

Agilent 8890 GC를 사용한 유럽연합 다환방향족 탄화수소(EUPAH) 분석

저자

Abbey Fausett
Agilent Technologies, Inc.

개요

본 응용 자료는 GC/MS를 이용한 다환방향족 탄화수소(PAH) 분석법을 기술합니다. 주요 PAH 쌍을 성공적으로 분리하고, 특정 PAH에 대한 재현 가능한 검량을 얻을 수 있었습니다. Agilent 8890A GC, Agilent 5977 GC/MSD 및 Agilent 7693A 자동 시료 주입기와 Agilent J&W DB-EUPAH 컬럼을 사용하였습니다.

서론

PAH 화합물 분석은 많은 실험실에서 농업 또는 환경 시료에 대해 일반적으로 수행합니다. 이 화합물의 등급은 인간 건강에 유해한 것으로 간주됩니다. 유럽 연합(EU)은 EUPAH 목록인 규제 분석을 위한 16종 우선 순위 PAH를 식별했습니다. 화합물 목록은 다양한 세트의 구조 이성질체를 포함하며, 이러한 화합물은 GC 분석이 어렵습니다. 이러한 PAH 화합물은 이성질체 분리 문제 외에도, GC 유동 경로 표면에 흡착하는 경향을 보였습니다. 이러한 영향은 일반적으로 표적 화합물의 분자량에 따라 증가합니다. 활성 문제 외에도, 휘발성이 낮은 유기 화합물은 주입구 차이 식별이 있을 수 있어, 결과의 편차를 만들고 분석법 재현성에 영향을 줍니다.

주입구 차이 식별 영향 최소화, 화합물 흡착 표면적 감소 및 대응에서 예방을 위한 유지보수 작동 전환을 위한 몇 가지 애질런트의 개선사항을 도입하였습니다. Ultra Inert 주입구 라이너는 활성 화합물을 컬럼에 보다 잘 전달하도록 디자인되었습니다. 컬럼 기술의 발전으로, 본 연구에서 사용한 DB-EUPAH와 같은 분석물질 특화 컬럼상이 개발되었습니다¹. 가용 소모품 옵션의 추가적인 보안을 위해, 8890A GC는 온도 진단 및 설정값 입력/제어 기능을 제공합니다. 로컬 또는 원격 편의를 위해, 정전식 터치스크린 인터페이스와 웹 사용자 인터페이스(UI)를 이용하여 도움말 및 학습 파일에 액세스할 수 있습니다.

실험

본 워크플로는 멀티모드 주입구(MMI)를 갖춘 8890A GC, 5977A GC/MSD 및 7693A 자동 시료 주입기(ALS)를 사용하였습니다. Agilent MassHunter GC/MS 소프트웨어로 데이터를 처리하였습니다. EUPAH 검량 표준물질 바이알을 isooctane(Sigma-Aldrich, Chromosolv Grade, >99.5%)으로 희석하여, 0.1~10ppm의 8개 포인트 검량 범위를 작성하였습니다. 5977 MSD extractor 이온화원의 추출 렌즈는 9mm 추출 렌즈로 변경하고, 질량 필터는 선택 이온 모니터링 모드(SIM)를 사용하였습니다.

표 1은 본 연구에 사용한 소모품 리스트입니다.

PAH 화합물의 경우, 이온화원 온도가 높을 수록², 그리고 extractor 렌즈의 구경이 클수록³ 직선성에 큰 도움이 되며, 감도 저하를 최소화한 성능을 보이는 것으로 실험 결과가 밝혀졌습니다. 분석법의 이온화원 및 사중극자 온도 조정 시, MSD의 열 평형과 새로운 온도 설정값에 대한 재튜닝에 상당한 시간을 할애함으로써, 온도 변경으로 인한 지연 및 비일관성을 제거합니다. 표 2와 3은 확장된 분석법의 설정값입니다.

표 1. EUPAH 데이터 수집에 사용한 소모품

설명	애질런트 제품 번호
EUPAH certified standard(250µg/mL)	5190-0487
Autosampler syringe(10µL)	G4513-80203
Advanced Green inlet septa(green)	5183-4761
Ultra Inert splitless inlet liner with wool	5190-2293
Agilent J&W DB-EUPAH column(30m×250µm, 0.25µm)	122-9632
Extractor source large diameter lens(9mm)	G3870-20449

표 2. 8890 GC의 EUPAH 분석법 조건

파라미터	값
시린지 크기	10µL
주입량	1µL
주입구 유형	MMI
주입구 모드	펄스 비분할
주입 온도	330°C
펄스 압력	40psi
펄스 시간	0.5분
퍼지 유속	50mL/분
퍼지 시간	0.9분
샘플 퍼지	3mL/분
운반 가스	헬륨
컬럼	DB-EUPAH p/n 122-9632, 30m×0.25mm, 0.25µm
오븐 평형	1분
오븐 프로그램	80°C, 2분 40°C/분으로 225°C까지, 6분 유지 2.5°C/분으로 330°C까지, 4.5분 유지
GC 주기 시간	58.25분
MSD 이송 라인	320°C

