

혈중 알코올 분석을 위한 이중 불꽃 이온화 검출기 구성에서 질소 운반 가스를 사용하는 분석법 전환과 그 성능 평가

Agilent 8697 헤드스페이스 샘플러/8890 GC 시스템
사용

저자

Abbey Fausett
Agilent Technologies, Inc.

개요

혈중 알코올 분석을 위한 이중 컬럼 헤드스페이스 GC/불꽃 이온화 검출기(FID) 분석법에서 Agilent Method Translator 도구를 사용하여 헬륨에서 질소로 운반 가스를 전환했을 때의 성능을 평가했습니다. 이 전환 작업의 목적은 원래 헬륨 운반 가스 분석법에 있던 모든 타겟 피크에 대해 일치하는 머무름 시간을 얻는 것이었습니다. 질소 운반 가스 조건에서 모든 피크에 대해 충분한 크로마토그래피 분리능이 유지되었습니다. 통계적으로, 수정된 분석법은 원래 헬륨 운반 가스 분석법과 비교할 때 동일한 성능으로 보정 및 반복성 데이터를 제공했습니다.

서론

헬륨 공급의 변동으로 인해 많은 분석 실험실에서 생산성 저하가 초래될 수 있습니다. 헬륨 운반 가스에서 탈피하여 분석법을 전환하는 것이 시스템 견고성이나 성능을 저하시키지 않으면서 실험실을 공급 불확실성으로부터 보호하고, 운영 비용을 줄이며, 변경의 여지가 적은 다른 분석법에 헬륨 자원을 더 많이 확보할 수 있는 잠재적 해결책이 될 수 있습니다. 일부 분석법은 대체 운반 가스로 쉽게 전환되지 않지만 혈중 알코올 분석의 경우 기존 헬륨 분석법에서 전환 시 질소 운반 가스에 맞게 주입구 압력 설정값을 조정하기만 하면 조건이 충족됩니다.

이전에 이 구성¹으로 수행된 작업에서는 고순도 헬륨을 운반 가스로 사용하고, 고순도 질소를 검출기의 보충 가스와 헤드스페이스의 가압 가스로 사용했습니다. 운반 가스를 질소로 전환하면 헬륨이 전혀 없는 시스템이 구성됩니다.

Agilent 8890 GC/8697 헤드스페이스 샘플러 시스템에서 사용할 수 있는 세 가지 기능을 통해 이러한 전환을 간편하게 실행하고 신뢰성을 보장할 수 있습니다. 첫 번째는 데이터 시스템용 Agilent GC 드라이버 내의 GC 분석법 편집기를 통해 사용하거나, 애질런트 웹사이트에서 다운로드하여 사용할 수 있는 Method Translator 도구입니다.² 두 번째 기능은 데이터 시스템 또는 브라우저 인터페이스 액세스 내에서 통합된 8697 헤드스페이스 제어입니다. 이러한 편리함은 동일한 인터페이스에서 샘플링과 수집 매개변수를 모두 관리할 수 있는 단일 경로를 제공합니다. 세 번째 기능은 가스 식별 진단입니다. 성공적인 전환을 위해서는 GC에서 적절한 가스를 구성하는 것이 매우 중요합니다. 그러나, 배관 라인을

가스 소스까지 역으로 추적하기가 번거로운 경우가 있습니다(이것이 가능하다고 했을 경우). 8890 GC Intelligence는 주입구 전자 공압 제어 장치에 공급되는 가스에 대해 구성된 가스 특성을 확인하여 가스가 제대로 연결되었는지 확인하는 알고리즘을 제공합니다. 이 테스트는 GC 터치스크린이나 브라우저 인터페이스의 진단 메뉴에 있습니다.³

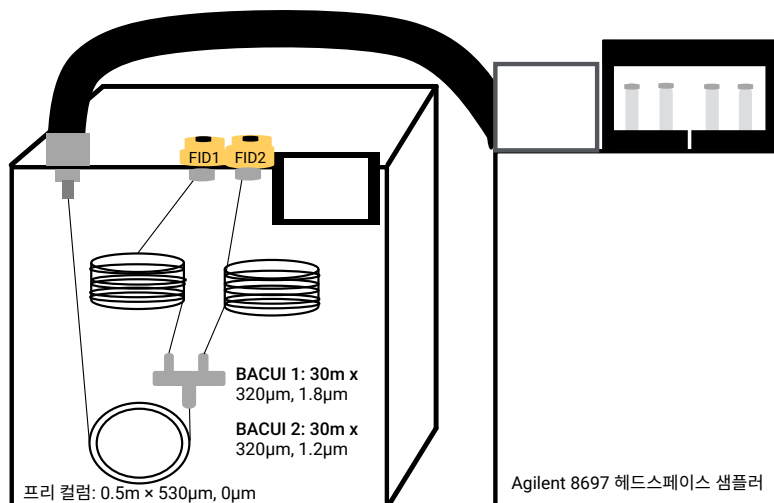


그림 1. 혈중 알코올 분석을 위한 시스템 구성.

