

Agilent Hydroinert EI source가 장착된 7000E GC/TQ와 수소 이동상 가스를 활용한 국내 잔류농약 분석법 검증

저자

강성훈, 김병호
한국애질런트테크놀로지스(주)

개요

헬륨은 비활성 특성과 우수한 분리 성능으로 인해 GC/MS 분석에서 가장 널리 사용되는 이동상 가스이지만, 제한적인 생산 구조와 반복적인 공급 불안정으로 인해 분석 비용 증가 및 실험 일정 지연과 같은 문제가 지속적으로 발생하고 있습니다. 이러한 환경 변화에 따라, 헬륨을 대체할 수 있는 이동상 가스에 대한 요구가 점차 증가하고 있습니다. 이 가운데 수소는 빠른 선형 속도와 낮은 점도를 지니고 있어 분석 시간을 단축하면서도 우수한 분리 효율을 유지할 수 있는 이동상 가스로 주목받고 있습니다. 다만, 수소는 반응성이 높은 가스로서 GC/MS 시스템 내 이온 소스에서 이온화 효율 저하나 원치 않는 부반응을 유발할 가능성이 있어, 이를 안정적으로 제어할 수 있는 이온 소스 기술이 필수적입니다.

본 연구에서는 수소 이동상에서도 분석 안정성을 유지하도록 설계된 Agilent Hydroinert EI Source가 장착된 Agilent 7000E GC/TQ 시스템을 이용하여, 수소 이동상 가스를 활용한 국내 잔류농약 분석법의 적용 가능성과 분석 성능을 평가하였습니다. 분석 대상으로는 MFDS 및 NAQS에 등재된 잔류농약 성분을 대상으로 검량직선성(R^2), 반복재현성(%RSD), 회수율(%)을 검증하였으며, 검증결과 수소 이동상 조건에서도 우수한 직선성(MFDS, NAQS $R^2 \geq 0.99$), 안정적인 % RSD(MFDS 1.2-10%, NAQS 1.4-15%), 높은 회수율(%) (MFDS, NAQS 평균 104.6%, 101.3%)을 확인하였습니다. 또한 수소의 빠른 선형 속도를 활용하여 기존 대비 분석 시간을 크게 단축할 수 있었으며, 이를 통해 수소 이동상 가스가 헬륨 기반 분석법을 충분히 대체할 수 있는 효과적인 대안임을 검증하였습니다.

서론

Gas Chromatography/Mass Spectrometry(GC/MS)는 복잡한 매트릭스 내에 존재하는 다양한 유기 화합물을 분리·정량하기 위한 핵심 분석 기술로, 높은 감도와 넓은 동적 범위, 우수한 재현성을 바탕으로 식품, 환경 및 농약 분석 분야에서 널리 활용되고 있습니다. GC 분석에서 이동상 가스는 분리 효율과 분석 시간에 직접적인 영향을 미치는 중요한 요소로, 일반적으로 헬륨이나 질소와 같은 비활성 가스가 사용됩니다.

특히 헬륨은 비반응성과 높은 안정성을 기반으로 GC/MS 시스템에서 표준 이동상 가스로 가장 널리 사용되어 왔습니다. 그러나 헬륨은 자연 자원이 제한적이며 특정 지역에 생산이 집중되어 있어, 전 세계적으로 공급 불안정이 반복되고 있습니다. 이로 인해 분석 비용 상승과 실험 일정 지연 등 실무적인 어려움이 지속적으로 발생하고 있습니다.

이러한 문제를 해결하기 위한 방안으로 가스 절약 모드 적용이나 대체 이동상 가스 도입 등이 제시되고 있으며, 그 중에서도 수소 이동상 가스의 적용 가능성에 대한 관심이 증가하고 있습니다. 수소는 점도가 낮고 Van Deemter 곡선에서 높은 선속도 조건에서도 낮은 이론단 높이(H)를 갖기 때문에, 빠른 분석 조건에서도 우수한 분리 성능을 유지할 수 있는 장점을 지니고 있습니다.

