Agilent 7696A Sample Prep WorkBench를 이용한 EPA 분석법 8082 검량 표준물질 제조

응용 자료

환경

저자

Darren DeBoo
GEOAnalytical, Inc.
Twinsburg, Ohio
USA

Peter Mrozinski
Agilent Technologies, Inc.
Wilmington, Delaware
USA

개요

Agilent 7696A Sample Prep WorkBench는 PCB 관련 8802 분석법의 검량 표준물질 제조에 대한 수동 방법과 유사한 정밀성을 입증했습니다. 두 가지 분석법으로 구한 평균 감응 계수 상대표준편차(RSD)의 차이는 시험한 Aroclor 혼합물 3개에서 0.6% 미만이었습니다. 따라서, WorkBench는 시간 소모적인 수동 작업 및 작업자 오류 가능성을 제거하여 복잡한 분석에 필요한 재현성을 제공합니다.

Agilent Technologies

서론

분석 품질 보증(AQA)은 민간, 정부 및 학술 분야의 모든 분석 실험실의 적절한 운영을 위해 필수입니다. 특히, 미 환경 보호국(EPA) 규제 분석의 데이터 신뢰성은 광범위한 분석 운영 절차의 엄격한 준수에 따릅니다. 가장 일반적인 절차 중 하나는 검량선의 사용입니다. 정량 결과의 정확성 및 정밀성은 사용한 검량선의 품질에 전적으로 달려 있습니다.

검량선은 미지 시료 분석물질의 예상 농도에 가까운 농도 범위로 일련의 표준물질을 제조함으로써 생성합니다. 최적의 선과 개별 검량 포인트의 편차는 검량 정밀도 평가에 사용합니다. 이 정밀도는 검량 표준물질 제조의 정확성 및 재현성은 물론, 사용한 원천 표준물질의 품질에 직접적인 영향을 받습니다.

검량선은 작업자의 숙련도 및 오류 가능성에 따라 정확도가 좌우되는 지루하고 시간 소모적인 피펫 단계를 포함한 수동 제조가 가장 일반적입니다. 또한, 작업자는 유해 화학물질에 노출될 수도 있습니다. 자동 분주 시스템은 이 과정의 작업자 오류를 제거하고, 검량 표준물질 제조의 정확성 및 정밀성을 보장합니다.

본 응용 자료는 검량 표준물질 수동 제조 검량선 대비 비슷하거나 보다 우수한 정밀도를 가지는 검량 표준물질 자동 제조를 위한 Agilent 7696A Sample Prep WorkBench의 유용성을 설명합니다. Polychlorinated biphenyls(PCBs) 검출에 대한 EPA 분석법 8082를 입증 방법으로 사용했습니다. 이 분석법은 검량선으로 재현 가능한 정량이 어려운 Aroclor라 불리는 PCB의 복잡한 혼합물 분석을 사용합니다.

자동 및 수동 방법으로 분석한 Aroclor 혼합물 세 개의 성분에 따라 달라진 검량선의 감응 계수(RF) 상대 표준편차를 얻었습니다. 그러나, 각 Aroclor 혼합물을 이용한 WorkBench는 수동 제조 검량선 보다 상한 및 하한 값 사이에 보다 균등하게 분포한 상대 표준편차(RSD)를 산출했습니다. Aroclor 혼합물 세 개에 대한 두 가지 방법의 평균 상대 표준편차는 거의 동일하였습니다.

실험

표준물질 및 시약

농약 등급 또는 그 이상, Hexane으로 검량 표준물질을 제조했습니다. Aroclor 1248 및 Aroclor 1016/1260 혼합물을 포함한 PCB Aroclor 혼합물 표준물질은 Restek에서 구입하였고, 각 농도는 1,000µg/mL였습니다. Tetrachloro-m-xylene(TCMX) 및 decachlorobiphenyl(DCB)의 농약 대체 표준물질 혼합물 또한, Restek에서 구입하였습니다. 이 방법의 두 가지 대체 표준물질은 추출 및 cleanup 후 매질의 허용 가능한 회수율 보장을 위해 사용하였습니다. 각 Aroclor 혼합물 표준물질 및 대체 표준물질의 작업 용액은 hexane 10µg/mL로 만들었습니다. 이것은 hexane 희석으로 검량 표준물질을 제조하였습니다.

