

# 제트연료 FAME 오염의 GC/MS 분석을 위한 Agilent 7696A WorkBench를 이용한 자동 표준물질 제조 및 시료 제조

## 응용 자료

연료

## 저자

James D. McCurry, Ph.D.  
Agilent Technologies, Inc.  
2850 Centerville Rd  
Wilmington, DE  
19808

## 개요

IP585 분석법을 이용한 제트연료 내 총 FAME의 GC/MS 분석을 위한 검량 표준 물질 제조와 시료 제조에 Agilent 7696A Sample Prep WorkBench를 사용했습니다. WorkBench로 수동 시료 제조 대비 더 나은 분석 결과를 얻는 데에 10배 이상 적은 시약 및 표준물질이 필요했습니다. WorkBench로 제조한 표준물질을 사용하는 GC/MS 검량은 재작업 없이 모든 성능 기준을 만족하며, 실험실에서의 상당한 시간을 절약합니다. WorkBench로 제조한 제트연료 시료는 몇 가지 다른 수준의 FAME 오염 분석법에 대한 정밀도 요건을 초과했습니다. WorkBench 시료에서 얻은 분석 결과는 수동 제조한 시료 대비 알고 있는 FAME 농도에서 더 나은 회수율을 보였습니다.



**Agilent Technologies**

## 서론

Energy Institute IP585 분석법은 상업용 제트연료의 극미량 fatty acid methyl esters(FAME) 측정에 GC/MS를 사용합니다.[1] FAME 오염은 바이오 디젤 및 제트연료 운송에 다유종 송유관(MPP)의 사용으로 발생합니다. 제트연료 생산자와 사용자의 컨소시엄인 JIG(Joint Inspection Group)는 총 FAME 함량의 5mg/kg를 한계로 설정하였습니다. Agilent 최신 문서에는 IP585 분석법에 따른 Agilent 5975C 시리즈 GC/MSD 시스템의 운용 및 성능을 설명하고 있습니다.[2]

대부분 기기 분석과 같이, 성공적인 검량 표준물질 제조와 시료 제조는 양질의 결과를 얻는 데 중요한 역할을 합니다. IP585 분석법의 경우, 눈금 마이크로리터 피펫으로 검량 표준물질 1mL를 만들었습니다. 마이크로리터 시린지로 Methyl heptadecanoate-d33(C17:0-d33) 1,000mg/mL를 포함한 고가의 내부 표준물질 용액을 모든 검량 표준물질 및 시료에 추가하였습니다. 적은 양을 측정하는 이 절차는 정확한 표준물질 제조와 시료 제조에 상당한 기술이 필요합니다. 더 나은 접근법은 매우 정확하고 정밀한 마이크로리터 부피로 액체를 분주 및 혼합하도록 특별히 설계된 기기로서 시료 제조를 자동화하는 것입니다.

Agilent 7696A Sample Prep WorkBench는 자동화된 시료 제조 수행을 위해 특별히 설계된 독립형 기기입니다. 2mL 바이알 사이에 액상의 용적 전달을 위해 Agilent 7693A 주입 타워 2개를 사용합니다. 다양한 화학적 자원, 표준물질 및 시료를 담은 바이알은 3개의 50개 포지션 트레이에 보관됩니다. 시료 트레이 구획은 로봇 팔, vortex 교반 및 시료 가열 스테이션을 포함합니다. Agilent WorkBench를

사용한 검량 표준물질 제조는 수동 제조 표준물질 대비 더 나은 검량을 보여줍니다. 또한, WorkBench를 사용한 2mL 바이알 시료 제조는 수동 제조 시료와 동일한 정량 결과를 가집니다.[3] 본 응용 자료에서는, 서로 다른 수준의 FAME 오염을 포함한 제트 연료 시료 3개와 검량 표준물질 11개의 제조 및 제조에 Agilent 7696A WorkBench를 사용하였습니다. 용매, 표준 원액 및 내부 표준물질 용액과 같은 자원 절약을 위해 표준물질 및 시료량을 1mL에서 100 $\mu$ L로 10배 정도 줄였습니다. IP585 분석법의 정밀도 사양으로 WorkBench 제조 분석 결과와 수동 제조 결과를 비교하였습니다.

## WorkBench 자동화절차 설계

### 선형 희석으로 검량 표준물질 제조

IP585 분석법은 GC/MS 시스템 검량을 위해 작업 검량 표준물질(WCS) 10개를 사용합니다. 각 WCS는 표 1의 FAME 6종의 서로 다른 농도를 포함합니다. 표 2의 선형 희석 계획은 각 WCS 1mL의 수동 조제 방법을 설명합니다. WorkBench 자동 제조를 위해, 수동 방법을 표 3과 같이 각 표준물질의 최종 부피를 1mL에서 100 $\mu$ L로 변환하였습니다. 표준물질 제조를 위해, WorkBench 소프트웨어에 4가지 리소스를 정의하였습니다(표 4). 첫 번째 리소스는 최종 WCS를 담기 위한 빈 바이알 10개였습니다. 두 번째 리소스는 희석 용매인 99% n-dodecane 1,000 $\mu$ L를 담은 바이알이었습니다. 세 번째 리소스는 작업 표준 용액(WSS) 1,000 $\mu$ L가 담긴 바이알이었습니다. 마지막 리소스는 내부 표준물질 용액 500 $\mu$ L를 담은 바이알이었습니다. 그림 1은 검량 표준물질 자동 제조를 위한 WorkBench 소프트웨어의 리소스 레이아웃입니다.

