

Agilent Intuvo 9000 Dual ECD GC 시스템을 이용한 유기염소계 농약 분석

기술적 이점: 이중 컬럼 분석을 위한 GC 흐름 칩 모듈



소개

유기염소계 농약은 종종 미국 환경청의 Contract Laboratory Program(CLP)에서 정한 프로토콜에 따라 측정됩니다¹. CLP는 환경 오염을 식별하고 정량하는 실험실을 지원하기 위해 정립되었습니다. 이 프로그램은 오염된 장소를 정화하기 위해 필요한 해결책을 알아내고자 할 때 매우 중요합니다. 유기염소계 농약은 토양과 침전물 내에 잔존하다가 수원에 영향을 미칠 수 있으므로 검출해야만 하는 중요한 대상물질입니다. CLP 프로토콜(EPA SW-846 Test Method 8081B²)에 따라 유기염소계 농약을 분석하는 실험실은 분석 비용을 최소화하는 동시에 높은 처리량과 견고성을 갖춘 분석법이 필요합니다. 이 분석법은 일반적인 파라미터를 사용해 기술되었고, 분석가는 소모품과 검량 프로토콜은 직접 선택할 수 있으나, 이중 컬럼 확인 및 이중 전자 포획 검출(ECD)은 지정되어 있습니다. 또한 이 프로토콜은 비활성을 endrin과 DDT 분해도로 측정하도록 규정하고 있습니다.

이러한 설정은 Agilent Intuvo 9000 GC 시스템 및 시스템의 여러 기능들을 이용해 쉽게 지원됩니다. 모듈식 Inert Flow Chip은 분해 허용 한계를 충족시키면서, 단일 분석으로 식별 및 확인을 가능케 하는 2개 컬럼에 대한 쉬운 설정을 제공합니다. 잠재적인 시료(물, 토양, 침전물 등)의 특성을 감안할 때, Guard Chip으로 유지보수를 간소화할 수 있습니다. Guard Chip은 주기적으로 잘 교체해주기만 하면 매트릭스로부터 다운 스트림 구성 요소를 보호하고, 컬럼 커팅 작업이 필요없습니다. 이로 인해 머무름 시간이 변동없이 유지되어, 가동 중단 시간을 줄일 수 있습니다.

추가 정보는 다음 사이트에서
확인하십시오.

www.agilent.com

실험

Intuvo GC 시스템에 2개의 ECD 검출기가 장착되고 주입구 splitter가 설정되었습니다. 컬럼은 Agilent CLP1 및 CLP2(123-8336-INT와 123-8232-INT)가 사용되었습니다. 크로마토그래피 성능을 입증하기 위해 2ppm으로 희석된 맞춤형 CLP 농약 표준물질을 사용했습니다. 시스템 비활성화를 위해 endrin과 DDT가 포함된 표준물질이 사용되었습니다. 표 1에는 기기 조건이 설명되어 있습니다.

여러 요건을 충족시키기 위해 2가지 분석법을 개발하였습니다. 첫 번째 분석법은 30분간의 실행 시간 내에 뛰어난 분리능을 선보였습니다. 두 번째 분석법은 훨씬 빠른 분석 시간인 11분을 목표로 개발되었습니다. 분석 대상 물질에 따라 분리능 요건을 충족시키지 못할 수 있습니다.

결과 및 토의

20개 염소계 농약(표 2)을 포함한 표준물질이 30분 분석법과 11분 분석법 모두를 이용해 분석되었습니다. 30분 분석법에서는 20개 농약에 대한 탁월한 분리능이 나타났습니다. 이 분석법은 최적의 분리능을 자랑했으며, 더 많은 종류의 분석물질도 분석 가능함을 보였습니다(그림 1).

GC 조건

표 1. Agilent Intuvo 9000 GC 시스템 파라미터

파라미터	30분 분석법	11분 분석법
주입구	240 °C	
Pulsed splitless	60 psi for 0.3 minutes, 75 mL/min at 0.5 minutes	
컬럼 1	Agilent DB-CLP 1 (30 m × 320 μm, 0.25 μm)	
컬럼 2	Agilent DB-CLP 2 (30 m × 320 μm, 0.50 μm)	
컬럼 유속	3 mL/min	3 mL/min
오븐	100 °C (1 분), 10 °C/min to 225 °C (8 분), 30 °C/min to 300 °C (5.25 분)	120 °C (0.2 분), 45 °C/min to 250 °C, 18 °C/min to 300 °C (5 분)
Guard Chip	Track oven	
Bus	260 °C	
ECDs	300 °C 30 mL/min makeup flow	