표 1. 헬륨 및 질소 운반체 분석법 모두에 대한 GC 분석법 매개변수.

Agilent 8890 GC 조건				
주입구	분할/비분할 (헬륨)	분할/비분할 (질소)	검출기	불꽃 이온화 검출기 (전면 및 후면)
온도	150°C	150°C	온도	250°C
분할비	10:1	10:1	공기 유속	400mL/분
모드	일정 압력, 21psi	일정 압력, 18psi	수소 유속	30mL/분
			보충 가스(질소)	25mL/분
오븐	40°C, 5분 동안 등온	40°C, 5분 동안 등온		

실험

단일 분할/비분할 주입구와 이중 불꽃 이온화 검출기를 갖춘 Agilent 8890 GC는 Agilent 8697 헤드스페이스 샘플러와 함께 구성되었습니다. 퍼징되지 않은 스플리터를 사용하여 주입물을 혈중 알코올 분석에 일반적으로 사용되는 두 개의 보완적 컬럼 케미스트리로 분할 주입했습니다(그림 1). 헬륨 및 질소 수집 방법에 대한 기기 매개변수를 표 1과 2에 나타내었습니다. 평가에 사용된 소모품과 표준물질은 표 3과 같습니다.

표 2. 헬륨 및 질소 운반체 분석법 모두에 대한 헤드스페이스 분석법 매개변수.

8697 헤드스페이스 샘플러 조건(둘 모두)	
오븐 온도	70°C
루프 온도	80°C
이송 라인 온도	90°C
바이알 평형	7분
주입 시간	1분
바이알 크기	20mL
바이알 채우기 모드	기본 설정
채우기 압력	15psi
가압 가스	질소
루프 채우기 모드	맞춤형
최종 루프 압력	1.5psi
루프 평형	0.05
루프 부피	1mL

헬륨 운반 가스에 대한 매개변수와 Method Translator 도구(독립된 다운로드로 제공되거나 그림 2에 표시된 GC 계산기 메뉴 아래의 Agilent GC 데이터 시스템에서 액세스 가능)를 사용하여 헬륨 분석법으로부터 질소 운반 가스 매개변수를 빠르게 생성할 수 있습니다.

이 분석법 전환의 경우, 속도 이득 1이 적용되어 컬럼 유지 시간이 보존됩니다. 이 접근 방식은 보존 시간과 실행 시간을 원래 분석법에 가깝게 유지하려는 경우 이상적인 선택입니다.

표 3. 이 평가에 사용된 소모품 및 화학 표준물질.

소모품	제품 번호	표준물질	제품 번호	공급업체
20mL 바이알 및 크림프 캡	5190-2286	BAC 분리능 혼합물	5190-9765	애질런트
불활성 라이너, Ultra Inert, 2mm 내경	5190-6168	에탄올 검량	G3440-85036	애질런트
이송 라인(용융 실리카)	160-2535-5	t-부탄올, >99%	24127	Millipore/Sigma
프리 컬럼: 0.5m × 0.53mm, 0µm	160-2535-10	맞춤형 용매 혼합물	맞춤형	Restek
컬럼 1: BAC1 UI (30m × 0.32mm, 1.8µm)	123-9334UI	분주된 MilliQ Water	N/A	Millipore/Sigma
컬럼 2: BAC2 UI (30m × 0.32mm, 1.2µm)	123-9434UI			

8890 GC Links

[Help & Information](#)
[Browser Interface](#)

- ▼ ALS
 - Front Injector
 - Tray / Other
- ▼ Inlets
 - SSL - Front
 - MMI - Back
- Columns
- Oven
- Detectors
- Aux Heaters
- Events
- Signals
- ▼ GC Performance
 - Detector Evaluation
- ▼ Configuration
 - Miscellaneous
 - Columns
 - Modules
 - ALS
- Readiness
- GC Calculators**

GC Calculators

Vapor Volume Calculator

Method Translator

Pressure Flow Calculator

Solvent Vent Calculator

그림 2. 애질런트 데이터 시스템 내에서 Agilent Method Translator 도구의 위치를 보여주는 화면 캡처.