기기

검량 표준물질은 7696A Sample Prep WorkBench로 제조하였습니다. Agilent G1223A 전자 포획 검출기 및 Agilent 7673A 자동 시료 주입기를 갖춘 Agilent 5890 GC 시스템으로 시료 분석을 수행하였습니다. WorkBench 설정은 표 1과 같으며, GC/ECD 조건은 표 2에 나열되어 있습니다.

표 1. Agilent 7696A Sample Prep WorkBench 설정

전면 시료 처리기	500µL
후면 시료 처리기	100µL
가열기 설정값	50°C
가열기 오프셋	0°C
펌프 횟수	3
세척량	400µL
추출 속도	800(µL/분)
분주 속도	2,500(µL/분)
추출 니들 깊이 오프셋	0mm
점도 지연	2초
과충전	시린지 크기의 5%
공극	시린지 크기의 0%
시료 처리 계획	순차적

표 2. Agilent G1223A 전자 포획 검출기를 갖춘 Agilent 5890 GC 시스템의 분석 조건

GC	
컬럼	30m×0.53mm, 1.5µm 또는 30m×0.320mm, 0.5µm
운반 가스	헬륨(He)
컬럼 유량	5mL/분(일정 유속 5psi)
컬럼 온도 프로그램	120°C, 0분 9°C/분으로 300°C까지 10분 유지 총 분석 시간=30.00분
보충 가스	Nitrogen(N_2)
보충 유속	60mL/분
주입구 온도	250°C
검출기 온도 (ECD)	350°C
주입량	1µL
ECD	
보충 가스	N_2

Sample Prep WorkBench의 검량 표준물질 제조

WorkBench로 검량 표준물질을 순차적으로 제조하였습니다. 먼저, 다양한 양의 hexane을 바이알에 분주한 다음, 다양한 양의 PCB Aroclor 혼합물 표준물질 작업 용액 각각을 동일한 바이알에 분주하여, 각 바이알의 총 부피를 1mL로 만들고, 0.1~5µg/mL 농도 범위의 Aroclor 검량 표준물질 6~8개를 준비하였습니다. 시린지는 각 분주 단계 사이에 hexane 400µL로 헹구었습니다.

결과 및 토의

검량선

PCB Aroclor 혼합물(1248 및 1016/1260)의 GC 분석은 매우 복잡한 크로마토그램을 나타냅니다(그림 1). 피크 6개(1248 및 1016) 또는 8개(1260)를 다양한 머무름 시간에서 정량하고 Aroclors 1~8(예: 1260-1~1260-8)로 지정하였습니다. 수동 방법 또는 Sample Prep WorkBench 자동 방법으로 이러한 Aroclors 6~8개 각각에 대한 검량선을 구성하였고, Aroclor 혼합물 농도 범위는 0.1~5µg/mL였습니다. WorkBench를 사용한 Aroclor 1248의 대표적인 검량선은 뛰어난 직선성을 보이내며, 상관 계수(R^2) ≥ 0.996입니다(그림 2).

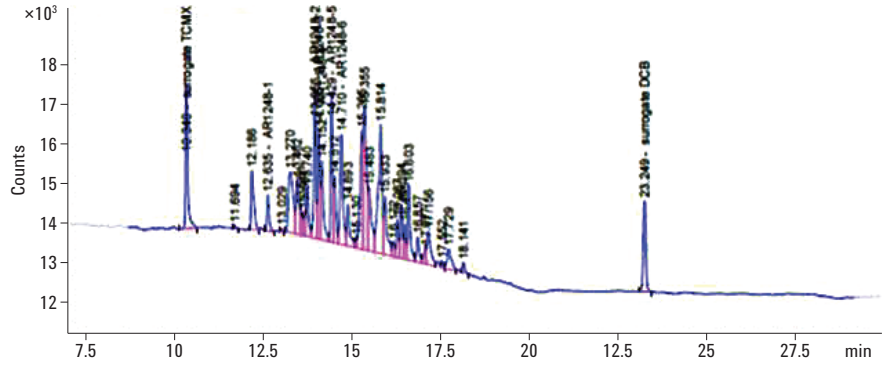

그림 1. Aroclor 혼합물 1248의 복잡한 GC/ECD 크로마토그램, 많은 수의 피크를 보이며, 이 중 6개 피크를 분석에 사용하였습니다.