표 1. 제트연료의 총 FAME 정량에 사용하는 화합물

화학물질 명	일반 명	기호	분자식	분자량
Methyl hexadecanoate	Methyl palmitate	C16:0	C <sub>17</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	270.45
Methyl heptadecanoate	Methyl margarate	C17:0	C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	284.45
Methyl octadecanoate	Methyl stearate	C18:0	C <sub>19</sub> H <sub>38</sub> O <sub>2</sub>	298.50
Methyl octadecenoate	Methyl oleate	C18:1	C <sub>19</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	296.49
Methyl octadecadienaote	Methyl linoleate	C18:2	C <sub>19</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	294.47
Methyl octadecatrienoate	Methyl linolenate	C18:3	C <sub>19</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>	292.45

이 FAME 6종은 바이오디젤 생산에 사용되는 일반적인 공급 원료의 95%에서 발견됩니다.

표 2. 선형 부피 희석을 이용한 각 작업 검량 표준물질(WCS) 1mL 제조를 위한 수동 계획

작업 표준 용액(WSS) 부피 (μL)	n-C12 용매 부피 (μL)	내부 표준물질(ISTD) 부피 (μL)	각 FAME 최종 농도 (mg/kg)
1000	0	10	100
800	200	10	80
600	400	10	60
400	600	10	40
200	800	10	20
100	900	10	10
80	920	10	8
60	940	10	6
40	960	10	4
20	980	10	2
0	1000	10	0

표 3. 작업 검량 표준물질(WCS) 100μL를 만들기 위한 Agilent WorkBench 선형 부피 희석 제조

작업 표준 용액(WSS) 부피 (μL)	n-C12 용매 부피 (μL)	내부 표준물질(ISTD) 부피 (μL)	각 FAME 최종 농도 (mg/kg)	작업 검량 표준물질 (WCS)
100	0	1	100	고농도 표준물질 5
80	20	1	80	고농도 표준물질 4
60	40	1	60	고농도 표준물질 3
40	60	1	40	고농도 표준물질 2
20	80	1	20	고농도 표준물질 1
10	90	1	10	저농도 표준물질 5
8	92	1	8	저농도 표준물질 4
6	94	1	6	저농도 표준물질 3
4	96	1	4	저농도 표준물질 2
2	98	1	2	저농도 표준물질 1
0	100	1	0	바탕

표 4. IP585 검량 표준물질 자동 제조를 위한 WorkBench 리소스 레이아웃

리소스	리소스 타입	바이알 범위	사용량
작업 검량 표준물질(WCS)	빈 용기	51~60	1
n-Dodecane 용매	화학적 리소스	61	1,000μL
작업 표준 용액(WSS)	화학적 리소스	71	1,000μL
내부 표준물질 용액(ISTD)	화학적 리소스	81	500μL

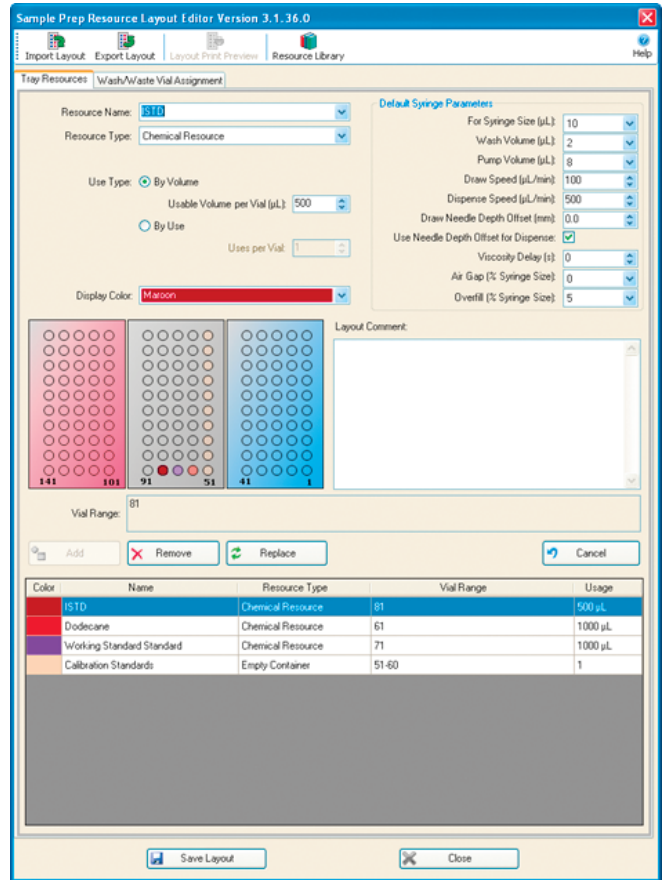


그림 1. IP585 검량 표준물질 자동 제조를 위한 Agilent WorkBench 리소스 레이아웃. 51~60 포지션의 빈 바이알은 자동 제조 완료 후 검량 표준물질 10개를 담습니다.

리소스 레이아웃을 완료한 상태에서, 표 3의 표준물질 제조를 위해 두 가지 Agilent WorkBench 분석법을 설계하였습니다. 첫 번째 분석법인 'IP585\_Low.M'은 2~10mg/kg의 저농도 표준물질에 사용하였고, 두 번째 분석법인 'IP585\_High.M'은 20~100mg/kg의 고농도 표준물질에 사용하였습니다. 각 분석법에 대한 시료 제조 단계의 세부 사항은 표 5 및 6에 나열하였습니다. WorkBench 소프트웨어는 '끌어서 놓기(drag and drop)' 방식의 그래픽 인터페이스로 빠르고 쉬운 분석법 작성을 지원합니다. 그림 2의 IP585\_Low.M 분석법은 일반적인 분석법의 예입니다.

