

EPA 분석법 1628에 따른 폴리염소비페닐(PCB)의 GC/MS 분석

Agilent 8890 GC와 Agilent 5977C GC/MSD를 사용하여
선택 이온 모니터링(SIM) 분석

저자

Jennifer Sanderson
Agilent Technologies, Inc.

개요

한때 산업용으로 널리 사용되었던 폴리염소비페닐(PCB)은 미국 환경보호청(EPA)에 의해 잔류성 유기 오염물질(POP)로 분류되어 사용이 금지되었습니다.¹ EPA 분석법 1628은 선택 이온 모니터링(SIM) 모드에서 저분해능 질량 분석법을 사용하여 209종의 모든 PCB 동족체를 측정하고 65종을 검량, 144종을 스크리닝합니다. 이 연구에서는 Agilent 8890 GC와 함께 Agilent 5977C GC/MSD를 사용하여 모래와 토양에 있는 PCB를 분석하였으며 선형성, 분해능, 감도에 대한 모든 분석법 요건을 충족했습니다.

소개

PCB는 염소화 탄화수소 계열에 속하는 합성 화합물입니다. 역사적으로 PCB는 전기 부품, 가소제, 안료 및 염료를 포함한 다양한 산업 분야에서 광범위하게 사용되었습니다. 그러나 환경에 잔류하고 건강에 잠재적인 위험을 초래하기 때문에 1979년 미국 독성물질관리법(TSCA)에 따라 사용이 금지되었습니다. EPA에 따르면 POP로 분류되는 PCB는 분해되지 않으며 수생 생물에 생물 축적되는 것으로 알려져 있습니다.¹

PCB를 효과적으로 모니터링해야 할 필요성에 따라 EPA는 SIM 모드에서 저분해능 질량 분석법을 사용하는 분석법 1628을 개발했습니다.² 이 분석법은 209 종의 개별 PCB 동족체를 모두 측정하는 최초의 분석법으로, 65종의 PCB에 대해 검량을 실시하고 나머지 144종 동족체에 대해 스크리닝을 합니다. 분석 정확도를 높이기 위해 이 분석법에는 29종의 표지된 PCB surrogate와 내부 표준물질로 3종의 표지된 PCB가 포함됩니다. 이 응용 자료에서는 5977C GC/MSD가 장착된 8890 GC를 사용하여 모래와 토양에 있는 PCB를 분석했으며, 그 결과 EPA 분석법 1628의 모든 요구 사항을 충족했습니다.

실험

이 연구를 위해 5977C GC/MSD가 장착된 8890 GC를 사용했습니다. 8890 GC는 컬럼 수명을 연장하기 위해 중간 컬럼 백플러시가 구성되었습니다. 자세한 분석법 파라미터는 EPA 분석법 1628에 따라 설정되었으며 표 1-3에 나타내었습니다.

표 1. EPA 분석법 1628에 따른 Agilent 8890 GC의 분석법 파라미터.

파라미터	값	
주입구, 모드 및 온도	멀티모드 주입구(MMI), 일정 유량, 300°C	
운반 가스	헬륨	
셉타 퍼지 유량	2mL/min	
백플러시	중간 컬럼	
컬럼	1. Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert, 30m × 250µm × 0.5µm (부품 번호 122-5536UI)	2. Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert, 30m × 250µm × 0.5µm (부품 번호 122-5536UI)
유량	1.2mL/min	1.0mL/min
주입구	MMI	PSD 4 헬륨
배출구	PSD 4 헬륨	GC/MSD
PSD 퍼지 유량		2mL/min
오븐 온도	50°C(1분 유지), 12°C/min으로 240°C까지 승온(1.167분 유지), 5°C/min으로 320°C까지 승온(6분 유지)	
Post Run Flow	-5.7798mL/min	6.0mL/min
Post Time	3분	
평형 시간	1분	
GC 이송 라인 온도	325°C	

표 2. EPA 분석법 1628에 따른 Agilent 5977C GC/MSD 소스 분석법 파라미터.