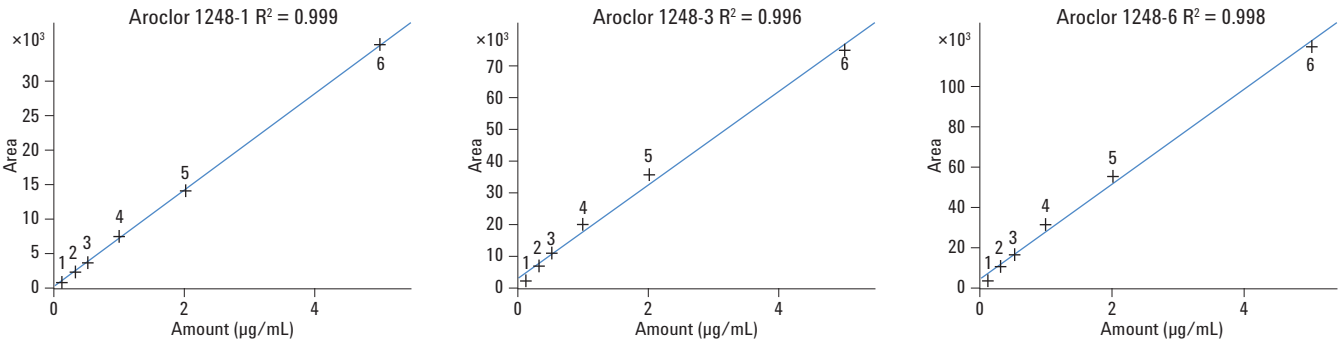

그림 2. Aroclor 1248 혼합물의 arocols 1, 3 및 6에 대한 검량선, 0.1~5µg/mL, Agilent 7696A Sample Prep WorkBench로 제조하였습니다.

각 Aroclor의 모든 6가지 농도에 대한 평균 감응 계수, 표준 편차 및 상대표준편차(RSD)는 표 3, 상단 패널과 같습니다.

수동 제조 검량선의 Aroclor 1248 값은 WorkBench 자동 방법의 검량 표준물질 값과 유사했습니다. 이러한 검량선의 R^2 값은 0.996 보다는 컸지만, 0.998보다 큰 값은 없었습니다. 각 Aroclor의 모든 6가지 농도에 대한 평균 감응 계수, 표준편차 및 RSD는 표 3, 하단 패널에 표시되어 있습니다.

표 3. Aroclor 1248 혼합물의 Aroclors 1~6에 대한 검량 표준물질의 감응 계수

WorkBench

농도(µg/mL)	TCMX	Aroclor-1	Aroclor-2	Aroclor-3	Aroclor-4	Aroclor-5	Aroclor-6	DCB
0.1	1.43215E-06	0.000124348	3.34E-05	4.91E-05	4.94E-05	3.44E-05	3.19E-05	1.57391E-06
0.3	1.25158E-06	0.000130367	3.03E-05	4.37E-05	4.19E-05	3.31E-05	2.84E-05	1.67674E-06
0.5	1.33151E-06	0.000134148	3.23E-05	4.67E-05	4.52E-05	3.46E-05	3.07E-05	1.73147E-06
1	1.41408E-06	0.000135217	3.45E-05	4.94E-05	4.90E-05	3.66E-05	3.22E-05	1.78062E-06
2	1.51853E-06	0.000141773	3.92E-05	5.55E-05	5.64E-05	4.10E-05	3.60E-05	1.87008E-06
5	1.76904E-06	0.00014069	4.78E-05	6.63E-05	6.66E-05	4.90E-05	4.14E-05	2.08277E-06
Ave RF	1.4528E-06	1.3442E-04	3.6241E-05	5.1777E-05	5.1408E-05	3.8113E-05	3.3437E-05	1.7859E-06
Std Dev	1.7970E-07	6.5109E-06	6.3911E-06	8.1325E-06	8.8612E-06	5.9938E-06	4.6388E-06	1.7610E-07
%RSD	**12.37**	**4.84**	**17.64**	**15.71**	**17.24**	**15.73**	**13.87**	**9.86**