표 5. 각 저농도 작업 검량 표준물질(WCS) 100µL 제조를 위한 Agilent WorkBench 분석법

단계	Agilent WorkBench 작업	설명	시린지
1	세척	250µL 시린지 용매 세척	250µL
2	추가	저농도 바탕시료(바이알 1)에 n-C <sub>12</sub> 100µL	250µL
3	추가	저농도 표준시료 1(바이알 51)에 n-C <sub>12</sub> 98µL	250µL
4	추가	저농도 표준물질 2(바이알 52)에 n-C <sub>12</sub> 96µL	250µL
5	추가	저농도 표준물질 3(바이알 53)에 n-C <sub>12</sub> 94µL	250µL
6	추가	저농도 표준물질 4(바이알 54)에 n-C <sub>12</sub> 92µL	250µL
7	추가	저농도 표준물질 5(바이알 55)에 n-C <sub>12</sub> 90µL	250µL
8	세척	25µL 시린지 용매 세척	25µL
9	추가	저농도 표준물질 1(바이알 51)에 WSS 2µL	25µL
10	추가	저농도 표준물질 2(바이알 52)에 WSS 4µL	25µL
11	추가	저농도 표준물질 3(바이알 53)에 WSS 6µL	25µL
12	추가	저농도 표준물질 4(바이알 54)에 WSS 8µL	25µL
13	추가	저농도 표준물질 5(바이알 55)에 WSS 10µL	25µL
14	세척	25µL 시린지 용매 세척	25µL
15	추가	저농도 바탕시료(바이알 1)에 ISTD 1µL	25µL
16	추가	저농도 표준물질 1(바이알 51)에 ISTD 1µL	25µL
17	추가	저농도 표준물질 2(바이알 52)에 ISTD 1µL	25µL
18	추가	저농도 표준물질 3(바이알 53)에 ISTD 1µL	25µL
19	추가	저농도 표준물질 4(바이알 54)에 ISTD 1µL	25µL
20	추가	저농도 표준물질 5(바이알 55)에 ISTD 1µL	25µL
21	세척	25µL 시린지 용매 세척	25µL
22	교반	저농도 바탕시료(바이알 1) 30초,@ 1,500rpm	
23	교반	저농도 표준시료 1(바이알 51) 30초,@ 1,500rpm	
24	교반	저농도 표준시료 2(바이알 52) 30초,@ 1,500 rpm	
25	교반	저농도 표준시료 3(바이알 53) 30초,@ 1,500 rpm	
26	교반	저농도 표준시료 4(바이알 54) 30초,@ 1,500 rpm	
27	교반	저농도 표준시료 5(바이알 55) 30초,@ 1,500 rpm	

표 6. 각 고농도 작업 검량 표준물질(WCS) 100µL 제조를 위한 Agilent WorkBench 분석법

단계	Agilent WorkBench 작업	설명	시린지
1	세척	250µL 시린지 용매 세척	250µL
2	추가	고농도 바탕시료(바이알 2)에 n-C <sub>12</sub> 100µL	250µL
3	추가	고농도 표준시료 1(바이알 56)에 n-C <sub>12</sub> 80µL	250µL
4	추가	고농도 표준물질 2(바이알 57)에 n-C <sub>12</sub> 60µL	250µL
5	추가	고농도 표준물질 3(바이알 58)에 n-C <sub>12</sub> 40µL	250µL
6	추가	고농도 표준물질 4(바이알 59)에 n-C <sub>12</sub> 20µL	250µL
7	세척	250µL 시린지 용매 세척	250µL
8	추가	고농도 표준물질 1(바이알 56)에 WSS 20µL	250µL
9	추가	고농도 표준물질 2(바이알 57)에 WSS 40µL	250µL
10	추가	고농도 표준물질 3(바이알 58)에 WSS 60µL	250µL
11	추가	고농도 표준물질 4(바이알 59)에 WSS 80µL	250µL
12	추가	고농도 표준물질 5(바이알 60)에 WSS 100µL	250µL
13	세척	25µL 시린지 용매 세척	25µL
14	추가	고농도 바탕시료(바이알 2)에 ISTD 1µL	25µL
15	추가	고농도 표준물질 1(바이알 56)에 ISTD 1µL	25µL
16	추가	고농도 표준물질 2(바이알 57)에 ISTD 1µL	25µL
17	추가	고농도 표준물질 3(바이알 58)에 ISTD 1µL	25µL
18	추가	고농도 표준물질 4(바이알 59)에 ISTD 1µL	25µL
19	추가	고농도 표준물질 5(바이알 60)에 ISTD 1µL	25µL
20	세척	25µL 시린지 용매 세척	25µL
21	교반	고농도 바탕시료(바이알 2) 30초,@ 1,500rpm	
22	교반	고농도 표준물질 1(바이알 56) 30초,@ 1,500rpm	
23	교반	고농도 표준시료 2(바이알 57) 30초,@ 1,500rpm	
24	교반	고농도 표준시료 3(바이알 58) 30초,@ 1,500rpm	
25	교반	고농도 표준시료 4(바이알 59) 30초,@ 1,500rpm	
26	교반	고농도 표준시료 5(바이알 60) 30초,@ 1,500 rpm	