그림 3에서 볼 수 있듯이 다른 모든 매개변수를 유지하면서 운반 가스를 변경할 때 주입구 압력이 21psi(헬륨)에서 19psi(질소)로 감소했습니다. 이 분석법은 단일 컬럼 분석이 아니라 프리 컬럼이 두 개의 컬럼으로 분할되는 확증적 구성이므로 최적의 주입구 압력은 계산된 것보다 약간 낮게 결정되었습니다(18psi). 이 값에서 피크 퍼짐 혹은 보정 테이블 내에서 머무름 시간의 감지할 만한 조정 없이 분리능이 약간 향상되었습니다. 그림 3의 예에서는 DB-BAC1 UI 컬럼 치수와 일치하는 컬럼 정보를 사용합니다. DB-BAC2 UI 컬럼의 치수를 입력하면 계산된 주입구 압력은 동일하지만 유량과 평균 선형 속도는 약간 낮아져 유지 시간이 0.705분으로 약간 더 높아집니다.

결과 및 토의

헬륨 운반체와의 성능 비교를 위해 시스템에서 에탄올 직선성, 바이알간 재현성 및 화합물 분리능 평가를 수행했습니다.

에탄올 직선성

에탄올의 선형성은 20~400mg/dL 사이의 6포인트의 검량선을 준비하여 평가했습니다. 내부 표준물질로 100mg/dL *t*-부탄올을 함유한 물 450µL에 에탄올 표준물질 50µL를 첨가하여 보정 샘플을 준비했습니다. 검량선은 그림 4에 나와 있으며 질소 운반 가스를 사용해도 선형성이나 감도가 손실되지 않음을 보여줍니다. 그림 5에는 헬륨 운반 분석법에 따른 두 FID의 검량선이 포함되어 있으며 표 4에는 두 구성에 대한 선형 곡선의 비교 내용이 자세히 나와 있습니다.

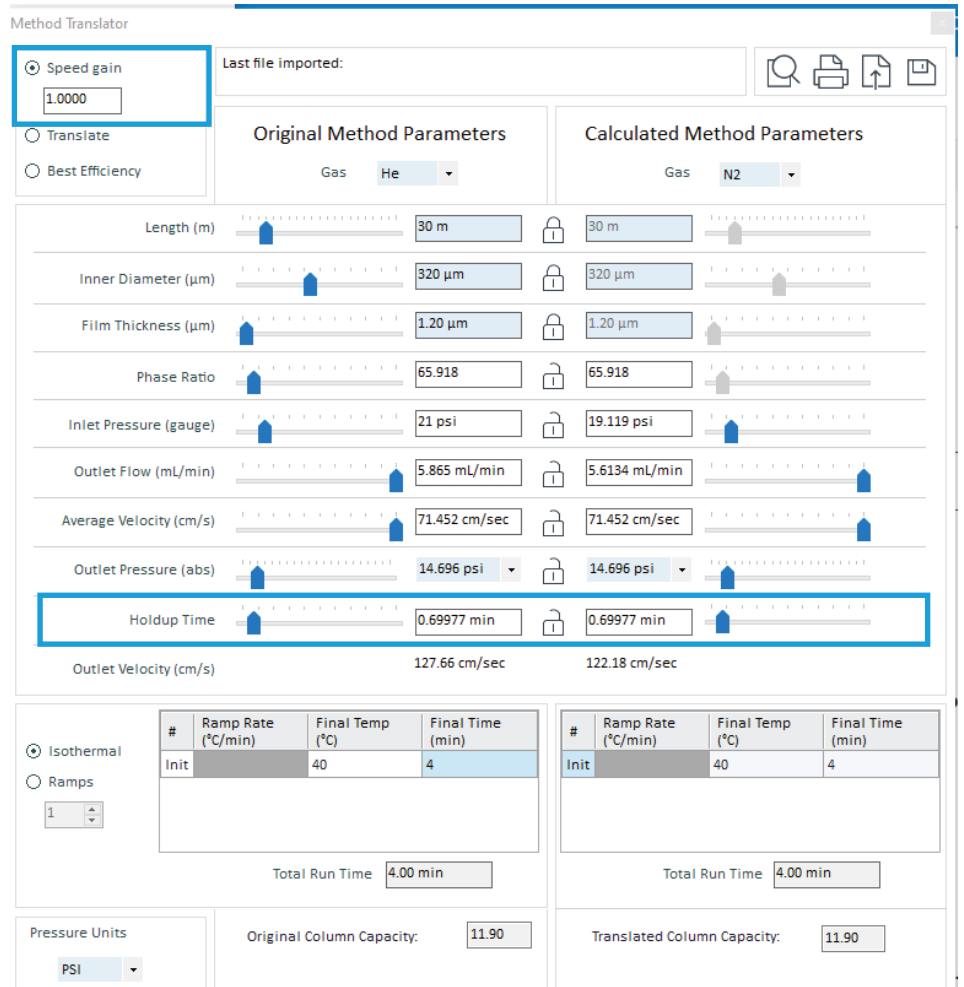


그림 3. GC 데이터 시스템 내에서 제공되는 Agilent Method Translator 도구를 보여주는 화면 캡처. 매개변수 필드의 DB-BAC1 UI 컬럼 조건을 사용하여 헬륨과 질소 운반 가스 간의 전환이 설정됩니다.