수동

농도(µg/mL)	TCMX	Aroclor-1	Aroclor-2	Aroclor-3	Aroclor-4	Aroclor-5	Aroclor-6	DCB
0.1	1.10636E-06	8.11997E-05	2.55E-05	3.86E-05	3.92E-05	3.18E-05	3.01E-05	1.25924E-06
0.3	8.95034E-07	0.00010468	2.27E-05	3.39E-05	2.75E-05	2.37E-05	1.97E-05	1.1264E-06
0.5	9.39757E-07	0.00011502	2.51E-05	3.67E-05	2.98E-05	2.66E-05	2.18E-05	1.0728E-06
1	1.03707E-06	0.000118838	2.92E-05	4.16E-05	3.70E-05	3.04E-05	2.58E-05	1.09724E-06
2	1.15416E-06	9.96355E-05	3.16E-05	4.45E-05	4.03E-05	3.29E-05	2.75E-05	1.34211E-06
3	1.24793E-06	0.000103842	3.41E-05	4.78E-05	4.42E-05	3.52E-05	2.94E-05	1.28206E-06
Ave RF	1.0634E-06	1.0387E-04	2.8028E-05	4.0504E-05	3.6329E-05	3.0115E-05	2.5727E-05	1.1966E-06
Std Dev	1.3301E-07	1.3273E-05	4.3373E-06	5.1628E-06	6.4287E-06	4.2278E-06	4.1752E-06	1.1183E-07
%RSD	**12.51**	**12.78**	**15.47**	**12.75**	**17.70**	**14.04**	**16.23**	**9.35**

두 가지 대체 표준물질(TCMX 및 DCB) 또한 표기하였습니다.

Ave RF=평균 감응 계수

Std Dev=표준편차

RSD=상대 표준편차

WorkBench를 이용한 Aroclor 혼합물 1016 및 1260에 대한 대표적인 검량선은 우수한 직선성을 나타내며, $R^2 \geq 0.996$입니다(그림 3 및 4).

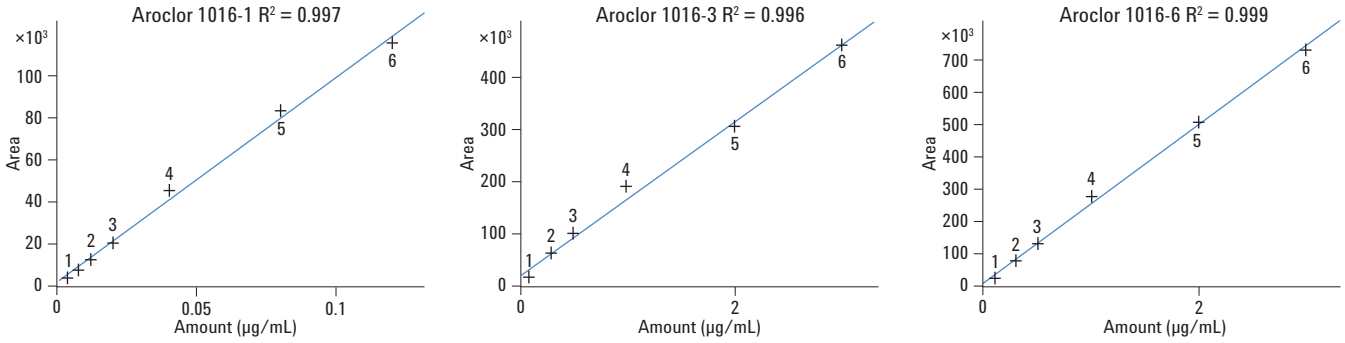

그림 3. Aroclor 1016 혼합물의 aroclors 1, 3 및 6에 대한 검량선, 0.1~5µg/mL, Agilent 7696A Sample Prep WorkBench로 제조하였습니다.

