응용 자료

환경

플루오로텔로머 알코올 및 PFAS (Per- and polyfluoroalkyl substances)의 실내 공기 분석

극저온 환경이 필요 없는 열 탈착 GC/TQ 사용

저자

Jackie A. Whitecavage,
Kurt Thaxton 및
Robert Collins
GERSTEL, Inc.
Linthicum, MD, USA

Tarun Anumol
Agilent Technologies, Inc.

개요

Agilent 8890 GC와 Agilent 7000E GC/TQ를 사용하여 실내 공기 시료에서 플루오로텔로머 알코올(FTOH)을 분석합니다. GERSTEL TD 코어 시스템을 사용하면 주변 공기의 열 탈착(TD) 샘플링이 가능하고, GC/TQ 시스템은 이러한 복잡한 시료에 높은 선택성을 제공합니다. 4개의 표적 FTOH 화합물은 87.5-115.4%의 범위에서 양호한 회수율을 보였고, 상대 표준 편차(RSD)는 4.20-10.2% 사이였습니다. 다양한 장소에서 실내 공기 시료를 수집했습니다. 각 시료에서 최소한 하나의 FTOH 화합물이 검출되었습니다. 이러한 검출 빈도는 실내에서 낮은 농도의 FTOH에 장기간 노출될 경우 발생할 수 있는 공중보건 문제를 해결하기 위해 이와 같은 분석법이 필요함을 보여줍니다.

소개

FTOH는 더 큰 범주인 PFAS(Per- and polyfluoroalkyl substances)에 속합니다. FTOH 화합물은 주로 과불화옥탄산(PFOA) 및 과불화헥산산(PFHxA)을 포함하는 과불화카르복실산(PFCA)과 같은 PFAS 화합물의 전구체로 사용됩니다. FTOH 화합물은 발수 및 발유 특성으로 인해 다양한 산업용 원료로도 사용됩니다.

공기 중 PFAS의 존재는 새로운 우려 사항으로 떠오르고 있으며, 이로 인해 분석화학 분야에서 PFAS에 대한 공기 질 모니터링이 증가하고 있습니다. 미국 환경 보호청(EPA)의 기타 시험법 50(OTM-50)과 같은 기존 분석법은 고정형 오염원의 대기 배출물에서 휘발성 불소화합물과 단쇄 PFAS 화합물을 검출하는 데 사용됩니다.[1] 여러 가정 및 소비자용 제품에서 PFAS가 사용됨에 따라 PFAS에 대한 실내 공기 모니터링은 미래에 주요 관심 분야가 될 것으로 예상됩니다.

주변 및 실내 공기 중 휘발성 PFAS 농도가 낮을 수 있으므로 대량의 공기를 샘플링해야 합니다. 열 탈착은 공기를 흡착제가 채워진 튜브로 끌어들인 후 나중에 GC/MS를 사용하여 분석하는 방식으로, 대량 샘플링에 이상적인 기술입니다. 그러나 많은 양의 매트릭스도 튜브로 흡입되어 교차 오염과 분석 신호 간섭의 문제를 일으킬 수 있습니다. GC/TQ는 검출에 특이성을 더하는 동시에 이러한 간섭과 백그라운드 노이즈를 크게 줄입니다. 노이즈를 제거하면 검출 한계도 낮아지는데, 이는 공기 중 저농도의 PFAS를 측정하는 데 중요합니다.

이 응용 자료에서는 실내 공기 시료에서 FTOH를 측정하기 위한 열 탈착 GC/TQ 분석법을 소개합니다. 실제 실내 공기 시료의 성공적인 분석을 통해 분석법의 효과가 입증되었습니다.

실험

기기

Agilent 8890 GC와 Agilent 7000E GC/TQ를 이용하여 실내 공기 중 FTOH 분석을 수행했습니다. 이 시스템에는 주변 공기 분석에 최적화된 TD 샘플링을 위한 GERSTEL TD 코어 시스템이 장착되었습니다. 자세한 GC 및 MS 분석법 파라미터가 표 1-3에 나와 있습니다.

표 1. 실내 공기 중 FTOH를 분석하기 위한 Agilent 8890 GC 분석법 파라미터.