표 2. 20개 대상 분석물질, 많은 염소계 농약 포함

분석물질	분석물질
1 α-BHC	11 4,4'-DDE
2 γ-BHC	12 Dieldrin
3 β-BHC	13 Endrin
4 Heptachlor	14 4,4-DDD
5 δ-BHC	15 Endosulfan II
6 Aldrin	16 4,4'-DDT
7 Helptachlor epoxide	17 Endrin aldehyde
8 γ-Chlordane	18 Endosulfan sulfate
9 α-Chlordane	19 Methoxychlor
10 Endosulfan I	20 Endrin ketone

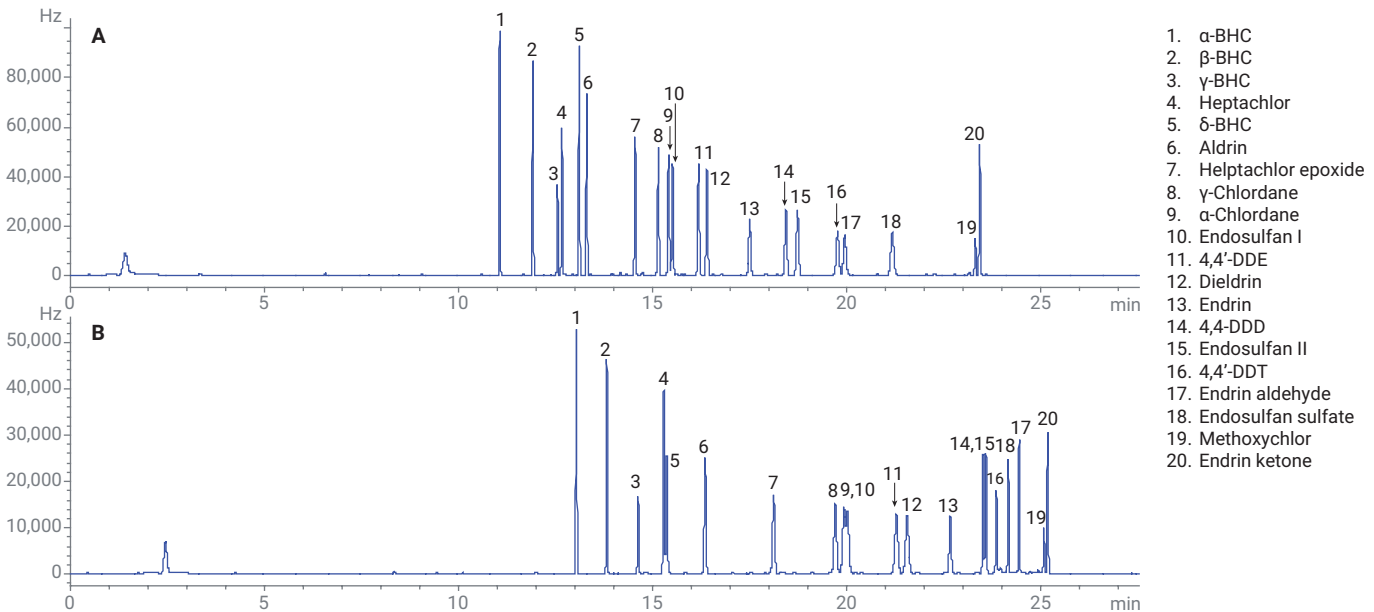


그림 1. Agilent DB-CLP1(A) 및 DB-CLP2(B) 컬럼으로 20개 분석물질이 우수하게 분리됨

30분 분석법에서 endrin 분해율은 7%, DDT 분해율은 2%였습니다. EPA 8081B는 분해율이 15%를 넘지 않도록 규정하고 있으며, 만약 이 수치를 초과하면 유지보수 또는 교정 조치를 취해야 한다고 설명합니다.

11분 분석법 역시 20개 농약에 대해 훌륭한 분리능을 나타냈으나, 온도 프로그래밍 속도의 증가로 인해 30분 분석법보다 낮은 피크 용량을 나타냈습니다. 그러나, 11분 분석법에서도 모든 20개 농약이 9분 내에 분리되었습니다(그림 2). 분석 시간은 컬럼

유속을 6mL/분으로 증가시키면 더욱 감소될 수 있었습니다.

11분 분석법에서 endrin 분해율은 8%, DDT 분해율은 3%였습니다. 다중 주입에 걸쳐 endrin과 DDT를 모니터링함으로써 견고성 테스트 또한 완료하였습니다. Endrin 분해율은 100회 주입 후 규정 한계인 15%에 도달했습니다. 이 상황은 주입구 라이너를 교체함으로써 해결할 수 있었으며, 교체 후 분해율은 다시 5% 미만으로 떨어졌습니다.