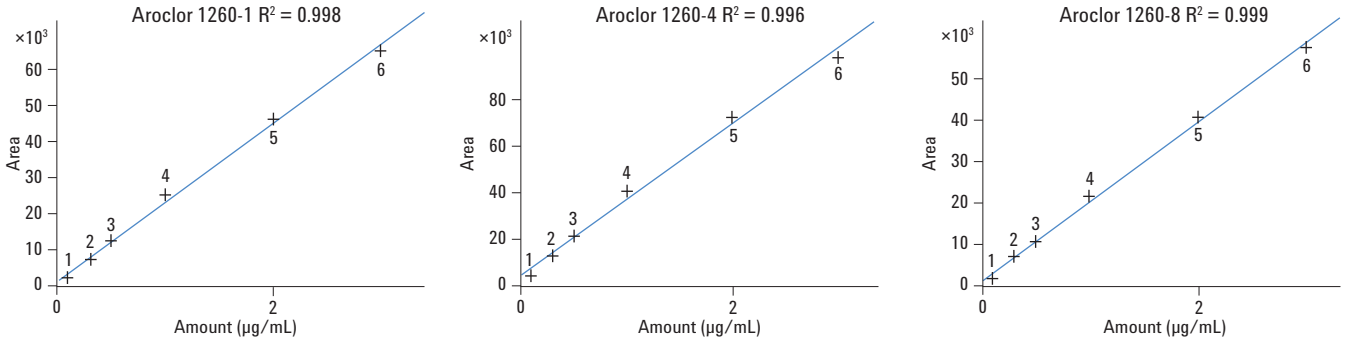

그림 4. Aroclor 1260 혼합물의 aroclors 1, 4 및 8에 대한 검량선, 0.1~5µg/mL, Agilent 7696A Sample Prep WorkBench로 제조하였습니다.

각 Aroclor의 모든 6가지 농도에 대한 평균 감응 계수,
표준편차(RFs) 및 RSD는 표 4와 같습니다.

표 4. Aroclor 혼합물 1016 및 1260의 Aroclors 1~6 및 1~8에 대한 WorkBench 검량 표준물질의 감응 계수

WorkBench

1016

농도(µg/mL)	TCMX	Aroclor-1	Aroclor-2	Aroclor-3	Aroclor-4	Aroclor-5	Aroclor-6	DCB
0.1	1.09445E-06	2.74456E-05	2.28849E-05	5.75766E-05	5.71135E-05	5.81004E-05	4.10239E-05	1.44807E-06
0.3	9.52E-07	2.78E-05	1.99E-05	4.82E-05	4.60E-05	4.60E-05	3.83E-05	1.45E-06
0.5	9.68E-07	3.10E-05	2.04E-05	4.97E-05	4.58E-05	4.50E-05	3.81E-05	1.47E-06
1	8.8216E-07	3.08E-05	2.07E-05	5.24E-05	4.42E-05	4.20E-05	3.60E-05	1.47E-06
2	9.57521E-07	3.40E-05	2.87E-05	6.52E-05	4.91E-05	4.77E-05	3.97E-05	1.57E-06
5	1.03499E-06	3.71E-05	2.57E-05	6.49E-05	5.18E-05	4.48E-05	4.14E-05	1.72E-06
Ave RF	9.8146E-07	3.1362E-05	2.3043E-05	5.6327E-05	4.9005E-05	4.7284E-05	3.9079E-05	1.5222E-06
Std Dev	7.3673E-08	3.7056E-06	3.5002E-06	7.4917E-06	4.8076E-06	5.6146E-06	2.0134E-06	1.0563E-07
%RSD	**7.51**	**11.82**	**15.19**	**13.30**	**9.81**	**11.87**	**5.15**	**6.94**