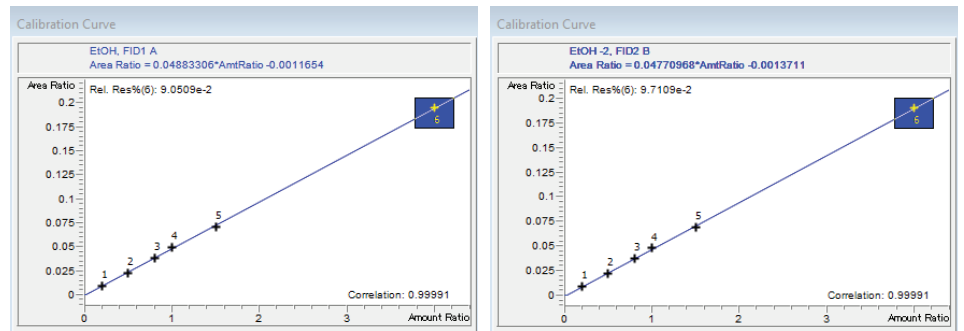


그림 4. 헬륨 운반 가스 사용 시, Agilent J&W DB-BAC1 UI 및 DB-BAC2 UI 컬럼에서 에탄올의 검량선.

반복성

Restek에서 제조한 맞춤형 혼합물인 정도관리(QC) 혼합물을 10회 연속 주입하여 반복성 통계(표 5)를 계산했습니다. 각 바이알의 용액 농도가 50mg/dL가 되도록 내부 표준물질로 100mg/dL의 t-부탄올을 함유한 450μL의 물과 50μL의 QC 혼합물을 사용하여 바이알을 준비했습니다.

표 5에 나타낸 바와 같이 질소 운반 가스를 사용하는 구성은 대부분의 분석물질에서 헬륨 구성과 비교할 때 동등하거나 더 우수한 데이터를 제공했습니다. 헤드스페이스 응용 분야에서 반복성 성능은 누출 없이 적절하게 유지 관리되는 시스템에서 분석을 실행하는 것 외에도 시료 준비와 캡핑 기술에 크게 좌우됩니다.

분리능

크로마토그래피 분리능의 이론적 손실은 많은 GC 분석법에서 질소가 헬륨 운반 가스를 대체할 수 없는 대안으로 간주되는 일반적인 이유 중 하나입니다. 그림 6에는 헬륨과 질소를 이용한 실행이 모두 나와 있으며, 이러한 전환된 조건에서 실행하는 전반에 걸쳐 머무름 시간이 크게 영향을 받지 않는다는 것을 보여줍니다. 분석물질의 머무름 시간은 분리능 계산 시 가장 중요한 부분이므로 두 운반 가스 조건에서 머무름 시간을 비교한 상세 데이터가 제공됩니다.

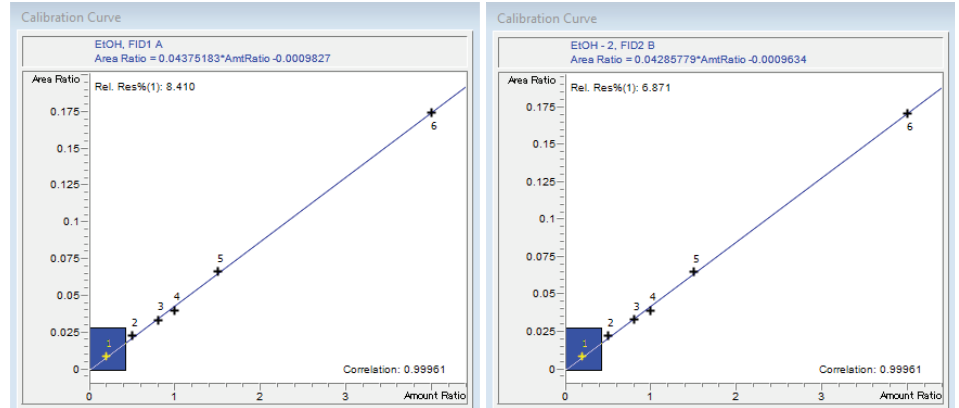


그림 5. 질소 운반 가스 사용 시, Agilent J&W DB-BAC1 UI 및 DB-BAC2 UI 컬럼에서 에탄올의 검량선.