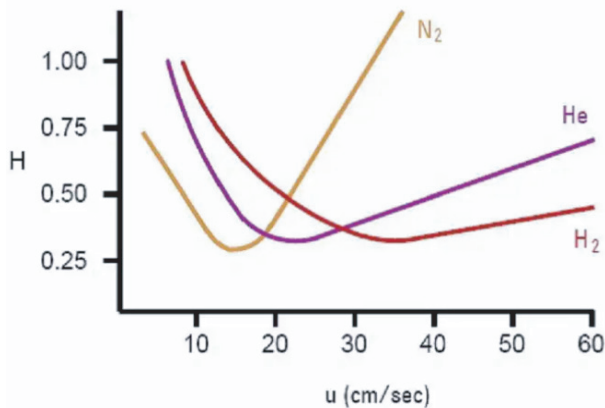


그림 1. 각 가스별 Van Deemter 곡선.

그러나 수소는 반응성이 높은 가스로, GC/MS 이온 소스 내부에서 의도치 않은 화학 반응이 발생할 수 있으며 이는 감도 저하, 이온화 효율 변화, 분석 신뢰도 저하로 이어질 수 있습니다. 이러한 한계를 극복하기 위해 개발된 Agilent Hydroinert EI Source는 수소 이동상에서의 이온화 안정성을 향상시키고, 소스 내부에서 발생할 수 있는 부반응을 최소화하도록 설계되었습니다.

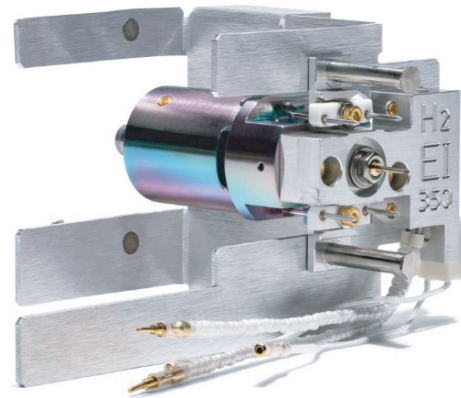


그림 2. Agilent Hydroinert Source.

본 응용 자료에서는 Hydroinert EI Source가 장착된 Agilent 7000E GC/TQ 시스템을 이용하여 MFDS 및 NAQS에 등재된 잔류농약 분석법에 수소 이동상 가스를 적용하고, 그 기술적 타당성과 분석 성능을 평가하였습니다. 이를 통해 헬륨 부족에 대한 대안으로 안정적이고 효율적인 수소 이동상 대체에 대한 유용한 정보를 제공하고자 합니다.

실험

시약 및 표준물질

본 실험에 사용된 모든 시약은 잔류농약 시험용 등급(J. T. Baker, U.S.A)을 사용하였습니다. 표준물질은 혼합 표준품 형태로 공인 기관에서 안정성이 확인된 제품을 사용하였으며, 검량선 작성을 위한 표준물질은 잔류농약 공정시험법에 따라 추출한 포도 매질추출액으로 희석하여 사용하였습니다. 매질추출액으로 조제된 표준물질의 농도를 표 1에 표시하였습니다.

표 1. 매질 별 시료 정보 및 농도.

MFSD	NAQS
5ppb: 포도 매질추출액 180μL + 273종 혼합표준품 50ppb 20μL	5ppb: 포도 매질추출액 180μL + 273종 혼합표준품 50ppb 20μL
10ppb: 포도 매질추출액 180μL + 273종 혼합표준품 100ppb 20μL	10ppb: 포도 매질추출액 180μL + 273종 혼합표준품 100ppb 20μL
20ppb: 포도 매질추출액 180μL + 273종 혼합표준품 200ppb 20μL	20ppb: 포도 매질추출액 180μL + 273종 혼합표준품 200ppb 20μL
50ppb: 포도 매질추출액 180μL + 273종 혼합표준품 500ppb 20μL	50ppb: 포도 매질추출액 180μL + 273종 혼합표준품 500ppb 20μL
100ppb: 포도 매질추출액 180μL + 273종 혼합표준품 750ppb 20μL	100ppb: 포도 매질추출액 180μL + 273종 혼합표준품 750ppb 20μL
150ppb: 포도 매질추출액 180μL + 273종 혼합표준품 750ppb 20μL	

