

Agilent 8890 GC/5977B GC/MSD 통합 시스템을 이용한 먹는 물 분석법에 대한 Endrin 및 DDT 안정성 연구

저자

Angela Smith Henry, Ph.D.
Agilent Technologies, Inc.

서론

유기염소계 농약인 Endrin 및 4,4'-DDT는 가스 크로마토그래피(GC) 시스템의 유동 경로 비활성 및 청결도를 확인하는 데 사용할 수 있습니다. 활성 부위, 매질 또는 Septum 입자 및 특히, 주입구의 고온으로 인해 4,4'-DDT가 4,4'-DDE 및 4,4'-DDD로 분해될 수 있습니다. 이러한 조건^{1,2,3}에서는 endrin ketone 및 endrin aldehyde에 대한 endrin 이성질체화가 발생할 수 있습니다. 화합물이 매질, 잔해 또는 비활성화된 금속⁴과 같은 활성 표면에 노출되면 일반적으로 4,4'-DDT가 분해됩니다. Endrin은 더 온도에 민감하고, 촉매제^{5,6} 유무와 관계없이 이성질체화가 이루어질 수 있습니다.

정량 분석 전에 기기 비활성을 검증하기 위해 미 환경 보호국(US EPA)에서는 endrin 및 4,4'-DDT 시험을 통합하는 분석법을 명시하였습니다. US EPA Method 525.2에 따르면, endrin 또는 4,4'-DDT에 대한 분해 한계는 20%를 넘지 않아야 합니다⁷. US EPA method 525.3에는 4,4'-DDT⁸에 대해 동일한 분해 한계가 명시되어 있습니다. 중국에서 제정한 표준, Method HJ 699-2014⁹에도 endrin 및 4,4'-DDT에 대해 동일한 분해 한계가 명시되어 있습니다. 이 한계를 초과하는 경우 시스템을 분석에 사용하기 전에 교정 유지보수를 수행해야 합니다. 이전 응용 자료에서도 다른 애질런트 GC 시스템¹⁰의 성능을 검증하기 위해 이 방법을 사용하였습니다.

이 응용 자료에서는 Agilent 8890 GC가 먹는 물의 질에 대한 다른 내부 표준뿐만 아니라 US EPA Method 525.2 및 Method 525.3에 수립된 기기 성능 검사 기준에 준수한다는 점을 입증합니다.

실험

기기 및 소모품

- Agilent 8890 GC
- 비활성 전자 이온화 소스를 이용한 Agilent 5977B MSD
- Agilent 7650A 자동 시료 주입기
- Agilent J&W DB-8270D 30m × 0.25mm × 0.25µm 컬럼 (p/n 122-9732)
- Agilent Ultra Inert inlet liner, single taper, splitless(p/n 5190-2292)
- Agilent inlet septum, Advanced Green, nonstick, 11mm(50/pk, p/n 5183-4759)
- Agilent ALS 시린지, Blue Line, 10µL, PTFE 팁 플런저(p/n G4513-80203)
- Agilent A-Line screw top 바이알, 인증, 갈색, 100/pk(p/n 5190-9590)
- Agilent 비활성화 바이알 인서트, 5.6 × 30mm, 250µL. 100/pk (p/n 5181-8872)
- Agilent 스크류 캡, PTFE/실리콘/ PTFE 셉타, 캡 크기: 12mm; 500/pk (p/n 5185-5862)

표 1에 파라미터를 상세히 명시하였습니다. GC 및 질량 분석기(MS) 파라미터는 HJ 699-2014 및 European Union Water Framework Directive¹¹뿐만 아니라 EPA Method 525.2 지침과도 일치합니다.

시료 전처리

기기 성능 확인(IPC) 용액은 DFTPP, 4,4'-DDT, endrin(GCM-160A, Agilent, 이전 ULTRA Scientific)을 포함한 표준 용액을 희석해 준비하였으며, 최종 농도는 methylene chloride 내 5ng/µL였습니다.

표 1. GC 및 MSD 기기 조건

파라미터	값
주입량	1µL
주입구	Split/splitless 200°C 1분간 Pulsed splitless 50psi 1분에서 퍼지 50mL/분 표준 Septum 퍼지
컬럼 온도 프로그램	40°C(1분간 유지) 25°C/분으로 160°C까지 승온(3분간 유지) 6°C/분으로 312°C까지 승온
운반 가스 및 유속	헬륨, 1.2mL/분의 일정 유속
이송 라인 온도	270°C
이온 소스 온도	300°C
사중극자 온도	180°C