표 4. 헬륨과 질소 운반 가스 사이의 에탄올 검량선 상수 비교.

	헬륨 운반 가스		질소 운반 가스	
	DB-BAC1 UI	DB-BAC2 UI	DB-BAC1 UI	DB-BAC2 UI
기울기	0.0488	0.0477	0.0438	0.0429
절편	-0.0011	-0.0014	-0.0010	-0.0010
상관	0.9999	0.9999	0.9995	0.9995

표 5. 50mg/dL QC 혼합물 12회 연속 주입에 대한 머무름 시간(RT) 및 상대적 감응 계수(RRF) 통계 데이터.

화합물	헬륨 운반 가스				질소 운반제			
	DB-BAC1 UI		DB-BAC2 UI		DB-BAC1 UI		DB-BAC2 UI	
	RT	RRF	RT	RRF	RT	RRF	RT	RRF
Methanol	0.03%	2.06%	0.03%	1.72%	0.03%	2.64%	0.04%	2.19%
Acetaldehyde	0.04%	2.09%	0.00%	2.11%	0.01%	0.76%	0.01%	0.83%
Ethanol	0.00%	2.16%	0.02%	1.69%	0.03%	2.27%	0.02%	2.16%
Isopropanol	0.02%	1.49%	0.03%	1.34%	0.03%	1.79%	0.01%	1.83%
Acetone	0.02%	0.74%	0.00%	1.01%	0.02%	1.09%	0.01%	0.72%
2-Butanone	0.04%	1.90%	0.02%	1.61%	0.03%	0.83%	0.03%	0.99%

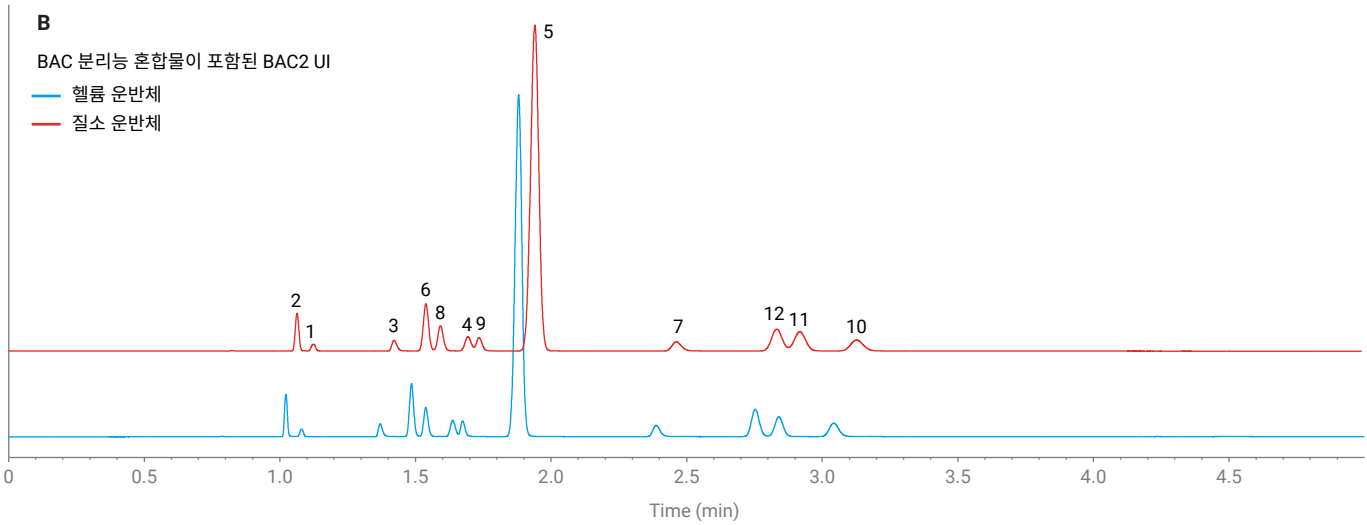
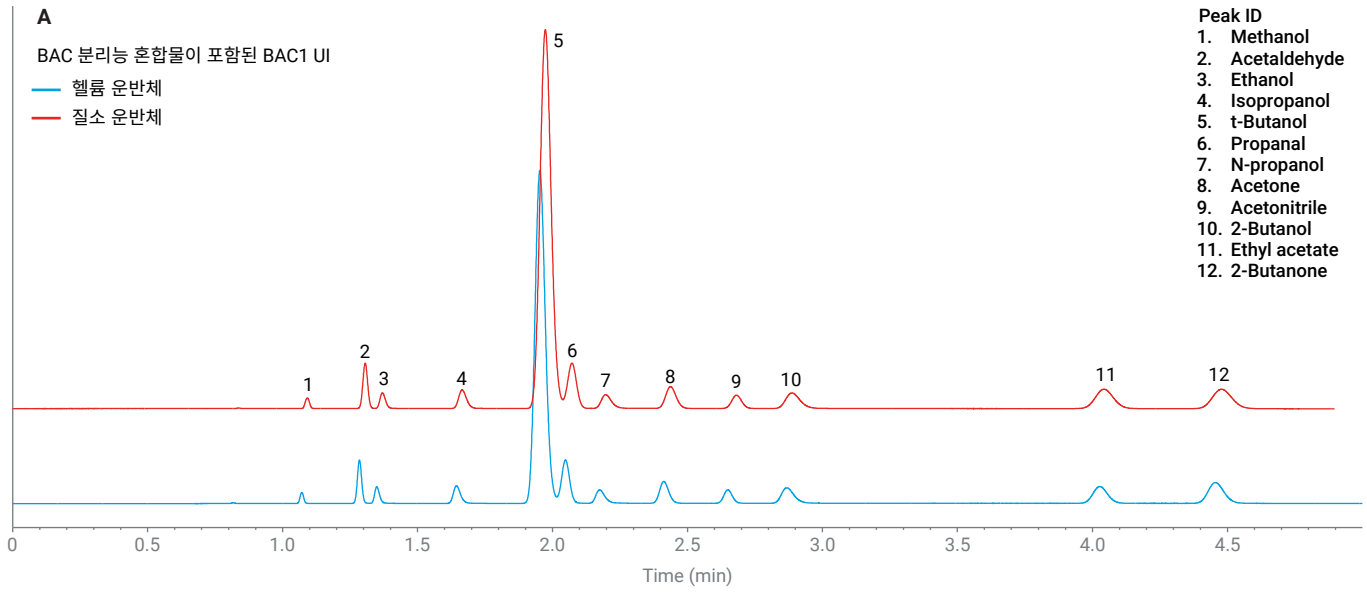
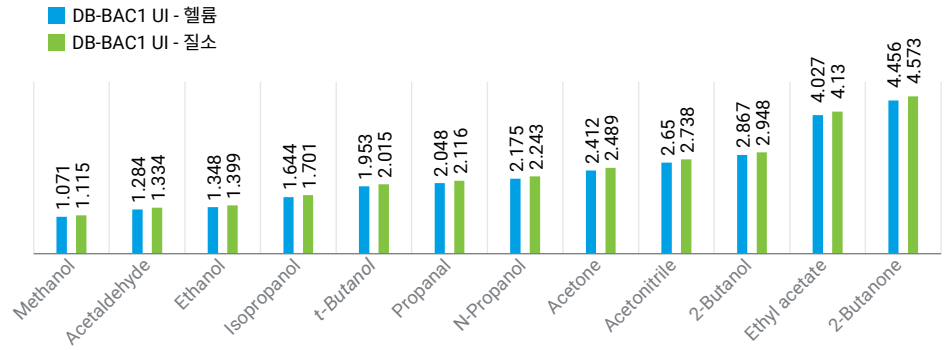