1260

농도(µg/mL)	Aroclor-1	Aroclor-2	Aroclor-3	Aroclor-4	Aroclor-5	Aroclor-6	Aroclor-7	Aroclor-8
0.1	4.40825E-05	1.88138E-05	1.61092E-05	2.13873E-05	2.50066E-05	3.08609E-05	5.81754E-05	5.82256E-05
0.3	3.93E-05	1.84E-05	1.73E-05	2.30E-05	2.93E-05	2.66E-05	4.18E-05	4.28E-05
0.5	3.96E-05	1.87E-05	1.73E-05	2.30E-05	2.73E-05	3.11E-05	5.18E-05	4.72E-05
1	3.95E-05	1.95E-05	1.78E-05	2.43E-05	2.87E-05	3.06E-05	5.10E-05	4.64E-05
2	4.36E-05	2.21E-05	1.98E-05	2.75E-05	3.21E-05	3.25E-05	5.48E-05	4.92E-05
5	4.61E-05	2.44E-05	2.17E-05	3.04E-05	3.54E-05	3.55E-05	6.02E-05	5.23E-05
Ave RF	4.2033E-05	2.0320E-05	1.8331E-05	2.4937E-05	2.9643E-05	3.1183E-05	5.2961E-05	4.9342E-05
Std Dev	2.9364E-06	2.3906E-06	2.0451E-06	3.3799E-06	3.6551E-06	2.8742E-06	6.5123E-06	5.3518E-06
%RSD	**6.99**	**11.76**	**11.16**	**13.55**	**12.33**	**9.22**	**12.30**	**10.85**

두 가지 대체 표준물질(TCMX 및 DCB) 또한 표기하였습니다.

Ave RF=평균 감응 계수

Std Dev=표준편차

RSD=상대표준편차

수동 제조 검량선의 Aroclor 혼합물 1016 및 1260에 대한 RF %RSD 값은 WorkBench 자동 방법의 검량 표준물질 값과 유사하며, $R^2 \geq 0.996$였습니다. 각 Aaroclor의 모든 6가지 농도에 대한 평균 감응 계수, 표준편차 및 RSD는 표 5와 같습니다.

표 5. Aroclor 혼합물 1016 및 1260의 Aroclors 1~6 및 1~8에 대한 수동 검량 표준물질의 감응 계수

수동				1016				
농도(µg/mL)	**TCMX**	**Aroclor-1**	**Aroclor-2**	**Aroclor-3**	**Aroclor-4**	**Aroclor-5**	**Aroclor-6**	**DCB**
0.1	1.11553E-06	3.64871E-05	2.39579E-05	8.11532E-05	5.45518E-05	0.000054662	4.80671E-05	1.58306E-06
0.3	1.28E-06	4.01E-05	2.44E-05	5.12E-05	5.72E-05	5.65E-05	4.80E-05	1.52E-06
0.5	1.29E-06	4.00E-05	2.57E-05	5.85E-05	5.83E-05	5.83E-05	4.94E-05	1.54E-06
1	1.32786E-06	4.50E-05	2.93E-05	6.74E-05	6.30E-05	5.75E-05	5.17E-05	1.77E-06
2	1.3179E-06	4.57E-05	3.10E-05	7.99E-05	6.50E-05	6.26E-05	5.31E-05	1.77E-06
5	1.40561E-06	4.84E-05	3.35E-05	8.36E-05	6.72E-05	6.48E-05	5.49E-05	1.88E-06
Ave RF	1.2897E-06	4.2602E-05	2.7978E-05	7.0284E-05	6.0885E-05	5.9074E-05	5.0861E-05	1.6740E-06
Std Dev	9.6034E-08	4.4550E-06	3.8891E-06	1.3422E-05	4.9413E-06	3.8567E-06	2.8387E-06	1.4853E-07
%RSD	**7.45**	**10.46**	**13.90**	**19.10**	**8.12**	**6.53**	**5.58**	**8.87**