파라미터	값
이온화 모드	70 eV EI
수집 모드	선택 이온 모니터링(SIM)
스캔 속도	N = 2
이온화원 온도	280°C
사중극자 온도	150°C
SIM 그룹 수	7
실행 시간	40분

표 3. EPA 분석법 1628에 따른 Agilent 5977C GC/MSD 선택 이온 모니터링(SIM) 파라미터.

	시작 시간 (분)	측정 시간 (ms)	SIM 이온(m/z)
그룹 1	13	50	188.00, 190.00, 200.00, 202.00, 222.00, 224.00, 234.00, 236.00
그룹 2	19.2	25	222.00, 224.00, 234.00, 236.00, 256.00, 258.00, 268.00, 270.00, 290.00, 291.80, 302.00, 304.00
그룹 3	24	25	255.90, 258.00, 267.90, 270.00, 290.00, 291.80, 302.00, 304.00, 325.80, 328.00, 338.00, 340.00
그룹 4	25.3325	25	290.00, 291.80, 302.00, 304.00, 325.80, 328.00, 338.00, 340.00, 359.00, 362.00, 372.00, 374.00
그룹 5	28.8	25	325.80, 328.00, 338.00, 340.00, 359.80, 362.00, 372.00, 374.00, 393.60, 396.00, 406.00, 408.00
그룹 6	31.5	25	359.80, 362.00, 372.00, 374.00, 393.80, 396.00, 406.00, 408.00, 428.00, 429.70, 440.00, 442.00, 462.00, 463.60, 474.00, 476.00
그룹 7	38	100	497.00, 500.00, 509.70, 512.00

EPA 분석법 1628에 명시된 65종의 PCB 동족체에 대해 정확성을 확보하기 위해 5-1,000ppb 범위의 9포인트 검량선을 3회 분석했습니다. 분석법 블랭크와 시스템 블랭크를 분석하여 잠재적인 오염이 있는지 확인했습니다. 또한, 고형분 함량이 높은 고체 매트릭스를 대표하기 위해 모래 매트릭스에서 8번 반복하여 분석법 검출 한계(MDL)를 결정했습니다. 65종의 검량된 PCB를 첨가한 토양 시료와 첨가하지 않은 토양 시료도 분석하여 실제 조건에서 분석법 성능을 평가했습니다. 나머지 144종 동족체는 모래와 토양 매트릭스에서 평가했으며 이 연구에서는 정량 분석하지 않았습니다. 모래는 고체 매트릭스에 대한 대조군으로 사용되었습니다.

결과 및 토의

그림 1과 2에 크로마토그램의 예가 나와 있습니다. 그림 1은 각각 50ppb와 40ppb에서 65종의 검량된 PCB 동족체와 32종의 표지된 PCB 동족체가 분리된 모습을 보여줍니다. 그림 2에는 분석을 통해 50ppb와 40ppb에서 209종의 모든 PCB 동족체와 32종의 표지된 PCB 동족체를 분리한 결과를 보여줍니다.