파라미터	값
분석 컬럼	Agilent J&W CP-Select 624 CB GC 컬럼, 60m × 0.25mm, 1.40µm(부품 번호 CP7413) **참고**: Agilent J&W DB-624 GC 컬럼도 이들 분석 물질을 동등한 성능으로 분리합니다.
CIS 주입구 모드	용매 배출(50mL/min), 20:1 분할
CIS 온도	10°C(0.2분), 12°C/s, 280°C(3분)
오븐 온도	50°C(1분), 15°C/min, 280°C(2분)
운반 가스	헬륨, 1mL/min의 일정 유속
MS 이송 라인 온도	280°C
실행 시간	18분

표 2. 실내 공기 중 FTOH를 분석하기 위한 Agilent 7000E GC/TQ 소스 분석법 파라미터.

파라미터	값
이온화원 온도	280°C
사중극자 온도	150°C
이온화	전자 이온화(EI) 모드
EMV 모드	게인 계수
게인 계수	10
용매 지연	1분
스캔 유형	MRM
데이터 속도	3 주기/초

표 3. 실내 공기 중 FTOH 분석을 위한 Agilent 7000E GC/TQ 다중 반응 모니터링(MRM) 수집 방법 파라미터.

화합물	시간 세그먼트 (분)	측정 시간 (ms)	정량 이온		정성 이온 1		정성 이온 2	
			(*m/z*)	CE(eV)	(*m/z*)	CE(eV)	(*m/z*)	CE(eV)
4:2 FTOH	3.0	50	244 → 127	10	95 → 69	15	127 → 77	15
6:2 FTOH	10.5	50	344 → 127	10	95 → 69	15	127 → 77	15
8:2 FTOH	11.6	25	444 → 127	10	95 → 69	15	127 → 77	15
10:2 FTOH	12.5	25	544 → 127	10	95 → 69	15	127 → 77	15
10:2 FTOH [M + 4]	12.5	25	129 → 79	20	515 → 96	15	548 → 129	5

표준물질

4:2 FTOH, 6:2 FTOH, 8:2 FTOH 및 10:2 FTOH는 AccuStandard (New Haven, CT)에서 구입했습니다. 10:2 FTOH [M + 4]는 Wellington Laboratories(Guelph, ON, Canada)에서 구입했습니다.

TD 튜브 표준물질 전처리

10µL 시린지를 사용하여 3µL의 검량 용액과 내부 표준물질을 컨디셔닝된 TD 튜브에 스파이킹했습니다. 건조 질소를 3분 동안 40mL/min의 유량으로 튜브에 통과시켰습니다.

시료 전처리

10µL 시린지를 사용하여 3µL의 내부 표준물질을 컨디셔닝된 TD 튜브에 스파이킹했습니다. 컨디셔닝된 PFAS 전용 TD 3.5+ 튜브를 SKC Pocket Pump TOUCH 샘플링 펌프에 부착된 삼중 조절 가능 저유량 튜브 홀더에 연결했습니다. 24시간 동안 40mL/min의 유속으로 TD 3.5+ 튜브를 통해 시료를 수집했습니다.

시료 주입

300°C에서 3분 동안 50mL/min의 헬륨 유속으로 비분할 모드에서 시료를 탈착시켰습니다. 분석 물질은 Tenax TA가 채워진 라이너가 있는 GERSTEL 냉각 주입 시스템 CIS 4 주입구에서 10°C로 포집되었습니다. 탈착이 완료되면 주입구를 3분 동안 280°C로 빠르게 가열하여 분할(10:1) 모드에서 분석 물질을 컬럼으로 옮겼습니다.

결과 및 토의

4개의 표적 화합물에 대한 검량 데이터를 생성하기 위해 FTOH 표준물질을 사용했습니다. 분석 물질은 0.075-15ng/튜브 사이의 농도에서 측정했습니다. 단순화를 위해, 기기 검출 한계는 가장 낮은 검량 농도보다 10배 더 낮은 것으로 추정했습니다. 검량 결과를 표 4에 나타내었습니다.

표 4. 4개의 대상 FTOH 화합물에 대한 검량선 통계(n = 7; N = 21; 범위 = 0.075-15ng/튜브).

화합물	검량		기기 검출 한계 (ng/튜브)
	상대 감응 계수	상대 표준 편차	
4:2 FTOH	0.0497	8.40	0.02
6:2 FTOH	0.0057	7.18	0.02
8:2 FTOH	0.0731	10.1	0.01
10:2 FTOH	0.0698	9.06	0.02

또한 4개의 표적 FTOH 화합물에 대한 회수율도 평가했습니다. 회수율은 세 가지 다른 스파이크 수준(0.075, 0.75, 7.5ng/튜브)에서 평가했습니다. 평균 회수율은 87.5-115.4%였으며, RSD는 4.20-10.2%였습니다. 표 5에 자세한 내용이 나와 있습니다.