그림 6. 질소 운반 가스와 함께 애질런트 혈중 알코올 검사 혼합물 50mg/dL 주입으로 얻은 크로마토그램.

그림 7은 두 운반 가스 옵션에서 두 컬럼의 분리능 계산에 사용된 머무름 시간 값을 보여줍니다.

분리능은 대부분의 최신 데이터 시스템에서 제공되는 USP 공식을 사용하여 계산되었으며, DB-BAC1 UI 및 DB-BAC2 UI 컬럼 케미스트리에 대한 헬륨 및 질소 가스의 결과를 비교한 내용이 그림 8에 나와 있습니다. 질소 운반체 분석법의 분리능 값은 중요 분리에서 약간 낮지만, 이러한 값은 대부분의 실험실 QC 요구 사항을 충족하는데 적합합니다.

A Agilent J&W DB-BAC1 UI에서 RT 비교



B Agilent J&W DB-BAC2 UI에서 RT 비교

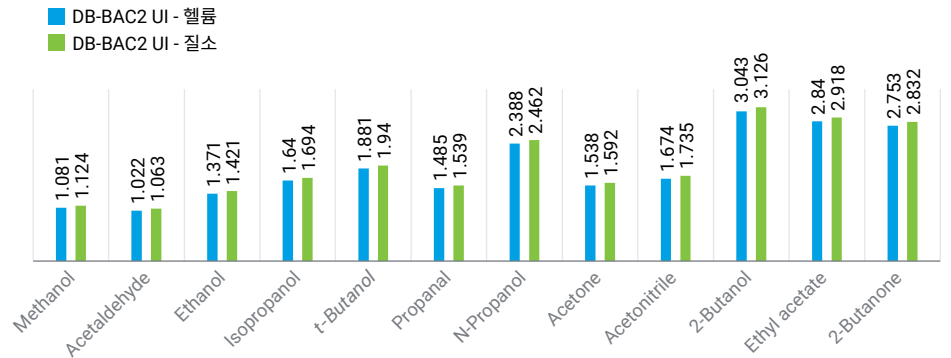
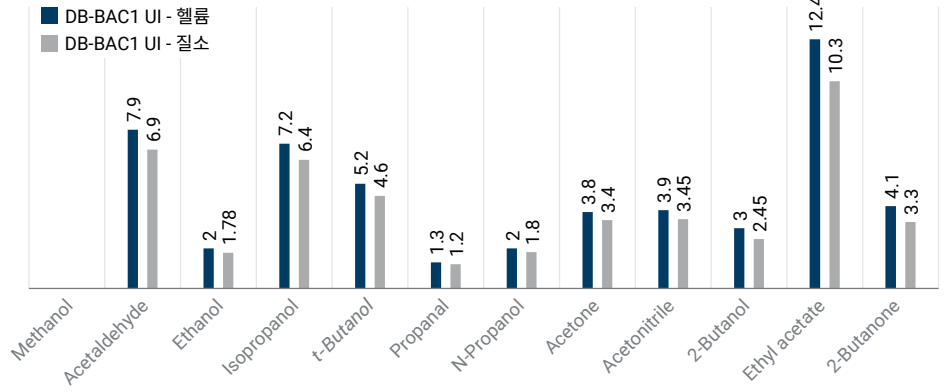


그림 7. Agilent J&W DB-BAC1 UI(A) 및 DB-BAC2 UI(B) 컬럼에서 헬륨과 질소 운반 가스 간의 머무름 시간(RT) 비교.

주요 기능: 가스 식별 테스트

8890, 8860 및 Intuvo 9000 GC 메모리에 내장된 가스 식별 테스트는 주입구 모듈에 연결된 가스가 시스템에서 구성된 가스와 일치하는지 확인하는 비침습적 진단 테스트를 제공합니다. 이 진단 테스트는 다양한 운반 가스 옵션에서 GC 구성을 평가할 때 유용합니다. 예를 들어, 유량을 전달하는 데 필요한 압력을 계산하는 데 구성된 가스의 특성이 사용됩니다. 구성된 가스가 실제 가스와 일치하지 않으면 오류나 잘못된 결과가 발생할 수 있습니다. 이 진단은 1분도 채 걸리지 않으며 사용자가 가스 크로마토그래프에서 운반 가스 설정을 변경할 때 발생하는 실수를 제거합니다. 최상의 결과를 얻으려면 10psig 이상의 주입구 압력을 권장합니다. 그림 9에는 수정 옵션이 제시된 실패한 운반 가스 결과와 진단에 통과한 테스트가 나와 있습니다.

A Agilent J&W DB-BAC1 UI에서 분리능 비교



B Agilent J&W DB-BAC2 UI에서 분리능 비교

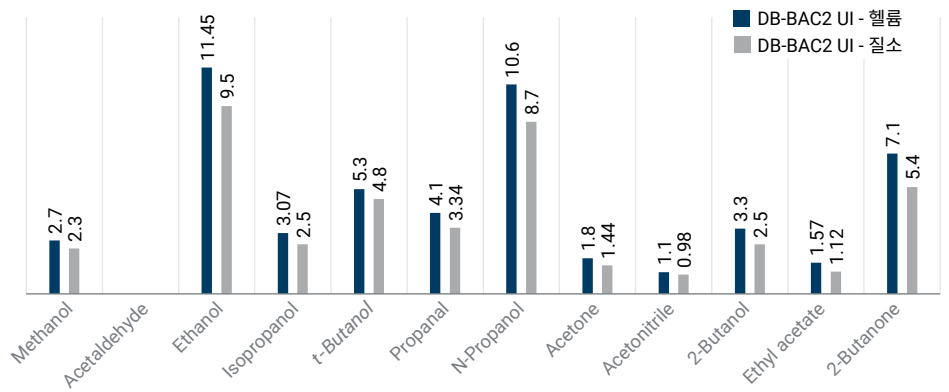


그림 8. Agilent J&W DB-BAC1 UI(A) 및 DB-BAC2 UI(B) 컬럼 모두에서 헬륨과 질소 운반 가스 간의 USP 분리능(Rs) 비교. 메탄올(DB-BAC1 UI) 및 아세트알데하이드(DB-BAC2 UI)는 실행의 초기 피크이기 때문에 분리능 값을 얻을 수 없습니다.