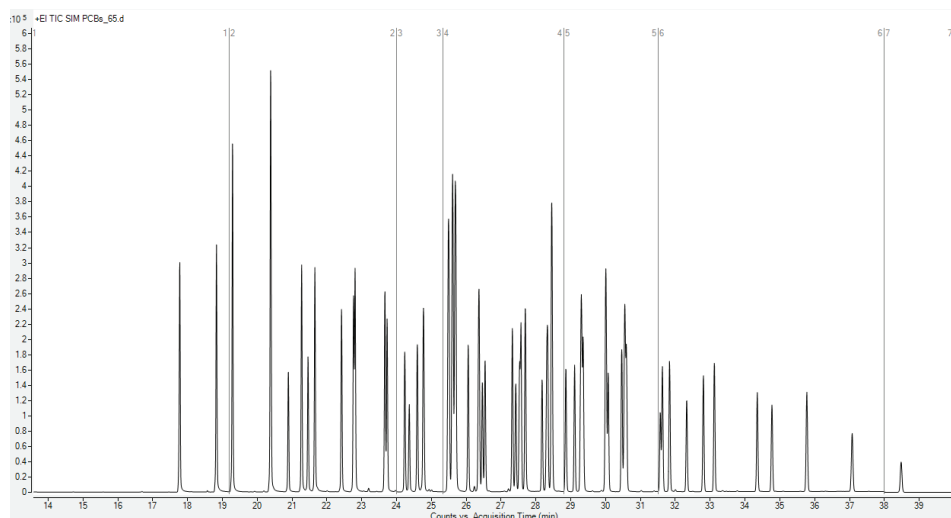


그림 1. EPA 분석법 1628에 따라 검량된 65종의 PCB 동족체와 32종의 표지된 PCB 동족체의 분리.

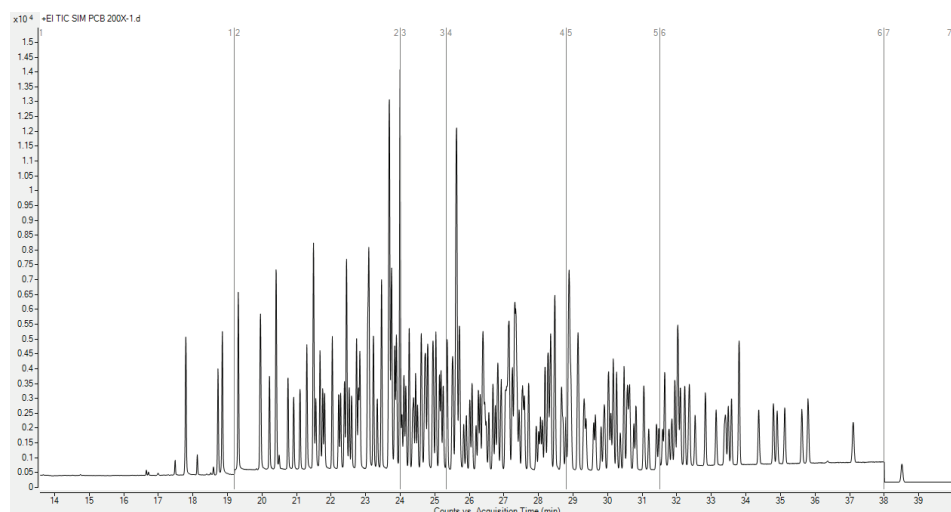


그림 2. EPA 분석법 1628에 따라 209종의 모든 PCB 동족체와 32종의 표지된 PCB 동족체의 분리.

EPA 분석법 1628의 분석법 요구 사항에 따라 PCB 동족체 28과 31은 크로마토그래피로 분리해야 합니다. 두 피크의 골은 작은 피크 높이의 80%보다 작아야 하며, 이를 그림 3에 나타내었습니다. 이 분석법은 또한 10ppb의 PCB 동족체 118에 대한 신호대 잡음비(S/N)가 3:1 이상이어야 한다고 규정합니다. 그림 4는 10ppb의 PCB 동족체 118에 대해 S/N이 6.1로 이 분석법 기준을 성공적으로 충족했음을 보여줍니다.