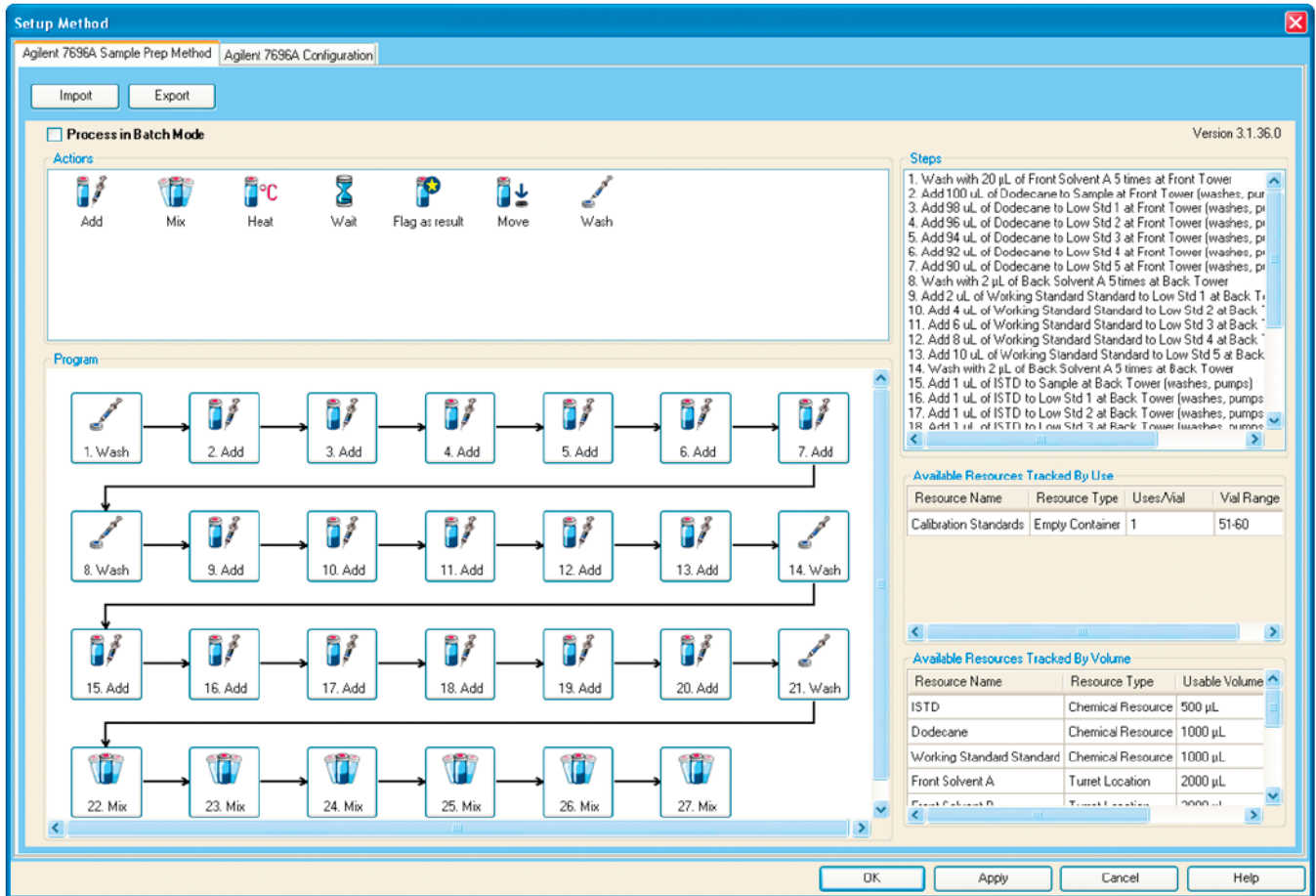


그림 2. 저농도 검량 표준물질 제조를 위한 Agilent WorkBench 분석법, IP585\_Low.M. 각 분석법 단계는 '끌어서 놓기' 방식의 그래픽 사용자 인터페이스로 작성하였습니다.

## Agilent WorkBench 배치 모드를 이용한 제트연료 시료 제조

IP585 분석법의 경우, 제트연료 1 mL를 피펫으로 2mL 바이알에 넣고 내부 표준물질 용액 10 µL를 첨가하여 시료를 제조하였습니다. 여러 시료를 수동 제조하는 실험실 화학자는 각 제트연료 시료를 개별 바이알에 넣고 각 시료에 내부 표준물질을 추가하여 워크플로우를 수행합니다. Agilent WorkBench 소프트웨어의 배치 모드 기능으로 효율적인 워크플로우를 수행할 수 있습니다. 배치 모드에서, 시료 제조 시간 최소화를 위해 다음 단계로 넘어가기 전, 모든 시료에 대한 각 시료 제조 단계를 완료하였습니다. 시린지 용매 세척은 리소스 변경 사이에만 필요하므로 세척 용매와 폐기물 자원을 절약합니다.

WorkBench는 각 제트연료 시료를 담은 바이알과 내부 표준물질 용액을 담은 단일 바이알인 이 두 가지 리소스가 필요합니다. 본 응용 자료에서는, 개별 제트연료 시료 10개가 WorkBench 리소스로 정의되었습니다. 이 바이알은 51~60 트레이 포지션에 두었고, 제조 중 모든 교차 오염 가능성을 제거하기 위해 바이알당 1회 사용으로 설정하였습니다. 내부 표준물질 바이알은 트레이 포지션 81에 두었습니다. 시료 제조 실행 동안, 캠프한 빈 2mL 바이알 10개를 트레이 위치 1~10에 두었습니다(그림 3). 배치 모드 WorkBench 분석법인 IP585\_Samples.M은 각 제트연료 시료 100µL를 개별 빈 바이알에 분주한 다음, 내부 표준물질 용액 1 µL를 첨가하여 교반하였습니다. 그림 4는 제트연료 시료 제조를 위한 배치 모드 분석법입니다.