사용기기 및 분석조건

잔류농약 성분의 빠르고 안정적인 분리를 위하여 Agilent 8890 GC와 Agilent 7000E Triple Quadrupole MS를 사용하였습니다. 수소 이동상 가스의 공급은 PEAK Scientific사의 PHT-250 CC 수소발생기를 사용하였습니다. 수소는 높은 선속도 조건에서도 헬륨 대비 낮은 이론단 높이를 갖기 때문에 짧고 좁은 컬럼에서도 동일한 분리도를 구현할 수 있는 장점을 지니고 있습니다. 이에 따라 기존 공정시험법에 사용되는 HP-5 MS UI(30m × 0.25mm × 0.25μm) 컬럼과 유사한 분리도를 확보하면서 분석 시간을 단축할 수 있는 HP-5 MS UI(20m × 0.18mm × 0.18μm) 컬럼을 사용하였습니다. 각 잔류농약 성분의 분석에는 전자 이온화(EI) 방식을 적용하였으며, 각 화합물당 2개 이상의 MRM transition을 설정하여 정량 분석을 수행하였습니다. 분석에 사용된 8890 GC 및 7000E MS의 상세 기기 조건을 표 2와 3에 표시하였습니다.

표 2. Agilent 8890 GC 분석조건.

Agilent 8890 GC			
파라미터	값		
기기	Agilent 8890 가스 크로마토그래피		
주입구	250°C		
주입모드	Pulsed Splitless 30 psi Until 0.8 min 100 mL/min at 0.8 min		
라이너	Agilent 5190-2293 (900μL, splitless, single taper, Ultra)		
주입량	1 μL		
컬럼	HP-5 MS UI(20m X 0.18mm X 0.18μm)		
유량	1mL/min (Constant Flow, H2)		
오븐	Rate (°C/min)	Value (°C)	Hold time (min)
		60/90	0
	40	180	0
	10	300	5
Post run: 310°C(1.5min) * NAQS분석 시 초기온도 90°C 사용.			

표 3. Agilent 7000E Triple Quadrupole 조건.

파라미터	값
기기	Agilent 7000E MSD
이온소스	전자충격 이온화(EI)
전자에너지	70 eV
이온 소스 온도	280°C
사중극자 온도	150°C
검출기 설정	Use Gain Factor (Gain factor 20)
수집 모드	dMRM

결과

검량직선성 R² 확인

수소 이동상 가스를 활용한 MFDS 및 NAQS 잔류농약 분석법에 대해 검량직선성(R²)을 평가한 결과, 모든 잔류농약 성분에서 R² ≥ 0.99의 우수한 직선성을 확인하였습니다. 이는 MFDS 및 NAQS에서 요구하는 분석법 검증 기준(R² ≥ 0.98)을 충분히 만족하는 결과로, 수소 이동상 조건에서도 헬륨 이동상 분석과 동등한 정량 신뢰도를 확보할 수 있음을 의미합니다.