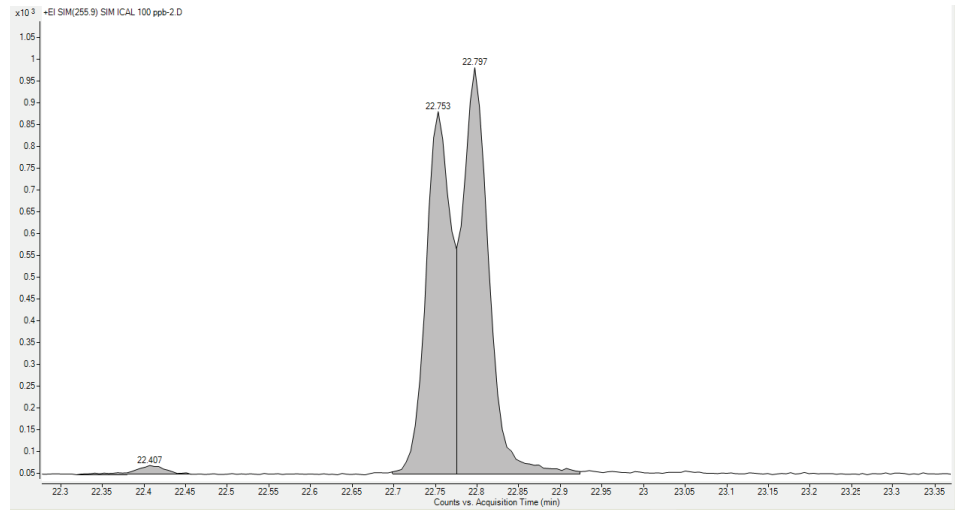


그림 3. PCB 동족체 28과 31은 약 1:1로 혼합되었습니다.

+EI SIM(325.8) SIM ICAL 10 ppb-1.D
Noise (Peak-to-Peak) = 15.0666; SNR (28.433 min) = 6.1

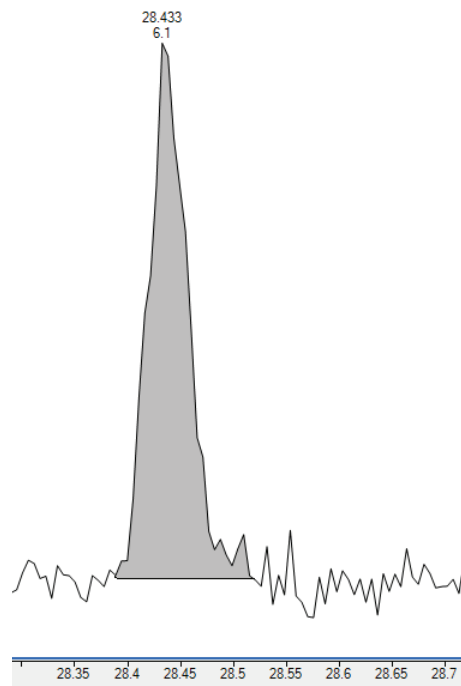


그림 4. 10ppb의 PCB 동족체 118.

EPA 분석법 1628에 명시된 대로 65종의 PCB 동족체를 검량했습니다. 이들 화합물 각각에 대해 5-1,000ppb 범위에서 9포인트 (n = 3) 검량선을 생성했습니다. 그림 5-9에 5가지 예시 검량선이 나와 있습니다. 이러한 검량선은 총 65종 PCB 동족체 검량선을 대표하는 시료를 나타냅니다. 동족체 28과 31은 크로마토그래피 분해능이 낮음에도 불구하고 가장 무거운 동족체에 대한 회수율과 검량이 우수하게 이루어졌습니다. PCB 동족체 101은 중간 동족체의 검량을 나타내도록 선택되었습니다. 65종 화합물 모두에서 $R^2 > 0.991$ 의 강한 선형 상관관계가 관찰되었습니다. 평균 감응 계수 RSD는 0.906-11.34%로, RSD가 20% 미만이어야 하는 EPA 분석법 1628의 요구 사항을 충족했습니다.

