. 그리고 검량 정밀도 평가에 최적 직선의 각 검량 포인트 편차를 사용합니다. 이 정밀도는 직접 사용된 표준원료의 품질 및 검량 표준물질 제조의 정확도 및 재현성과 관련됩니다. 표준물질로 스파이킹한 시료의 분석물질 회수율 측정은 분석의 효율성과 정밀도에 대한 또 다른 평가이며, 역시 사용된 검량 표준물질의 품질에 따라 달라집니다.

검량 표준물질은 보통 수동으로 제조하는데, 여기에는 번거롭고 시간 소모적인 피펫팅 단계를 포함하며, 피펫팅의 정확성은 작업자의 기술에 따라 달라지는바 인위적 오류를 초래할 가능성이 있습니다. 또한 작업자는 유해 화학물질에 노출될 수 있습니다. 자동 분배 시스템은 이 절차에서의 인위적 오류를 제거하고, 검량 표준물질 제조의 정확도 및 정밀도를 보장합니다.

이 응용 자료에서는 AQA 검량선 정밀도와 회수율 수준의 요건을 충족하기 위해 자동으로 검량 표준물질을 제조하는 Agilent 7696A Sample Prep WorkBench의 기능에 대해 설명합니다. 준휘발성 유기 화합물(SVOC) 검출용 EPA Method 8270을 모델로 사용하여 시연하였습니다. 이 분석법은 가스 크로마토그래피/질량 분석기(GC/MS)를 사용하여 EPA가 규제하는 90가지의 SVOC 고체, 액체 및 기체 시료를 분석하였습니다.

검량 표준물질을 제조하는 자동화 분석법은 표준물질이 13개 검량 검사 화합물(CCC)의 검량선 평균 상응 감응 인자(RRF)의 상대 표준편차에 대한 실험실 AQA 요건에 충족하도록 하였습니다. 이 13가지 화합물의 회수율도 허용 한계 이내로 나타났습니다. 또한 시스템 성능 검증물질(SPCC) 및 비-CCC 화합물을 위한 분석법에 기재된 모든 다른 요건도 충족하였습니다.

## 실험

### 표준물질 및 시약

농약 등급 또는 그 이상의 염화메틸렌을 사용하여 검량 표준물질을 제조하였습니다. SVOC 표준물질은 Sigma-Aldrich와 Restek로부터 구입하였으며, 농도는 1,000µg/mL였습니다. 중수소화처리된 내부 표준물질 및 대체(surrogate) 표준물질도 Restek로부터 구입하였습니다.

### 기기

검량 표준물질은 표 1에 나온 설정을 이용하여 Agilent 7696A Sample Prep WorkBench에서 제조하였습니다. 이 분석은 GC/MS를 통해 수행하였습니다.

표 1. Agilent 7696A Sample Prep WorkBench 설정

프론트 시린지	500µL
백 시린지	100µL
히터 설정값	실온
히터 오프셋	0°C
펌프 수	2
세척 부피	400µL
추출 속도	800(µL/분)
분배 속도	2,500(µL/분)
추출 니들 깊이 오프셋	0mm
점도 지연	4초
Overfill	시린지 크기의 5%
Air gap	시린지 크기의 0%
시료 처리 장치	순차 측정

## Sample Prep WorkBench에서 검량 표준물질 제조

WorkBench에서 순서대로 검량 표준물질을 제조하였습니다. 먼저 서로 다른 양의 염화메틸렌을 바이알로 분배한 후, 다양한 양의 SVOC 표준 용액을 동일한 바이알에 분배하여 각 바이알의 총 부피가 1mL가 되도록 하며, 8개 검량 표준물질의 농도 범위가 0.5~80µg/mL로 만들었습니다. 각 분배 단계 사이에 400µL의 염화메틸렌으로 시린지를 세척하였습니다.

## 결과

### 검량선

SVOC 검량 표준물질의 GC/MS 분석으로 생성하는 분리 피크의 면적은 농도와 관련하기 위해 적분할 수 있습니다(그림 1). 피크 면적으로 검량 표준물질의 농도를 나누는 것을 통해 각 농도에서의 검량선 감응 인자를 계산하였습니다. 그 후 검량 표준물질의 감응 인자를 내부 표준물질의 감응 인자를 나누어 RRF를 계산하였습니다.

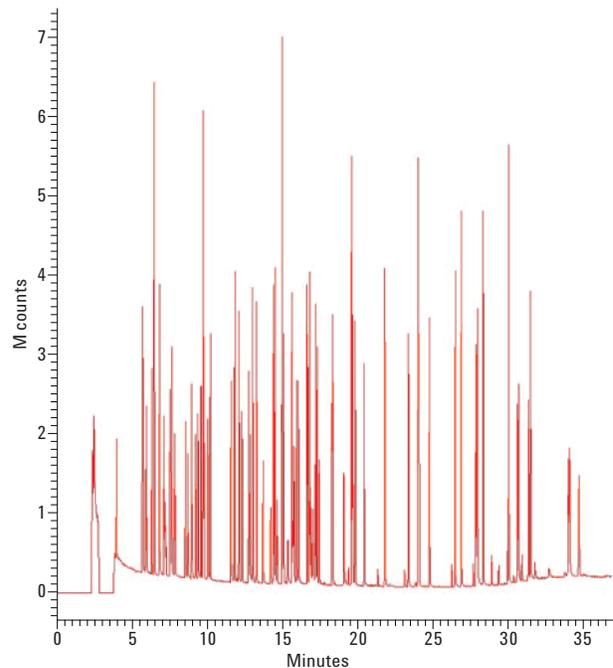


그림 1. EPA Method 8270 GC/MS 분석으로 얻은 일반적인 총 이온 전류(TIC) 크로마토그램, 검량 표준물질 혼합물을 10µg/mL로 스파이킹 수행