				1260				
농도(µg/mL)	**Aroclor-1**	**Aroclor-2**	**Aroclor-3**	**Aroclor-4**	**Aroclor-5**	**Aroclor-6**	**Aroclor-7**	**Aroclor-8**
0.1	5.78262E-05	2.29653E-05	1.91661E-05	3.30329E-05	3.67605E-05	4.15603E-05	8.89391E-05	7.69059E-05
0.3	4.86E-05	2.03E-05	1.72E-05	2.80E-05	3.21E-05	3.74E-05	7.68E-05	7.15E-05
0.5	5.03E-05	2.19E-05	1.87E-05	3.07E-05	3.56E-05	3.77E-05	7.66E-05	7.13E-05
1	5.81E-05	2.67E-05	2.30E-05	3.91E-05	4.62E-05	4.33E-05	8.80E-05	8.07E-05
2	5.85E-05	2.78E-05	2.33E-05	3.93E-05	4.47E-05	4.26E-05	8.69E-05	7.90E-05
5	5.85E-05	2.97E-05	2.47E-05	4.22E-05	4.75E-05	4.42E-05	7.08E-05	8.19E-05
Ave RF	5.5295E-05	2.4908E-05	2.0984E-05	3.5391E-05	4.0480E-05	4.1126E-05	8.1343E-05	7.6899E-05
Std Dev	4.5364E-06	3.7082E-06	3.0355E-06	5.6087E-06	6.4463E-06	2.9098E-06	7.5718E-06	4.5555E-06
%RSD	**8.20**	**14.89**	**14.47**	**15.85**	**15.92**	**7.08**	**9.31**	**5.92**

두 가지 대체 표준물질(TCMX 및 DCB) 또한 표기하였습니다.

Ave RF=평균 감응 계수

Std Dev=표준편차

RSD=상대 표준편차

WorkBench와 수동 제조 비교

본 시험에서 RSD 비교에 대한 놀라운 결과는 Aroclor 혼합물의 복잡한 특성에도 불구하고 WorkBench와 수동 방법이 매우 유사하다는 것입니다. 각 Aroclor 혼합물 성분에서, 약 절반의 RSD는 WorkBench 사용 시 더 낮았고, 나머지 절반은 수동 제조 시 더 낮았습니다(표 3, 4). 몇 가지 경우에서 이러한 차이는 컸지만(예. Aroclor 1248 혼합물의 aroclor-1), 세 가지 Aroclor 혼합물의 모든 aroclor 성분으로 계산한 평균 RSD는 Aroclor 혼합물 세 개 모두에서 0.6% 미만으로 변하였습니다(표 5). 분명히, Sample Prep WorkBench는 지루하고 시간 소모적인 수동 작업을 제거하면서 수동 제조와 거의 동일한 정밀도를 산출하는 검량 표준물질 제조의 실행 가능한 대안입니다.

결론

정확하고 정밀한 검량 표준물질 제조는 모든 분석 실험실에서 절대적으로 필요합니다. 이것은 환경 실험실의 EPA 분석법에 특히 중요합니다. 분석법 8082는 PCB 혼합물의 복잡한 특성과 그에 따른 복잡한 크로마토그램으로 인해 매우 어려운 문제입니다. Agilent Sample Prep WorkBench는 검량 표준물질 제조에 대한 수동 방법과 유사한 정밀도를 제공하여, 시간 소모적인 수동 작업과 작업자 오류 가능성을 제거하여 복잡한 분석에 필요한 재현성을 제공합니다.

자세한 정보

본 데이터는 일반적인 결과를 나타냅니다.
애질런트 제품과 서비스에 대한 보다 자세한 정보는 www.agilent.com/chem을 방문하십시오.

표 5. Agilent 7696A Sample Prep WorkBench와 수동 검량 표준물질 제조를 이용한 세 가지 Aroclor 혼합물의 모든 Aroclors에 대한 평균 감응계수 RSD 비교

Aroclor 혼합물	**1248**		**1016**		**1260**	
검량 표준물질 제조방법	**WorkBench**	**수동**	**WorkBench**	**수동**	**WorkBench**	**수동**
평균 %RSDs	13.41	13.85	10.57	10.00	11.02	11.46

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 6월 25일, 한국에서 인쇄
5991-0646KO

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

Agilent Technologies