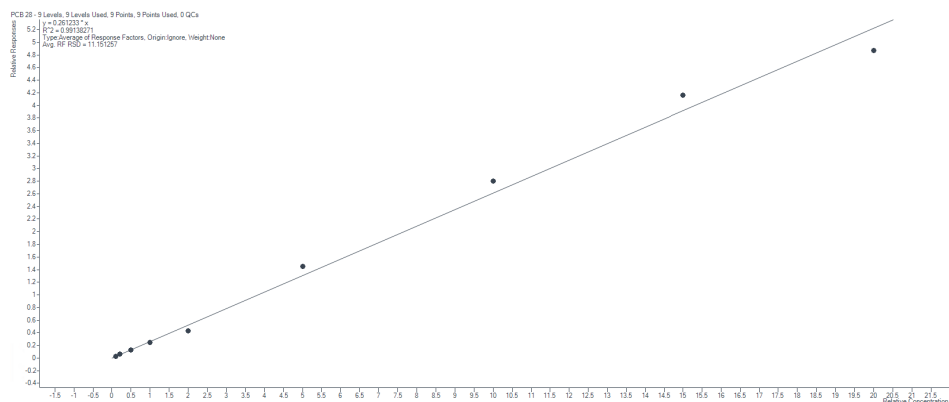


그림 5. PCB 동족체 28에 대한 검량선.

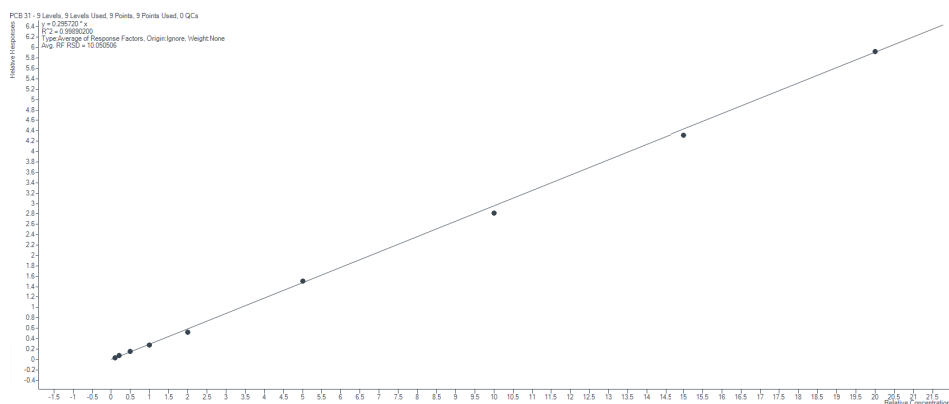


그림 6. PCB 동족체 31에 대한 검량선.

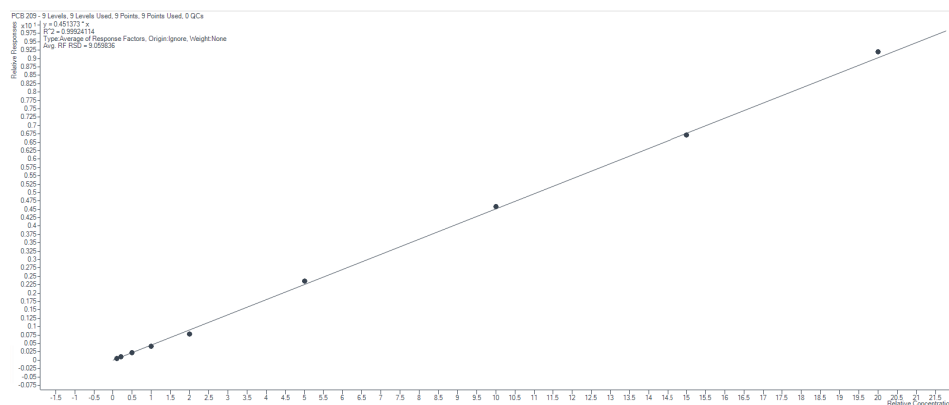


그림 7. PCB 동족체 209에 대한 검량선.

각 동족체의 MDL을 설정하기 위해 분석법에 설명된 대로 10g의 건조 모래를 추출했습니다. 분석법에 명시된 MDL 범위는 < 0.01-0.4ng/g입니다. 모래 매트릭스에서의 MDL은 분석법에 명시된 기준을 충족합니다.

현지에서 조달한 토양을 준비하여 209종의 기본 PCB를 모두 분석했습니다. 추가 토양 시료에 10ppb의 검량된 65종 PCB를 첨가했습니다. 토양에서는 PCB가 발견되지 않았으며, 65종의 PCB에 대한 회수율은 50-150% 범위에 있었습니다.