표 3. 5977 GC/MSD(extractor)의 EUPAH 분석 조건

파라미터	값
이온화원	Extractor - 9mm 렌즈
고진공 펌프	터보
모드	SIM
툰	e툰
이온화원 온도	325°C
사중극자 온도	200°C

주입구 차이 식별 최소화를 위해, 주입구에 유리솜을 포함한 Ultra Inert 비분할 라이너를 사용하였습니다. 또한, 주입 후 짧은 시간 동안 압력 펄스를 적용하였습니다. 펄스 압력 기술은 컬럼으로 주입 성분을 보다 효과적으로 전달하기 위해 극미량 분석에서 자주 구현합니다. 또한, 이를 통해 GC 주입구

라이너에서의 기화 후 용매 팽창을 보다 효과적으로 제어할 수 있습니다.

결과 및 토의

그림 1은 크로마토그램 예시이며, 그림 2는 주요 쌍의 확장한 캡처 및 계산된 분리능 값입니다.

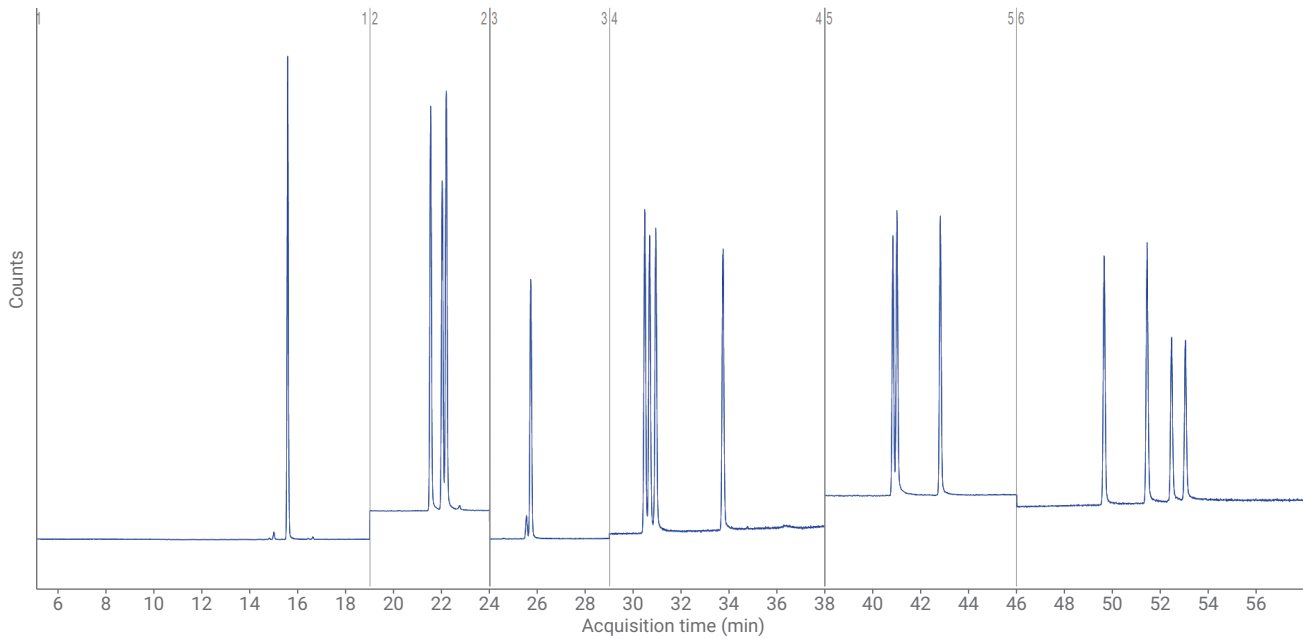


그림 1. EUPAH 표준물질(1ppm)의 시간 세그먼트 SIM 크로마토그램 결과

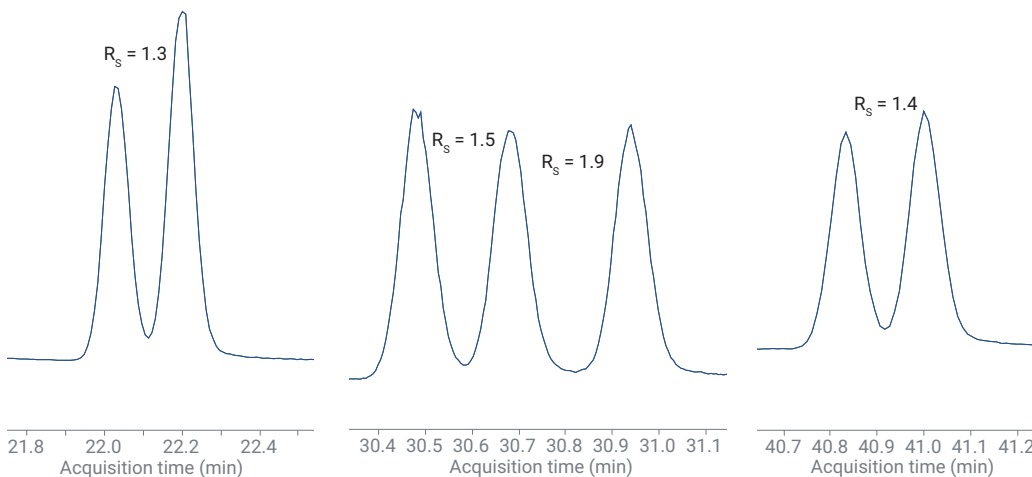


그림 2. 1ppm 표준물질 주입의 주요 쌍 분리능 값. 분리능 값은 다음 공식으로 계산됩니다: $R_s = 1.18[\Delta RT/(\Sigma PW_{50})]$