검량선 생성에 사용된 검량 표준물질의 모든 농도에 대해 평균 RRF를 계산하였습니다. 각 평균 RRF와 상대 표준편차 (RSD)는 반복해서 산출되었습니다. 이 실험실의 AQA 표준 물질 요건은 13가지의 CCC에 대한 RSD를 계산하고, 그 값이 30%이하여야 합니다. 표 2에는 WorkBench를 사용하여 생성된 CCC의 모든 RRF가 이 품질 범위를 충족하다는 것을 보여줍니다. 사실 13개 RSD 중 8개가 ≤10%로 나타났습니다.

### 회수율

WorkBench를 통해 생성된 검량선을 사용하여 스파이킹된 검량 표준물질의 회수율을 측정하였습니다. 이 실험실의 AQA 표준은 모든 회수율이 80~120%의 범위에 속하는 것을 요구합니다. 표 3은 모든 회수율이 이 요건을 충족하며, 13개 중 7개의 회수율이 95~100%임을 보여줍니다. 이와 같은 높은 회수율은 WorkBench 자동화 시스템으로 제조된 표준물질로 얻은 검량선을 이용한 정량의 정확도를 증명할 수 있습니다.

표 3. 스파이킹된 검량 표준물질의 회수율

검량 검사 화합물	회수율(%)
Phenol	114.21
1,4-Dichlorobenzene	97.28
2-Nitrophenol	99.69
1,2,4-Dichlorophenol	108.1
Hexachlorobutadiene	98.53
4-Chloro-3-methylphenol	96.33
2,4,6-Trichlorophenol	95.71
Acenaphthylene	92.92
N-Nitrosodiphenylamine	97.70
Pentachlorophenol	115.06
Fluoranthene	89.91
Di- <i>n</i> -octyl phthalate	108.55
Benzo[a]pyrene	99.05

표 2. 검량선, 평균 RRF, %RSD를 걸친 상응 감응 인자(RRF)

검량 검사 화합물	검량선의 각 농도(μg/mL) RRF								평균 RRF	%RSD
	0.5	1.0	2.0	5.0	10	20	50	80		
Phenol	1.581	1.502	1.597	1.722	1.413	1.342	1.053	1.082	1.412	17.1
1,4-Dichlorobenzene	1.600	1.618	1.848	1.725	1.710	2.074	1.722	2.030	1.791	10.0
2-Nitrophenol	0.119	0.113	0.106	0.114	0.116	0.111	0.126	0.109	0.114	5.3
2,4-Dichlorophenol	0.330	0.306	0.332	0.330	0.338	0.293	0.299	0.280	0.314	6.8
Hexachlorobutadiene	0.227	0.230	0.241	0.265	0.283	0.261	0.283	0.312	0.263	11.2
4-Chloro-3-methylphenol	0.417	0.416	0.420	0.422	0.442	0.379	0.438	0.464	0.425	5.8
2,4,6-Trichlorophenol	0.529	0.495	0.476	0.460	0.477	0.451	0.410	0.403	0.463	9.1
Acenaphthylene	2.195	2.137	1.960	2.012	2.062	1.914	1.962	2.389	2.079	7.6
N-Nitrosodiphenylamine	0.868	0.795	0.721	0.673	0.650	0.646	0.658	0.678	0.711	11.3
Pentachlorophenol	0.157	0.140	0.129	0.136	0.128	0.118	0.094	0.088	0.124	18.8
Fluoranthene	1.006	0.961	0.948	0.920	0.956	0.990	0.972	1.147	0.988	7.1
Di- <i>n</i> -octyl phthalate	2.038	2.557	2.825	3.159	3.281	3.471	4.018	—	3.050	21.2
Benzo[a]pyrene	1.092	1.080	1.069	0.984	0.951	0.914	0.987	1.060	1.017	6.6

## 결론

정확하고 정밀한 검량 표준물질의 제조는 모든 분석 실험실에 대해 필수적입니다. 특히 환경 실험실의 EPA 분석법에 대해서는 더욱 그렇습니다. 대량의 화학적으로 다양한 화합물을 분석해야 하기 때문에, Method 8270은 매우 까다롭습니다. Agilent Sample Prep WorkBench는 번거롭고 시간이 많이 들며 인위적 오류의 가능성이 있는 검량 표준물질의 수동 제조를 제거하고, 분석 실험실이 보고 가능한 EPA Method 8270 결과를 얻기 위해 필요한 정밀도와 정확도를 제공합니다.

[www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)

애질런트는 이 문서에 포함된 오류나 이 문서의 제공, 이행 또는 사용과 관련하여 발생한 부수적인 또는 결과적인 손해에 대해 책임을 지지 않습니다.

이 발행물의 정보, 설명 및 사양은 사전 공지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc., 2012

2012년 8월 17일

한국에서 인쇄

5991-0973KO

서울시 용산구 한남대로 98, 일신빌딩 4층 우)04418  
한국애질런트테크놀로지스(주) 생명과학/화학분석 사업부  
고객지원센터 080-004-5090 [www.agilent.co.kr](http://www.agilent.co.kr)



**Agilent Technologies**