결론

Agilent 8890 GC와 Agilent 5977C GC/MSD를 사용하여 EPA 분석법 1628에 따라 PCB 동족체를 성공적으로 분석했습니다. 이 분석법은 209종의 기본 동족체를 모두 볼 수 있으며, 저분해능 SIM 모드를 사용하여 65종의 동족체를 정량화합니다. 선형성, 분해능, 감도 등 모든 분석법 요구 조건이 충족되었습니다.

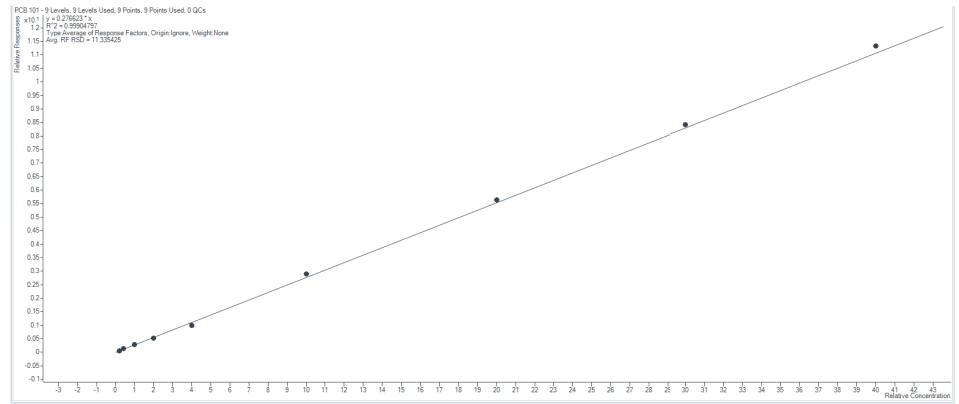


그림 8. PCB 동족체 101에 대한 검량선.

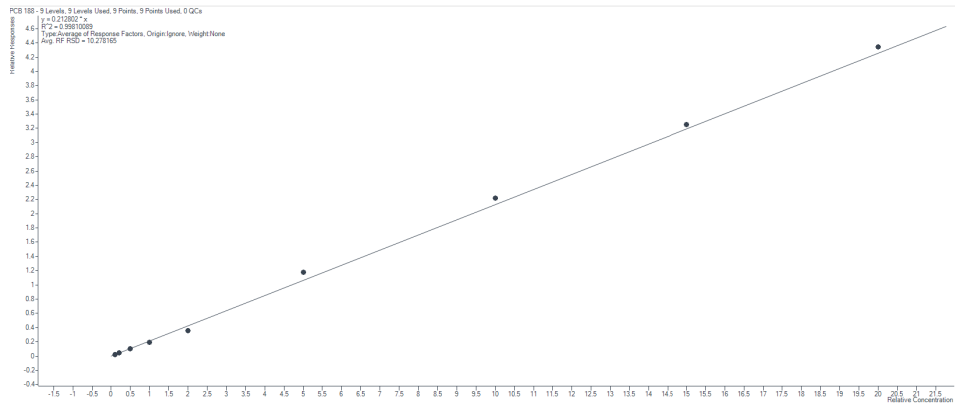


그림 9. PCB 동족체 188에 대한 검량선.

참고 자료

1. Learn about Polychlorinated Biphenyls. United States Environmental Protection Agency. Website: <https://www.epa.gov/pCBS/learn-about-polychlorinated-biphenyls> (accessed 2024-10-07).
2. Method 1628 Polychlorinated Biphenyl (PCB) Congeners in Water, Soil, Sediment, Biosolids, and Tissue by Low-resolution GC/MS using Selected Ion Monitoring. United States Environmental Protection Agency. Website: https://www.epa.gov/system/files/documents/2021-07/method-1628_pcb-congeners-by-low-resolution-gc-ms_july-2021.pdf (accessed 2024-10-07).

www.agilent.com

DE-003503

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2025
2025년 1월 16일, 한국에서 인쇄
5994-8056KO

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