표 5. 4가지 표적 FTOH 화합물의 회수율 통계(각 스파이크 수준에서 n = 3).

ng/튜브	회수율							
	4:2		6:2		8:2		10:2	
	평균	RSD	평균	RSD	평균	RSD	평균	RSD
0.075	87.5	7.92	101.6	4.20	101.5	6.81	95.3	6.69
0.75	102.1	6.48	108.1	8.24	99.9	5.04	98.9	7.73
7.5	104.9	5.91	115.4	10.2	93.8	9.44	100.3	8.91

이 분석의 실제 적용 가능성을 보여주기 위해 상업용 사무실 건물과 개인 주택의 여러 위치에서 실내 공기 시료를 채취했습니다. 그림 1에는 예시 크로마토그램이 나와 있으며, 모든 결과는 표 6에 나열되어 있습니다.

표 6. 공기 중 FTOH 화합물과 각각의 증기 농도.

위치	6:2		10:2	
	ng/m³	RSD	ng/m³	RSD
패밀리룸	16.1	8.5	3.06	11.4
주방	12.0	14.7	7.34	16.7
주 실험실	16.5	1.62	3.19	4.20
구 사무실	9.42	8.69	9.57	3.58
창고	4.56	12.2	미검출	미검출
트레이닝 룸	3.47	9.71	미검출	미검출

위의 크로마토그램은 스캔 모드에서 수집된 데이터이므로 많은 피크가 있고 명확한 FTOH 피크가 없는 전체 이온 크로마토그램을 보여줍니다. 다중 반응 모니터링(MRM) 모드를 사용하여 동일한 시료를 분석하면 이 분석에 GC/TQ가 얼마나 강력한지 알 수 있습니다. MRM 모드를 사용하면 표적 FTOH 피크를 명확하게 볼 수 있고 쉽게 정량할 수 있으며(중간 및 하단 크로마토그램) 백그라운드 노이즈가 제거되어 감도가 몇 차수 더 높아집니다. 복잡한 크로마토그램은 비교적 깨끗한 실내 환경에서도 대량의 공기를 샘플링하여 분석했을 때 많이 나타나는데, 본 연구에서 테스트한 공기 시료의 경우도 그렇습니다. GC/TQ는 MRM 수집 모드의 높은 선택성으로 인해 분석 감도와 재현성을 크게 향상시킵니다.