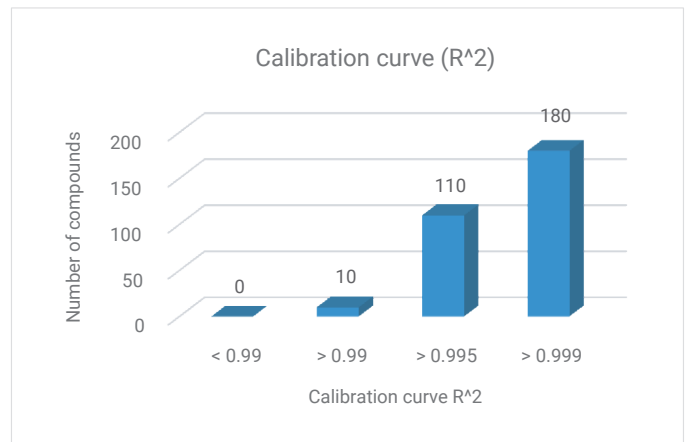


그림 3. 수소 이동상 가스를 이용한 잔류농약 분석 검량선 (MFDS).

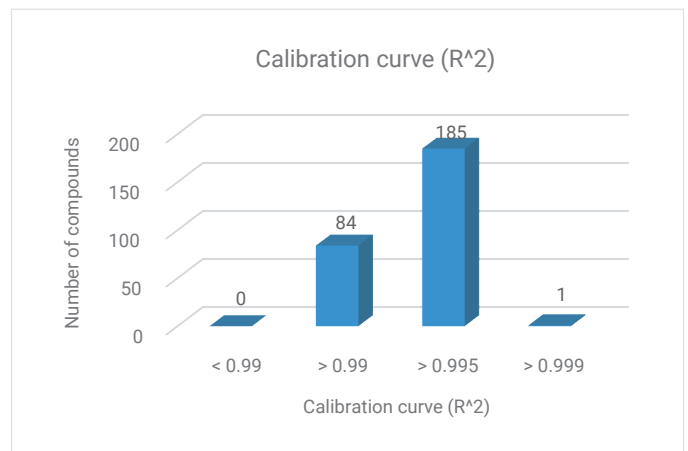


그림 4. 수소 이동상 가스를 이용한 잔류농약 분석 검량선 (NAQS).

반복재현성 (% RSD) 확인

반복재현성(% RSD)은 각 기관별 분석법의 검량 기준에 따라 10ng/mL 농도를 8번 반복 분석하여 MassHunter Quantitative analysis software를 이용하여 산출하였습니다. 산출결과 몇몇 개별 정량 성분을 제외한 거의 모든 잔류농약 성분들이 10%이하의 % RSD로 확인하였습니다. 전반적인 결과는 MFDS 및 NAQS의 분석법 검증 기준을 만족하였으며, 수소 이동상 조건에서도 안정적인 정밀도를 확인할 수 있었습니다.

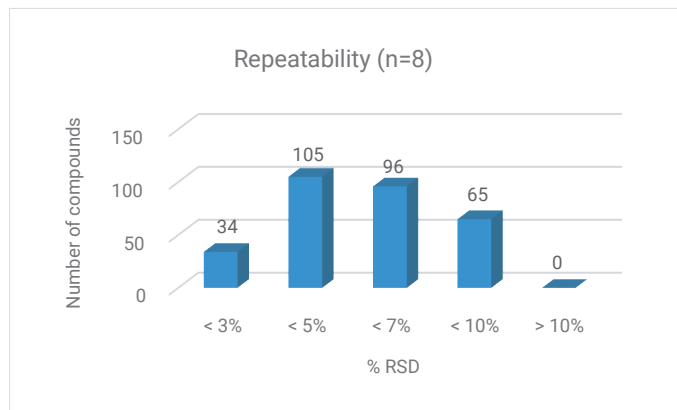


그림 5. 수소 이동상 가스를 이용한 잔류농약 반복재현성 (MFDS).

회수율 확인

회수율 평가는 저농도(10ng/mL), 중농도(50ng/mL), 고농도 (100ng/mL) 조건에서 각각 3회 반복 분석하여 평균값으로 산출하였습니다. 그 결과 MFDS 항목은 102.1-108.6%, NAQS 항목은 89.6-110.2%의 회수율을 확인하였습니다. 이는 국내 잔류농약 분석에서 일반적으로 적용되는 적합 기준(70-120%)을 충분히 만족하였으며, 수소 이동상 조건에서도 안정적인 회수율을 확인할 수 있었습니다.