결론

Agilent Intuvo 9000 GC 시스템으로 CLP 가이드라인을 준수하는 간단하고 직관적인 염소계 농약 측정을 가능케 합니다. 30분 및 11분 분석법 모두 20개 대상물질에 대한 적합한 분리능을 나타냈습니다. Endrin과 DDT 분해율 역시 수용 가능한 수준으로, 시스템의 안정된 비활성을 나타냈습니다. Endrin 분해율은 100회 주입 이후에만 규정 한계에 도달했으며, 주입구 유지보수(주입구 라이너와 septum 교체)를 수행한 후 이 수치는 다시 분석법 한계를 충족시키는 범위로 떨어졌습니다.

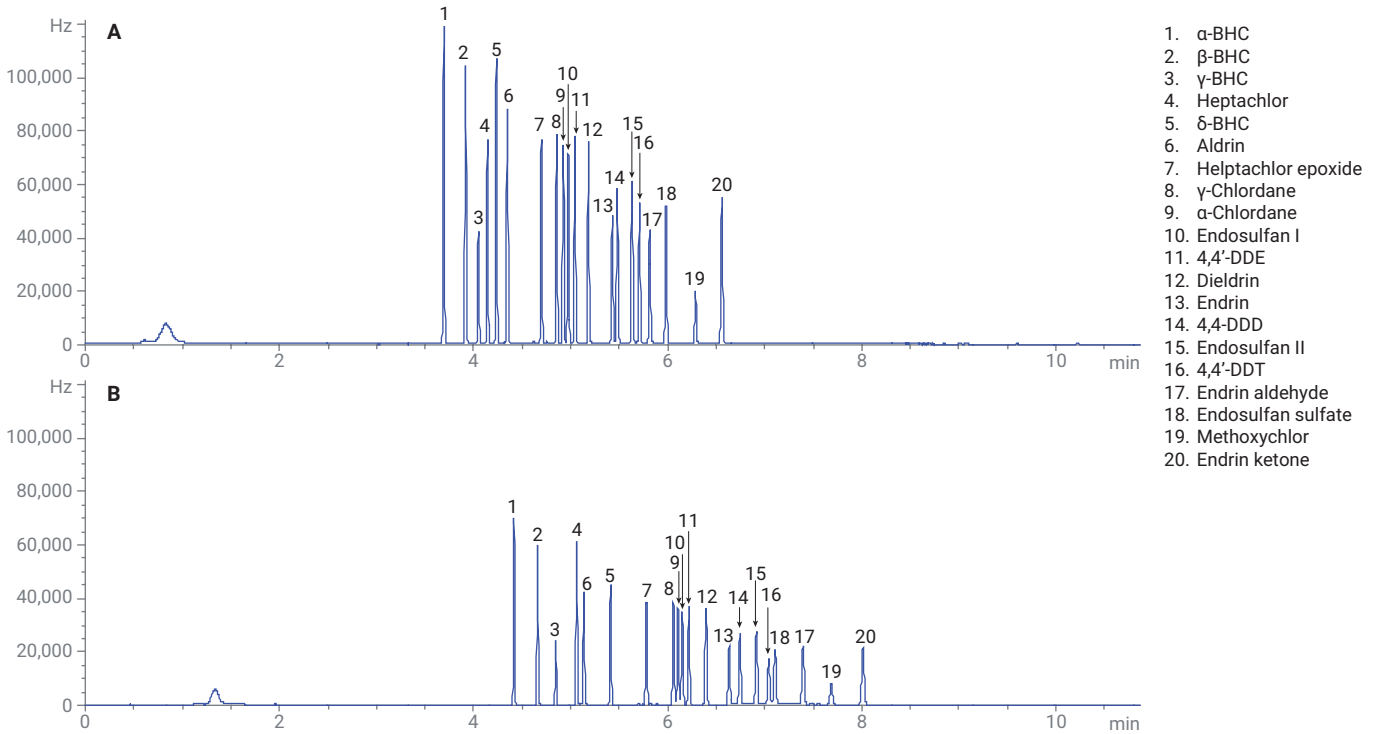


그림 2. Agilent DB-CLP1(A) 및 DB-CLP2(B) 컬럼은 9분 이내에 탁월한 분리능을 얻음

참고문헌

1. Introduction to the Contract Laboratory Program, *EPA 540-R-07-02*, January **2007**.
2. Organochlorine Pesticides by Gas Chromatography, *EPA Method 8081B*, February **2007**.

www.agilent.com/chem/intuvo

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2018
2018년 2월 23일, 한국에서 발행
5991-9000KO

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