8개 포인트 검량 커브에 대한 표준물질은 교차 오염 평가를 위해 그룹 바탕으로 분석하였습니다. 이 농도 범위에서는 어떠한 교차 오염도 관찰되지 않았습니다. 검량선의 정밀도 확인을 위해, 검량 후 바탕에 바로 이어서 2개의 검량 확인 표준물질을 분석하였습니다. 검량선은 역가중을 이용한 선형 회귀 분석으로 작성하였으며, 표 4는 측정 계수의 요약입니다. 각 표준물질 검량 후, 확인한 계산 양과 표적 양을 비교하여 혼합물의 각 화합물에 대한 각 검량 수준 $\pm 5\%$ 이내의 정확도를 생성하였습니다.

표 4. 역가중을 적용한 검량선의 선형 상관 계수

화합물	R ²
Benzo[c]fluorene	0.9999
Benzo[a]anthracene	0.9998
Cyclopenta[c,d]pyrene	0.9999
Chrysene	0.9998
5-Methylchrysene	0.9999
Benzo[b]fluoranthene	0.9997
Benzo[k]fluoranthene	0.9997
Benzo[j]fluoranthene	0.9999
Benzo[a]pyrene	0.9997
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	0.9990
Dibenzo[a,h]anthracene	0.9997
Benzo[ghi]perylene	0.9999
Dibenzo[a,i]pyrene	0.9994
Dibenzo[a,e]pyrene	0.9997
Dibenzo[a,i]pyrene	0.9992
Dibenzo[a,h]pyrene	0.9994

오븐 온도 프로파일 최적화로 GC 주기 시간을 단축할 수 있습니다. 대안으로, 애질런트 분석법 변환기와 같은 가용 도구를 사용하여 보다 작은 내경의 컬럼⁴을 위한 파라미터 세트로 변환할 수 있습니다. 이 소프트웨어 도구는 애질런트 데이터 시스템의 사용자용 GC 드라이버에 내장되어 있으며, 사용자 설명서와 함께 독립형 도구로 사용할 수 있습니다. 도구 사용법에 대한 안내 동영상은 애질런트 유튜브 채널⁵에서 확인할 수 있습니다. 주기 시간 개선을 위한 최선책은 수집 프로세스 가속 전 표적 화합물 간 분리능을 입증하는 일련의 확장 분석을 수행하는 것입니다. 또한, 확장 분석은 시료의 추가 성분이 크로마토그래피에 주는 영향 확인을 위해 매질 평가도 수행하여야 합니다.

결론

본 응용 자료는 분석한 EUPAH 표준물질의 주요 PAH 쌍에 대한 분리 분석법 및 구성 PAH의 정밀한 검량을 설명합니다. 애질런트는 강력한 분석 절차 개발을 지원하는 제품 컬렉션을 계속해서 진화하는 동시에, 다양한 수준의 시료 복잡성, 규제 감독 및 사용자 경험도에 적합한 유연성을 제공합니다. 애질런트의 옵션 제품군에 8890A GC가 새로 추가되었습니다. 온보드 진단, 내장 도움말 및 학습 파일, 유지보수 카운터 및 다수의 호환 가능한 보완 기능을 제공하는 8890 GC는 과거의 기능과 더불어 실험실 생산성 향상을 위한 새롭고 지능적인 개선 사항을 결합하였습니다.

참고문헌

1. Smith, D.; Lynam, K. GC/MS Analysis of European Union (EU) Priority Polycyclic Aromatic Hydrocarbons (PAHs) using an Agilent J&W DB-EUPAH GC Column with a Column Performance Comparison. *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5990-4883EN, **2010**.
2. Prest, H.; Thomson, C. The 5973N Inert MSD: Using Higher Ion Source Temperatures. *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5989-0678EN, **2004**.
3. PAH Analysis in Palm Oil. *Agilent Technologies Application Brief*, publication number 5991-7520EN, **2016**.
4. Lynam, K. PAH Analyses with High Efficiency GC Columns: Column Selection and Best Practices. *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5990-5872EN, **2010**.
5. Agilent YouTube channel, Method Translator Education Series, <https://www.youtube.com/watch?v=Q-359Q4qD-Q>.

www.agilent.com/chem

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
2019년 1월 28일, 한국에서 인쇄
5994-0485KO

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