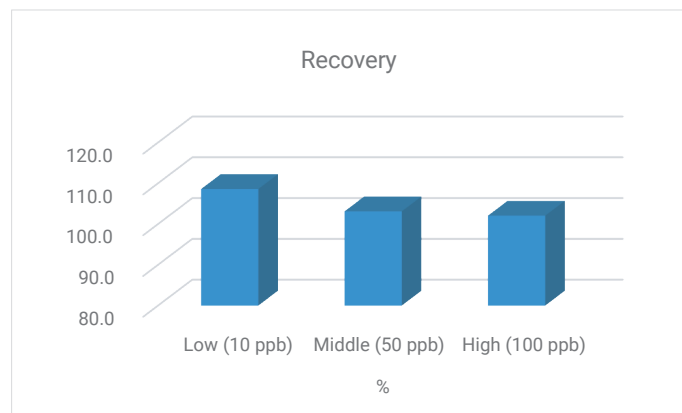


그림 7. 수소 이동상 가스를 이용한 잔류농약 회수율 테스트 (MFDS).

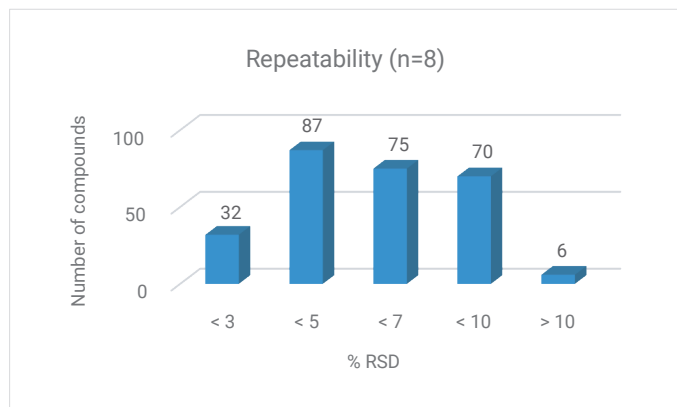


그림 6. 수소 이동상 가스를 이용한 잔류농약 반복 재현성 (NAQS).

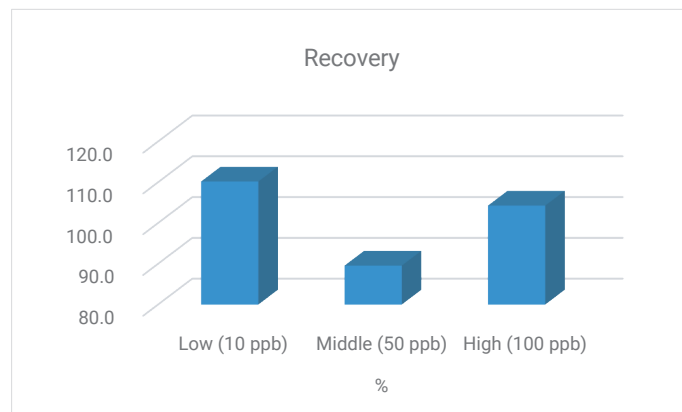


그림 8. 수소 이동상 가스를 이용한 잔류농약 회수율 테스트 (NAQS).

이동상 가스별 크로마토그램 비교

헬륨가스와 수소가스를 이동상 가스로 이용하여 동일한 시료를 분석한 크로마토그램을 그림 9, 10에 표시하였습니다.