## 실험

### 작업 검량 표준물질(WCS) 수동 제조 및 시료 수동 제조

분석법에 기술된 절차(표 2)에 따라, 검량 표준물질 10개와 바탕 용매를 1,000 $\mu$ L 눈금 피펫과 25 $\mu$ L 피펫 시린지로 2mL 바이알에서 수동 제조하였습니다. 수동 시료 제조는 개별 2mL 바이알에 피펫으로 서로 다른 제트연료 시료 3개를 1mL씩 분주한 다음, 내부 표준물질 10 $\mu$ L를 추가하여 수행하였습니다. 이 시료에는 알고 있는 양의 총 FAME를 포함하며 전반적인 반복성 분석을 위해 이중으로 제조하였습니다. 각 표준 물질 및 시료는 수동으로 흔들어 혼합 상태를 확인했습니다.

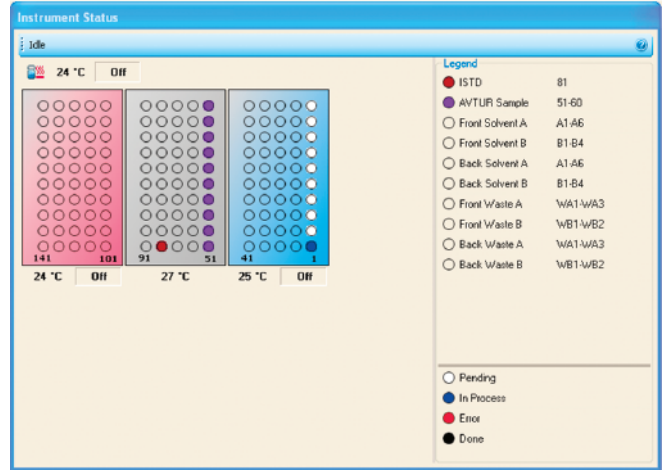


그림 3. 제트연료 시료 10개의 자동 제조를 위한 Agilent WorkBench 리소스 레이아웃. 1~10 포지션의 빈 바이알에는 자동 제조와 제조 완료 후 최종 각 제트 연료 시료 및 내부 표준물질 100mL를 담습니다.

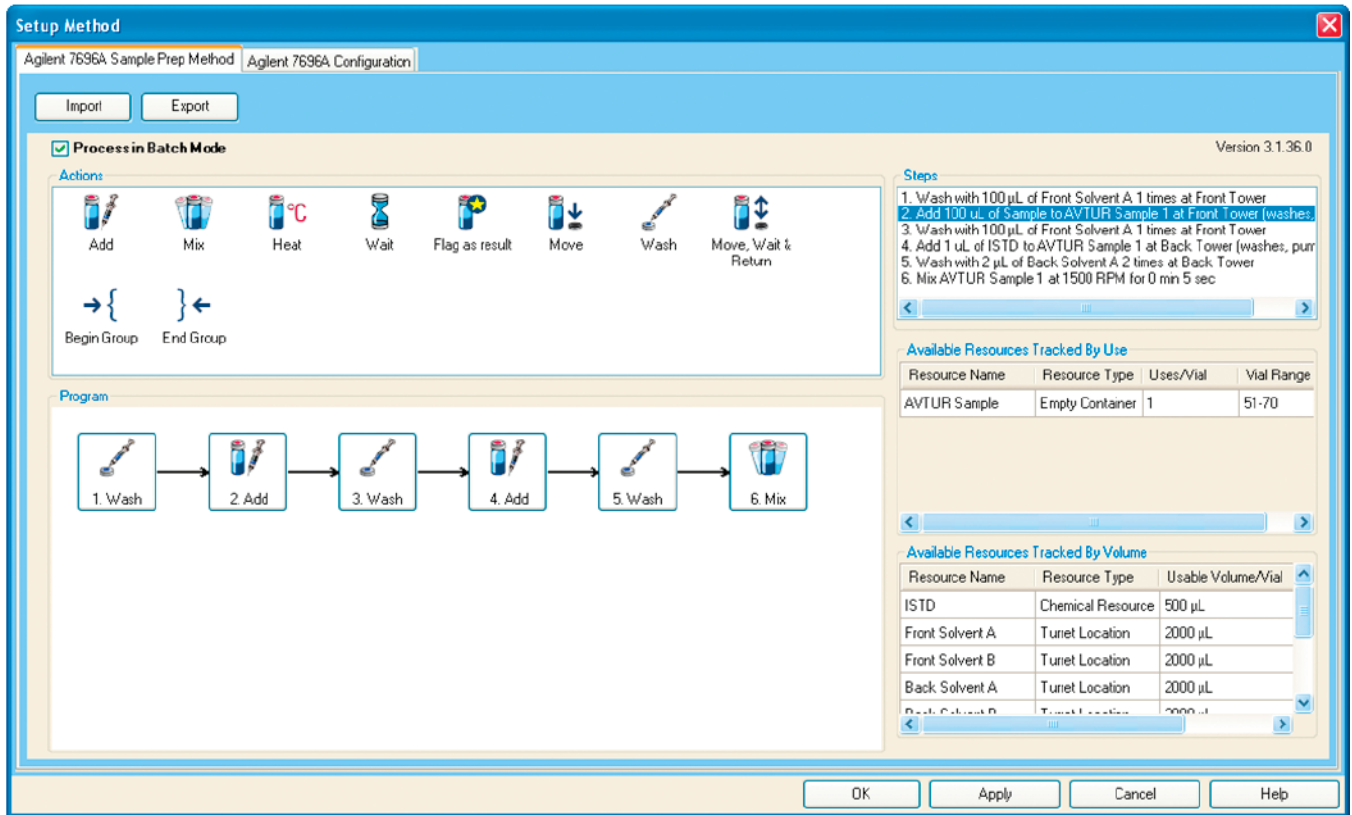


그림 4. 제트연료 시료 10개 제조를 위한 배치 모드 Agilent WorkBench 분석법. 각 단계를 시료 10개에 모두 수행한 후 다음 단계로 넘어갔습니다. 이 효율적인 워크플로우는 시간 및 리소스 사용을 최소화하였습니다.