결과 및 토의

섹션을 반복해 여러 번 주입하였습니다. ethyl acetate를 바탕 주입한 후 IPC 용액 주입을 5번 실행하였습니다. 이어서 바탕 및 IPC 샘플 세트를 반복하였습니다. ethyl acetate 10번 바탕 주입 및 3번 IPC 주입을 310회의 바탕 주입이 될 때까지 반복하였습니다. 시퀀스는 5번 IPC 용액 주입으로 끝났으며, 총 412회가 주입되었습니다. IPC 용액의 각 주입에는 Method 525.2에서 지정된 대로 4,4'-DDT 및 endrin의 분해 퍼센트가 계산되었습니다. EPA Method 525.2의 이온 비율 기준에 따라 모든 IPC 용액 주입 시 튜닝 안정성을 평가하였습니다. 각 주입에 대한 DFTPP 튜닝 기준을 확보하였습니다.

그림 1은 주입 회수당 평균 분해 퍼센트를 나타내고 있으며, 오류 바는 계산된 표준 편차를 의미합니다. 각 측정당 계산된 분해율은 2개 화합물에서 모두 한계치인 20%보다 유의미하게 낮은 수치로 나타났습니다. 모든 측정 전반에서 평균 분해율은 endrin 및 4,4'-DDT 각각에 대해 5.95% 및 0.54%이며, 전체 평균 분해율은 6.50%입니다.

그림 2는 첫 번째와 마지막 IPC 용액 주입의 비교를 보여줍니다. 두 크로마토그램이 비슷합니다. 19.1분 지점에서 피크는 DFTPP 부산물의 산화제로 시험적으로 식별되었습니다. DFTPP는 ethyl acetate⁸보다 DCM에서 더 안정적입니다. DFTPP의 산화물이 잔존 세척 용매(ethyl acetate)와의 상호 작용으로 인해 발생할 수 있습니다. 또는 자동 시료 주입기에서 샘플이 대기하는 동안 빛 또는 대기 온도의 공기에 노출되는 경우 발생할 수 있습니다.