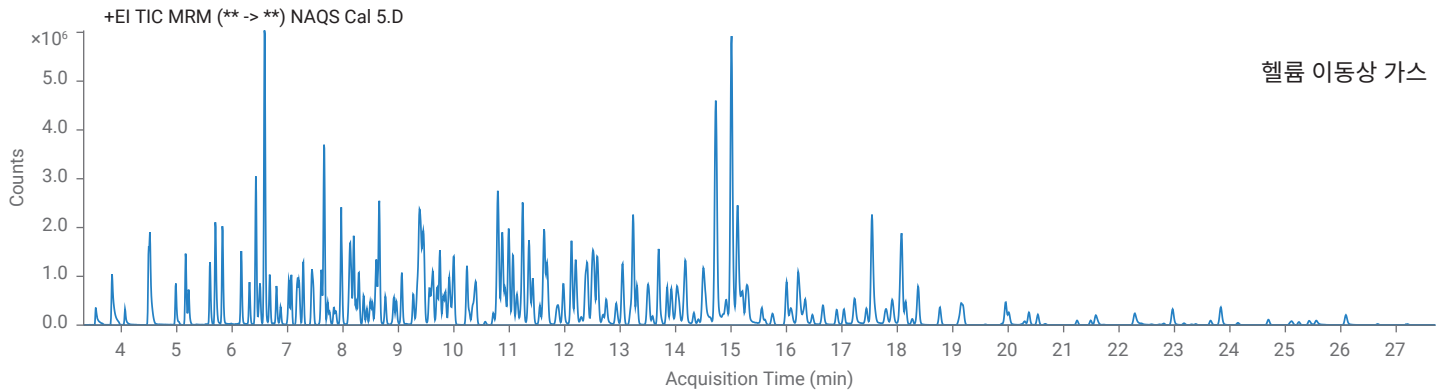


그림 9. 헬륨 이동상 가스를 이용한 NAQS 잔류농약 크로마토그램.

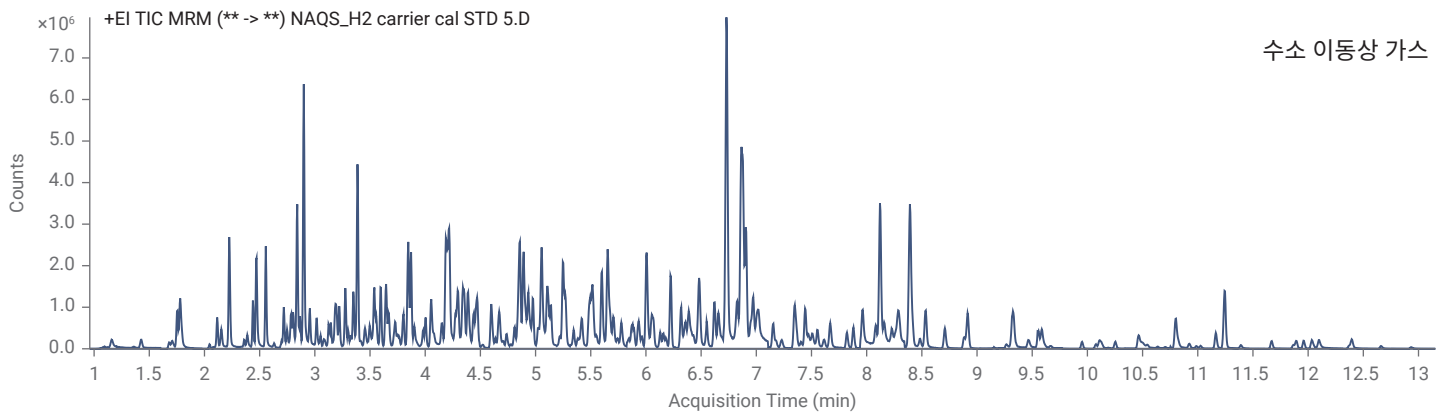


그림 10. 수소 이동상 가스를 이용한 NAQS 잔류농약 크로마토그램.