## 검량 표준물질 자동 제조 및 제트연료 시료 자동 제조

Agilent WorkBench의 전면 타워는 250 $\mu$ L 시린지, 후면 타워는 25 $\mu$ L 시린지로 구성하였습니다. 250 $\mu$ L 시린지는 추출 속도 500 $\mu$ L/분 및 분주 속도 1,000 $\mu$ L/분을 사용하였습니다. 25 $\mu$ L 시린지는 추출 속도 100 $\mu$ L/분 및 분주 속도 500 $\mu$ L/분을 사용하였습니다. 각 시린지의 분주 깊이는 0mm로 설정하여 액체 분주 시 바늘은 바이알 바닥에 가까웠습니다. 이로써 액체가 바이알로 완전히 옮겨져 최상의 정밀도를 얻을 수 있었습니다. GC/MS 자동 시료 주입기가 적은 양의 표준물질 및 시료인 100 $\mu$ L에 닿을 수 있도록 내부가 v자 모양인 높은 회수율의 바이알을 사용하였습니다.

IP585\_Low.M 및 IP585\_High.M 분석법으로 저농도 표준물질 5개 및 고농도 표준물질 5개를 제조하는 데 WorkBench 시퀀스 대기열을 사용했습니다. GC/MS 검량 검증 후, WorkBench 배치 모드 분석법인 IP585\_Samples.M으로 서로 다른 FAME양의 제트연료 시료 복제본 3개를 제조하였습니다.

## 제트연료 FAME의 GC/MS 분석

IP585 분석법에 따라, Agilent 5975C GC/MS 시스템과 함께 Agilent 7693A 자동 시료 주입기를 구성하였습니다. 이 구성은 표 7에 설명되며 기기 운용 조건은 표 8과 같습니다. 질량 분석기는 표준물질 또는 시료 실행 전, Agilent 5975C Autotune 프로그램으로 튠하였습니다. 검량 표준물질과 n-dodecane 바탕 용매를 먼저 실행한 다음, 제트연료 시료 실행 전에 저농도 및 고농도 검량의 선형 성능을 평가 하였습니다. 검량에 성공한 후, 각 제트연료 시료 복제본의 단일 GC/MS 분석을 수행하였습니다. 개별 FAME 피크를 정량하고 각 시료의 총 FAME 함량을 개별 FAME 결과와 합산하여 계산하였습니다.

표 7. 제트연료 FAME의 GC/MS 분석 기기 구성

구성	설명
Agilent 5975C 시리즈 MSD	비활성 전자 이온화원 질량 분석기
Agilent 7890A GC 시스템	100psi 분할/비분할 주입구 및 질량 분석기 인터페이스를 갖춘 가스 크로마토그래피
Agilent 7693A ALS	Agilent 7890A GC 용 자동 시료 주입기와 150개 바이알 트레이
G1701EA	데이터 수집 및 분석을 위한 MSD Chemstation 소프트웨어

표 8. GC/MS 기기 조건

GC 조건	
주입구 온도	260°C
주입 모드	비분할
주입구 라이너	Splitless liner, single taper glass wool (p/n 5062-3587)
시료량	1 $\mu$ L
컬럼	HP-INNOWAX, 50 mx0.2 mm, 0.4 $\mu$ m film (p/n 19091N-205)
컬럼 유속	헬륨, 0.6mL/분 일정 유속
오븐 프로그램	
초기 온도	150°C, 5분 유지
오븐 단계 1번	12°C/분으로 200°C까지, 17분 유지
오븐 단계 2번	3°C/분으로 252°C까지, 6.5분 유지
질량 분석기 인터페이스	260°C
질량 분석 조건	
이온화원	70eV 전자 이온화
이온화원 온도	230°C
사중극자 온도	150°C
데이터 수집 지연	20분

## 결과

### 수동 및 Agilent WorkBench 검량 성능 비교

수동 및 Agilent WorkBench로 제조한 검량 표준물질을 Agilent 5975C GC/MS 시스템으로 실행하였습니다. 그림 5와 6은 저농도 및 고농도 WorkBench 표준물질의 개별 FAME 검량선입니다. 모든 곡선은 회기 분석 후 원점이 0인 선형으로 나타납니다. 표 9는 수동 및 WorkBench 검량 기울기는 매우 유사하며, 상관계수( $R^2$ )는 0.985 이상인 분석법 요건을 모두 충족합니다. 고농도 검량은 methyl linoleate(C18:2) 및 methyl linoleate(C18:3) 검량을 제외하고 동일한 성능을 보입니다. 이 경우, WorkBench 제조 표준물질은 분석법 요건을 쉽게 충족하는 반면, 수동 제조 표준물질은 선형 테스트에서 실패하였습니다. 따라서 수동 제조한 제트연료 시료는 고농도 표준물질을 다시 만들어 검량을 정확하게 검증할 때까지 실행할 수 없었습니다. 이것으로 수동 제조 시료 결과를 얻는 데 상당한 시간이 더해졌습니다. 이에 반하여, WorkBench 검량은 초기부터 정확했기 때문에 WorkBench 제조 제트연료 시료는 즉시 실행할 수 있었습니다.