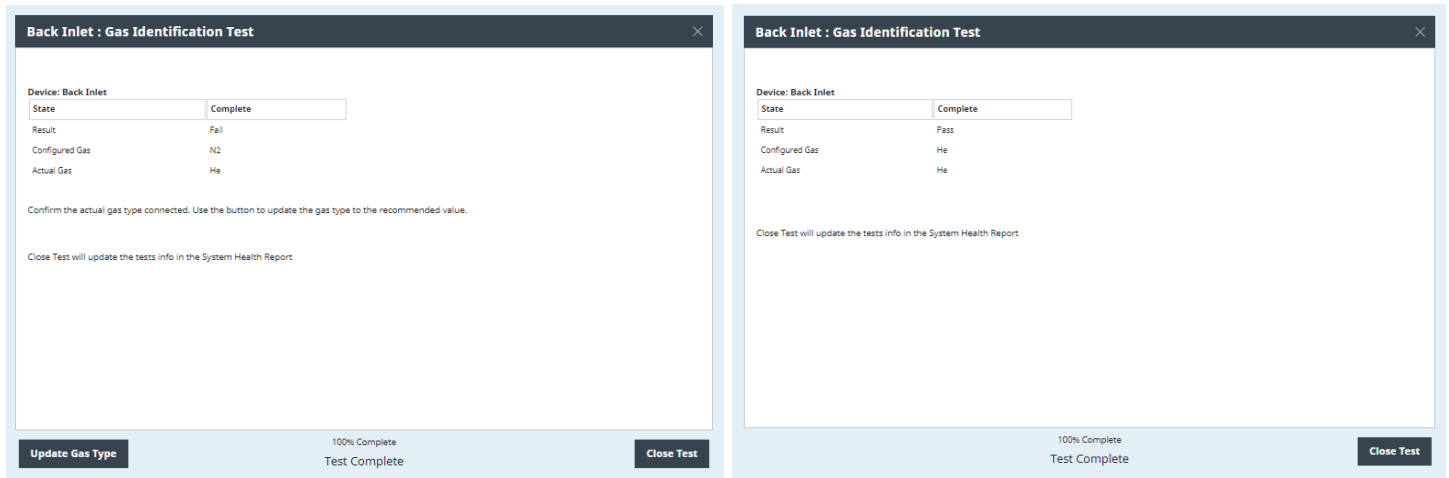


그림 9. 가스 식별 테스트를 보여주는 화면 캡처. 첫 번째 상자에서는 구성된 가스가 실제 가스 유형과 일치하지 않는 경우 실패한 결과가 반환됩니다. 소스에서 가스 유형을 확인함으로써 설정을 수정하고 진단을 시작할 수 있습니다. 이 경우 가스 구성을 수정하고 구성된 가스가 실제 가스와 일치하는 합격 결과를 반환합니다.

결론

헬륨은 많은 실험실에서 중요한 자원이지만 반복적으로 수급 문제가 제기되고 있습니다. 여기서 보여준 결과는 보다 지속 가능하고 경제적인 운반 가스인 질소를 데이터 무결성의 저하 없이 헤드스페이스의 에탄올 분석에 사용할 수 있음을 입증합니다. 선형성, 반복성, 크로마토그래피 분리능을 포함한 분석법 성능을 원래 헬륨 분석법과 비교한 결과, 헬륨 공급이 부족한 시기에도 어려움 없이 거의 동등한 성능을 얻을 수 있음을 확인했습니다. Agilent Method Translator 도구와 같은 기존 기능을 새로운 GC 인텔리전스 기능과 결합하면 분석법 전환의 부담이 줄어들어 중요 자원의 수급 부족으로 인한 우려와 중단을 줄이면서 보다 효율적인 작업으로 중점을 효과적으로 전환할 수 있습니다.

참고 문헌

1. Fausett, A. 8890 GC 듀얼 FID 시스템에서 통합 Agilent 8697 헤드스페이스 샘플러를 이용한 혈중 알코올 농도 분석, Agilent Technologies 응용 자료, 발행 파트 번호 5994-3126KO, **2021**.
2. GC 계산기 및 분석법 변환 소프트웨어. <https://www.agilent.com/ko-kr/support/gas-chromatography/gccalculators> (**2022**년 11월 7일 접속).
3. Agilent 8890 브라우저 인터페이스 진단. 애질런트 테크놀로지스. YouTube, **2022**년 4월 14일. https://www.youtube.com/watch?v=vRe8j78Bp8s&list=PLThrdl2ragom_g5O55hddaMc-hcwr2_1d&index=114 (**2022**년 11월 7일 접속).

www.agilent.com

법과학 용도.

RA45124.4069907407

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2023
2023년 7월 18일 한국에서 발행
5994-6508KO

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