동일한 시료를 헬륨 및 수소 이동상 가스를 이용하여 비교한 결과, 헬륨 이동상에서는 잔류농약 피크가 약 27분대까지 넓게 분포한 반면, 수소 이동상에서는 모든 피크가 13분 이내에 검출되었습니다. 이와 같이 수소 가스를 이동상 가스로 적용함으로써 전체 분석 시간을 기존대비 약 2배 이상 단축할 수 있었습니다. 분석 시간의 단축에도 불구하고 피크 분리능과 피크 형태는 헬륨 이동상과 동등한 수준으로 유지되었는데, 이는 앞서 언급한 Van Deemter 이론에 따른 수소의 빠른 선속도 특성에 기인한 결과로, 전체 분석시간 단축을 통해 장비 가동시간을 효율적으로 줄이는 동시에 시료 처리량을 크게 향상시킬 수 있게 됩니다. 더불어 Agilent Jet Clean 기능과 유사하게 수소 가스는 자가 세정(Self Cleaning) 효과를 기대할 수 있어 장비 오염으로 인한 정지 시간(Downtime)을 줄이는 효과도 기대할 수 있습니다. 이처럼 수소 이동상 가스의 적용은 헬륨 이동상 가스 대비 잔류농약 분석 업무의 효율성과 생산성을 효과적으로 향상시킬 수 있을 것으로 기대됩니다.

결론

본 연구에서는 Agilent HydroInert EI Source가 장착된 Agilent 7000E GC/TQ 시스템을 이용하여 수소 이동상 가스를 활용한 MFDS 및 NAQS 잔류농약 분석법의 적용 가능성을 평가하였습니다.

검량직선성(R^2), 반복재현성(% RSD), 회수율(%) 분석 결과, 수소 이동상 조건에서 검량직선성은 MFDS 및 NAQS 모두 $R^2 \geq 0.99$ 의 높은 직선성을 나타냈습니다. 또한 반복재현성(% RSD)은 MFDS 1.2-10%, NAQS 1.4-15%로 안정적인 % RSD를 보였으며, 회수율 역시 MFDS 평균 104.6%, NAQS 평균 101.3%로 높은 회수율을 확인하였습니다. 이러한 결과를 통해 수소 이동상 가스를 이용한 분석법이 기존의 헬륨 기반 분석법을 충분히 대체할 수 있으며, 비용 절감과 분석 효율성 향상에 효과적인 대안임을 검증하였습니다.

특히 수소 이동상 가스를 적용함으로써 분석 시간을 기존 대비 2배 이상 단축할 수 있으며, 자가 세정(Self Cleaning) 효과를 기대할 수 있는데, 이는 시료 처리량 증가와 분석 비용 절감 효과, 장비 오염으로 인한 정지 시간(Downtime)을 줄일 수 있을 것으로 기대됩니다. 이러한 결과는 대량 분석이 요구되는 국내 잔류농약 분석 환경에서 수소 이동상 가스가 매우 효과적인 대안이 될 수 있음을 시사합니다.

참고 문헌

1. 식품공전 잔류농약 시험법 실무해설서 제6판, 2023.
2. 식품의 기준 및 규격 고시전문, 식품의약품안전처 공고 제2026-21호, 2026.
3. SANTE/11945/2015-Guidance document on analytical quality control and method validation procedures for pesticides residues analysis in food and feed. Supersedes SANCO/12571/2013, Implemented by 01/01/2016.
4. Analysis of Terpenes in Cannabis with Hydrogen Carrier Gas and the Agilent HydroInert Source on the Agilent 8890/5977C GC/MS, Agilent Technologies 응용 자료, 발행 번호 5994-6511EN, 2023.

<http://www.agilent.com/ko>

DE-013691

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

©Agilent Technologies, Inc. 2026
2026년 04월 01일, 한국에서 발행
5994-9142KOKR

한국에질런트테크놀로지스(주)
대한민국 서울특별시 서초구 강남대로 369,
DF타워 9층, 06621
전화: 82-80-004-5090 (고객지원센터)
팩스: 82-2-3452-2451
이메일: korea-inquiry_lsca@agilent.com