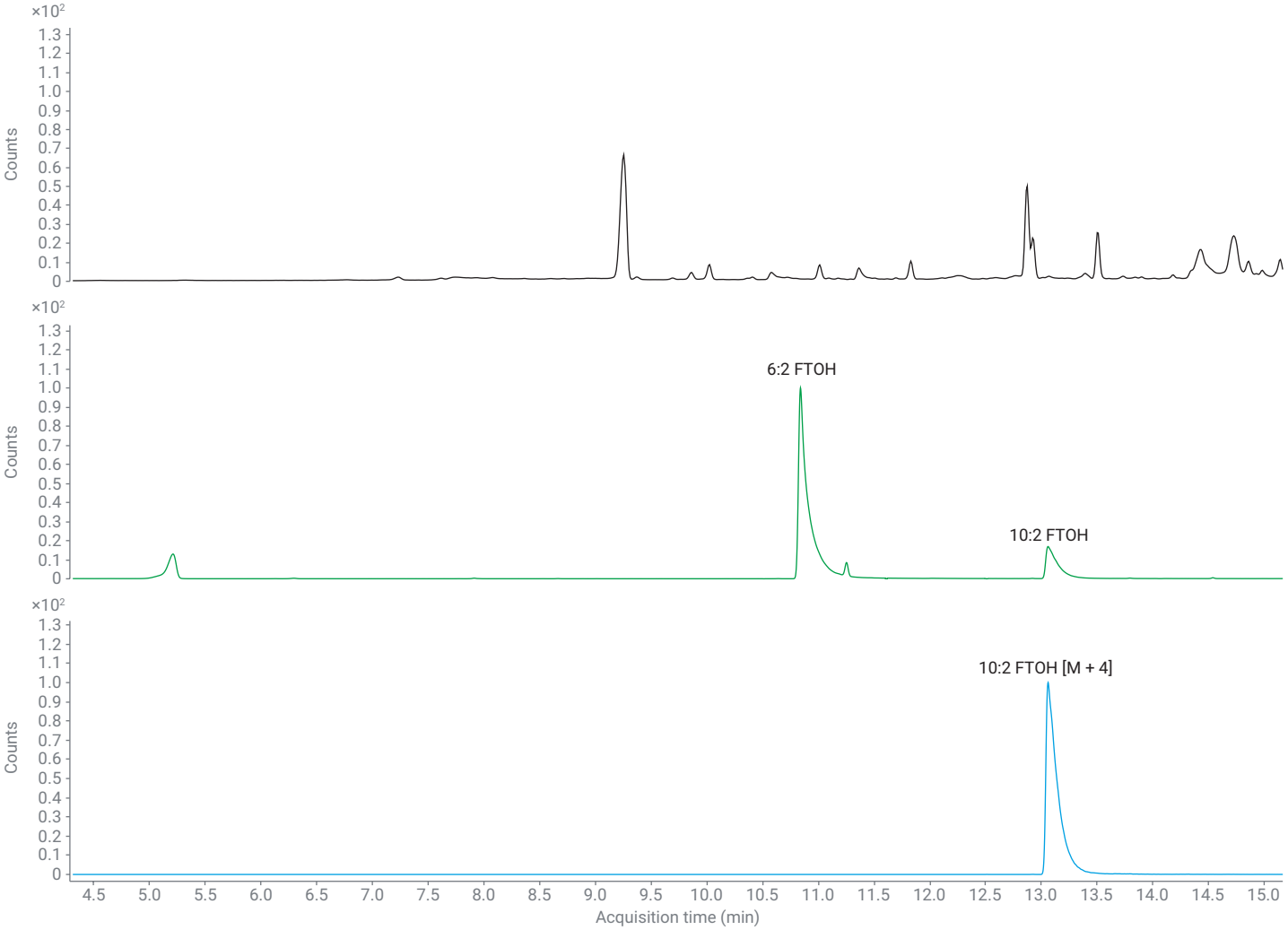

그림 1. 구 사무실 공기 시료에서 얻은 크로마토그램 예시.

각 시료에서 최소한 하나의 FTOH 표적 화합물이 검출되었습니다. 샘플링한 모든 위치에서 FTOH 6:2가 검출되었습니다. 증기 농도는 3.47-16.5ng/m^3 범위였습니다. 또한 FTOH 10:2는 6개 위치 중 4곳에서 검출되었습니다. 창고나 트레이닝 룸에서는 검출되지 않았습니다. 증기 농도는 3.58-16.7ng/m^3 범위였습니다.

농도는 낮지만 모든 시료에서 FTOH 화합물이 검출되었다는 것은 공중 보건의 관점에서 우려되는 문제일 뿐만 아니라, 분석화학의 관점에서도 문제가 있음을 보여줍니다. 장시간 실내에서 낮은 농도에 노출되면 건강상의 문제가 발생할 수 있습니다. 또한, EPA OTM-50에 언급된 대로 정확한 정량을 보장하기 위해서는 PFAS 관련 분석 물질의 출처와 흡수원을 분석 과정에서 파악하고 제거해야 합니다.[1]

결론

이 연구에서는 실내 공기 시료 중 FTOH 화합물을 분석하는 데 Agilent 8890 GC와 Agilent 7000E GC/TQ가 효과적임을 보여주었습니다. GC/TQ 시스템에는 주변 공기의 열 탈착 샘플링이 가능한 GERSTEL TD 코어 시스템이 장착되었습니다. 이 선택적 GC/TQ 분석법은 우수한 재현성, 회수율 및 감도를 제공했습니다. 실제 실내 공기 시료를 대상으로 실시한 결과, 모든 시료에서 FTOH 화합물이 존재했기 때문에 본 연구에서 설명한 것과 같은 분석법이 필요함이 입증되었습니다.

참고 문헌

1. Other Test Method 50 (OTM-50) Sampling and Analysis of Volatile Fluorinated Compounds from Stationary Sources Using Passivated Stainless-Steel Canisters. United States Environmental Protection Agency. https://www.epa.gov/system/files/documents/2024-01/otm-50-release-1_0.pdf (accessed 2024-07-16).

www.agilent.com

DE-000088

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2024

2024년 8월 20일, 한국에서 인쇄
5994-7706KO

한국애질런트테크놀로지스㈜
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

Agilent
Trusted Answers