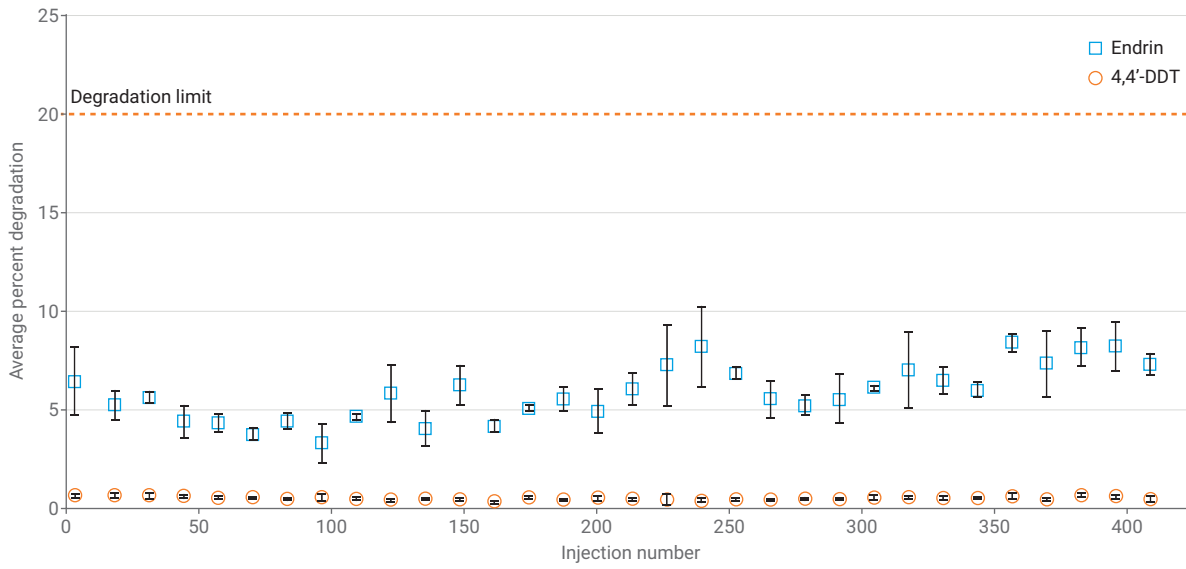


그림 1. 4,4'-DDT 및 endrin 분해 측정

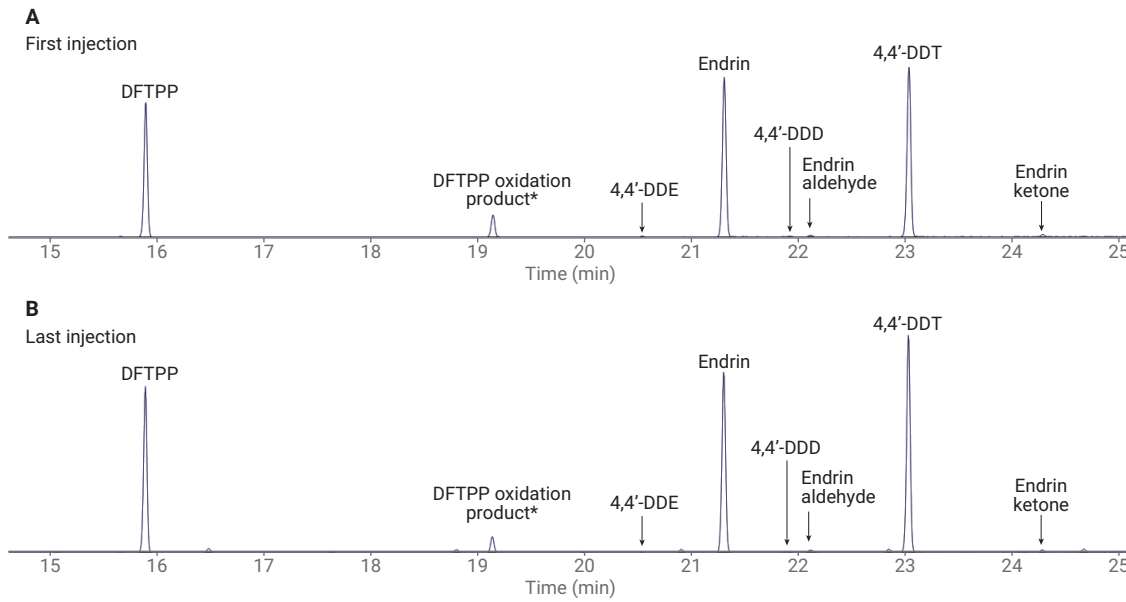


그림 2. 첫 번째 및 마지막 IPC 용액 주입의 총 이온 크로마토그래피

결론

endrin 및 4,4'-DDT 시험을 기반으로 볼 때 주입구에서 검출기까지 8890 GC의 뛰어난 유동 경로 비활성이 입증되었습니다. 이 시스템은 다음에 명시된 시스템 비활성 기준을 쉽게 충족합니다.

- US EPA Method 525.2
- US EPA Method 525.3
- National Environmental Protection Standards of the People's Republic of China HJ 699-2014
- The European Union Water Framework Directive

참고 문헌

1. Grob, K. Split and Splitless Injections for Quantitative Gas Chromatography; Wiley-VCH: Weinheim, **2003**, p. 134.
2. Wylie, P. L. Using Electronic Pressure Programming to Reduce the Decomposition of Labile Compounds During Splitless Injection, *HRC J. High Resolut. Chromatogr.* **1992**, 15, 763-768.
3. Westland, J.; Organtini, K.; Dorman, F. L. Evaluation of Lifetime and Analytical Performance of Gas Chromatographic Inlet Septa for Analysis of Reactive Semivolatile Organic Compounds. *J. Chromatogr. A* **2012**, 1239, 72-77.
4. Gryglewicz, S.; Piechocki, W. Conversion Pathways of DDT and Its Derivatives during Catalytic Hydrodechlorination. *Polish J. of Environ. Stud.* **2010**, 19(4), 715-721.
5. Phillips, D. D.; et al. Thermal Isomerization of Endrin and Its Behavior in Gas Chromatography; *J. Agric. Food Chem.* **1962**, 10(3), 217-221.
6. Fukunaga, T.; Clement, R. A. Thermal and Base-Catalyzed Isomerization of Birdcage and Half-Cage Compounds, *J. Org. Chem.* **1997**, 42(2), 270-274.
7. Munch, J. W. Method 525.2: Determination of Organic Compounds in Drinking Water by Liquid-Solid Extraction and Capillary Column Gas Chromatography/Mass Spectrometry. *United States Environmental Protection Agency, Department of Water*, **1995**.
8. Munch, J. W.; et al. Method 525.3: Determination of Organic Compounds in Drinking Water by Liquid-Solid Extraction and Capillary Column gas chromatography/mass spectrometry. *United States Environmental Protection Agency*, **2012**.
9. Water quality-Determination of organochlorine pesticides and chlorobenzenes-gas chromatography mass spectrometry. National Environmental Protection Standards of the People's Republic of China: HJ699-2014, **2014**.
10. Endrin and DDT Stability Study for Drinking Water Method EPA 525.2 on the Intuvo. *Agilent Technologies Application Brief*, publication number 5991-9277EN, **2018**.
11. Directive 2000/60/EC of the European Parliament. *Official Journal of the European Communities* **2000**.

www.agilent.com/chem

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2018
2018년 12월 19일, 한국에서 인쇄,
5994-0444KO

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