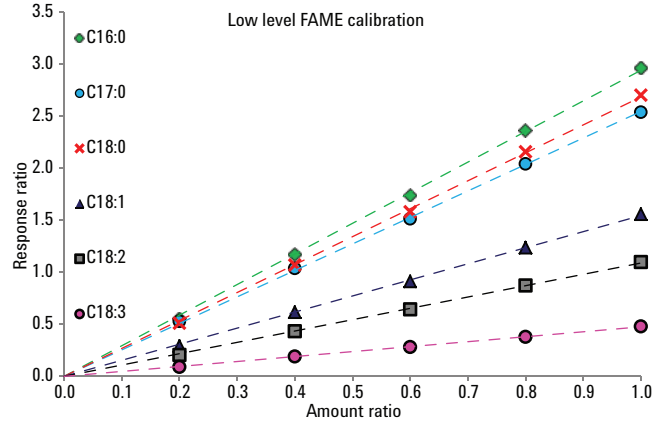


그림 5. Agilent WorkBench 제조한 2, 4, 6, 8 및 10mg/kg FAME 표준 물질에 대한 저농도 검량선. 분석법 프로토콜에 따라 검량선은 강제로 0을 통과하였습니다. 각 곡선은 분석법 직선성 요건인  $R^2 > 0.985$ 를 초과하였습니다.

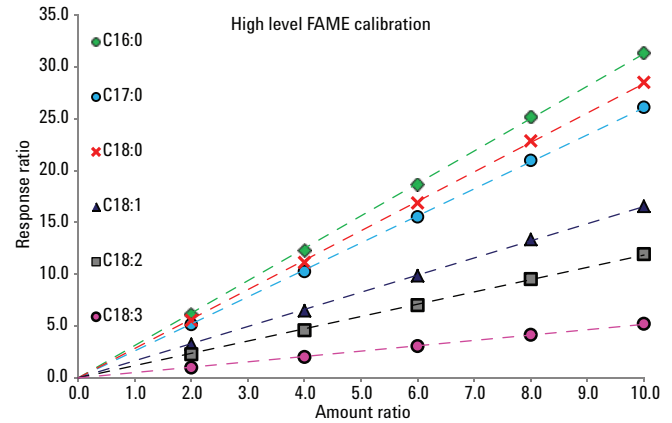


그림 6. Agilent WorkBench 제조한 20, 40, 60, 80 및 100mg/kg FAME 표준물질에 대한 고농도 검량선. 분석법의 프로토콜에 따라 검량선은 강제로 0을 통과하였습니다. 각 곡선은 분석법 직선성 요건인  $R^2 > 0.985$ 를 초과하였습니다.

표 9. 수동 및 Agilent WorkBench 조제한 표준물질을 이용한 검량선의 기울기와 상관 계수(R<sup>2</sup>) 비교

저농도 검량(2~10mg/kg)

FAME	기울기		R <sup>2</sup>	
	수동	WorkBench	수동	WorkBench
C16:0	2.941	2.941	1.000	0.999
C17:0	2.441	2.544	1.000	1.000
C18:0	2.664	2.684	1.000	0.999
C18:1	1.539	1.545	1.000	0.999
C18:2	1.105	1.090	1.000	0.999
C18:3	0.478	0.475	1.000	0.999

고농도 검량(20~100mg/kg)

FAME	기울기		R <sup>2</sup>	
	수동	WorkBench	수동	WorkBench
C16:0	4.962	3.127	0.985	1.000
C17:0	4.777	2.606	0.985	1.000
C18:0	4.815	2.840	0.985	1.000
C18:1	2.510	1.653	0.985	1.000
C18:2	1.713	1.184	0.984	0.999
C18:3	0.705	0.516	0.983	0.999

C18:2 및 C18:3 FAME의 수동 고농도 검량선은 최소 R<sup>2</sup> 요건인 0.985에 실패하였습니다.

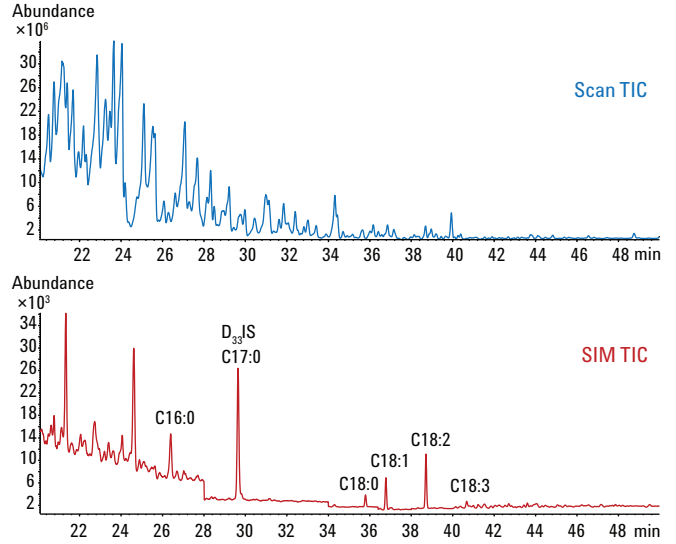


그림 7. 총 FAME 5mg/kg을 포함한 제트연료 시료를 Agilent WorkBench로 제조한 SIM/SCAN GC/MS 데이터

## 수동 및 Agilent WorkBench 시료 제조 비교

그림 7은 제트연료 FAME 분석에 대한 일반적인 GC/MS SIM/SCAN 크로마토그램입니다. 표 10, 11 및 12는 수동 및 Agilent WorkBench 제조 제트연료 분석 결과의 비교를 나타냅니다. 각 시료 복제본에 대한 반복성(r)은 총 FAME 함유량으로 계산하였고, IP585 분석법에 명시된 사양과 비교하였습니다. 반복성은 같은 날, 동일한 기기로 같은 사용자가 하나의 시료에서 얻은 두 개의 결과 차이로 계산한 정밀도 측정 값입니다. FAME 5mg/kg을 스파이킹한(표 11) 수동 제조 시료의 반복성은 IP585 분석법 사양에 부합하지 못합니다. 따라서, 이 결과는 무효입니다. 하지만 모든 WorkBench 시료의 경우, 반복성은 분석법 사양보다 훨씬 우수합니다. 또한, WorkBench 시료로 얻은 결과는 제트연료 시료에 스파이킹한 총 FAME 함량과 더 근접하게 일치합니다.

표 10. FAME 제트연료 1mg/kg을 스파이킹한 수동 및 Agilent WorkBench 시료 제조의 분석 결과 비교

### 제트연료 1mg/kg 스파이킹 - 수동 제조

	C16:0	C17:0	C18:0	C18:1	C18:2	C18:3	합계
분석 1	0.8	0.0	0.1	0.3	0.1	0.0	1.3
분석 2	0.8	0.0	0.1	0.3	0.1	0.0	1.3
						<b>평균</b>	<b>1.3</b>
						<b>r(calc)</b>	<b>0.0</b>
						<b>r(IP585)</b>	<b>0.7</b>

### 제트연료 1mg/kg 스파이킹 - Agilent WorkBench 제조

	C16:0	C17:0	C18:0	C18:1	C18:2	C18:3	합계
분석 1	0.8	0.0	0.1	0.3	0.1	0.0	1.3
분석 2	0.7	0.0	0.1	0.3	0.1	0.0	1.2
						<b>평균</b>	<b>1.3</b>
						<b>r(calc)</b>	<b>0.1</b>
						<b>r(IP585)</b>	<b>0.7</b>

표 11. FAME 제트연료 5mg/kg를 스파이킹한 수동 및 Agilent WorkBench 시료 제조의 분석 결과 비교

### 제트연료 5mg/kg 스파이킹 - 수동 제조

	C16:0	C17:0	C18:0	C18:1	C18:2	C18:3	합계
분석 1	1.1	0.0	0.3	0.4	3.8	1.2	6.8
분석 2	0.5	0.0	0.2	0.9	2.6	0.7	4.9
						<b>평균</b>	<b>5.9</b>
						<b>r(calc)</b>	<b>1.9</b>
						<b>r(IP585)</b>	<b>1.4</b>

### 제트연료 5mg/kg 스파이킹 - Agilent WorkBench 제조

	C16:0	C17:0	C18:0	C18:1	C18:2	C18:3	합계
분석 1	0.5	0.0	0.1	0.9	2.7	0.5	4.7
분석 2	0.6	0.0	0.2	0.9	2.7	0.6	5.0
						<b>평균</b>	<b>4.9</b>
						<b>r(calc)</b>	<b>0.3</b>
						<b>r(IP585)</b>	<b>1.3</b>

표 12. FAME 제트연료 40mg/kg를 스파이킹한 수동 및 Agilent WorkBench 시료 제조의 분석 결과 비교

### 제트연료 40mg/kg 스파이킹 - 수동 제조

	C16:0	C17:0	C18:0	C18:1	C18:2	C18:3	합계
분석 1	4.4	0.0	1.7	7.9	24.0	4.1	42.1
분석 2	4.7	0.0	1.8	8.3	25.1	4.3	44.2
						<b>평균</b>	<b>43.1</b>
						<b>r(calc)</b>	<b>2.1</b>
						<b>r(IP585)</b>	<b>7.5</b>

### 제트연료 40mg/kg 스파이킹 - Agilent WorkBench 제조

	C16:0	C17:0	C18:0	C18:1	C18:2	C18:3	합계
분석 1	4.8	0.0	1.8	8.3	25.4	4.2	41.4
분석 2	4.3	0.0	1.7	7.9	24.0	4.1	39.1
						<b>평균</b>	<b>40.2</b>
						<b>r(calc)</b>	<b>2.3</b>
						<b>r(IP585)</b>	<b>7.1</b>

## 결론

Agilent WorkBench는 IP585 GC/MS 분석법을 이용한 제트연료 FAME 측정의 검량 표준물질 제조 및 시료 제조를 성공적으로 자동화합니다. 반면, 소량의 시료와 시약을 정밀하게 다뤄야하는 수동 제조 기법으로는 우수한 분석 결과 획득이 어렵다는 것을 알 수 있었습니다. 본 응용 자료는 WorkBench가 수동 제조 대비 분석법의 전반적인 성능을 향상할 수 있음을 입증합니다. 재작업 제거로 상당한 시간을 절약하고 WorkBench와 함께 사용하는 시약의 양을 10배 정도 줄였습니다.

## 참고 문헌

1. "IP 585/10 Determination of fatty acid methyl esters (FAME), derived from bio-diesel fuel, in aviation turbine fuel – GC-MS with selective ion monitoring/scan detection method", The Energy Institute, London, UK.
2. "GC/MS Analysis of Trace Fatty Acid Methyl Esters (FAME) in Jet Fuel Using Energy Institute Method IP585", James D. McCurry, Agilent Technologies, Agilent Publication Number 5990-6974EN, November 10, 2011.
3. "Improved Data Quality Through Automated Sample Preparation", Rebecca Veeneman and Dale Synder, Agilent Publication Number 5990-6874EN, December 2, 2010.

## 자세한 정보

이 데이터는 일반적인 결과를 나타냅니다. 애질런트 제품과 서비스에 대한 보다 자세한 정보는 [www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)을 방문하십시오.

[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

한국에서 인쇄  
2012년 1월 12일  
5990-9717KO

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**