

# Agilent QuickProbe GC/MS 시스템의 효율성 극대화

## QuickProbe GC/MS 및 소모품 사용

### 서론

Agilent QuickProbe GC/MS 시스템은 액체, 분말, 정제, 식물 재료 및 플라스틱을 포함해 다양한 법의학 시료를 빠르게 분석할 수 있는 새로운 시스템입니다(그림 1). QuickProbe GC/MS는 빠른 스크리닝 분석이 가능하도록 1분 이내에 시료를 빠르게 분리하고 분석합니다. 이 시스템을 실험실 환경에 효율적이고 성공적으로 통합하려면 몇 가지 특별한 소모품과 기술이 필요합니다. 시료를 프로브에 로딩하여 QuickProbe 주입구에 삽입하지만, 프로브에 로딩할 때에는 GC/MS 시스템(컬럼 및 MS 검출기)이 과부하되거나 캐리오버가 발생하지 않도록 주의를 기울여야 합니다. 효율적으로 사용하는 경우 QuickProbe 시스템과 소모품은 백색 분말이나 기타 의심되는 남용 약물과 같은 시료를 빠르게 스크리닝할 수 있고, 백로그를 줄일 뿐만 아니라 확인이 필요한 시료를 선택할 수도 있습니다.

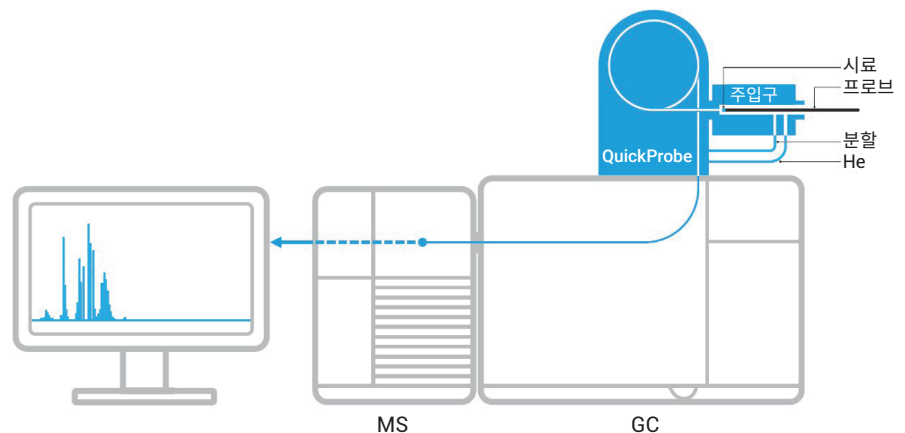


그림 1. Agilent QuickProbe 직접 삽입 GC/MS 기기의 구성도

직접 삽입 GC/MS 시스템은 빠른 분석 시간(1분 미만), 동일 화합물 종의 충분한 피크 분리 및 GC/MS 분석에서 일반적으로 테일링을 보이는 화합물에 대한 우수한 피크 모양 유지가 특징입니다.

## QuickProbe 소모품

표 1에는 QuickProbe GC/MS 시스템 샘플링 및 분석에 필요한 소모품이 나열되어 있습니다.

표 2에는 운반 가스 및 분할 배출구와 함께 사용하면 좋은 권장 소모품이 나열되어 있습니다. 산소와 수분은 컬럼의 성능을 저하시키고 질량 분석기의 필라멘트 수명에 영향을 미칠 수 있습니다. 시스템을 깨끗하게 유지하기 위해 나열된 제품을 사용할 것을 적극 권장합니다.

## QuickProbe 컬럼

사용자는 DB-1ht 및 DB-1ms 컬럼 길이를 여분의 길이를 가지도록 선택해 컬럼을 설치합니다. 이는 처음 컬럼 설치 후 각 컬럼의 각 끝에서 트리밍하는 데 유용합니다. 컬럼은 일반 컬럼 설치와 마찬가지로 삽입 후 폐물을 통과하도록 트리밍해야 합니다. DB-1ht 컬럼은 Ultimate 유니온에서 시작해 QuickProbe 장치와 그래파이트 Vespel 폐물을 사용하는 주입구의 끝을 통과하도록 설치해야 합니다. 다른 고온 컬럼을 사용할 수 있지만, QuickProbe 장치의 히터 설계 때문에 고온 등급으로 지정된 컬럼을 사용해야 합니다. 이러한 컬럼은 Ultimate 유니온과의 거리를 짧게 유지하기 위해 약 1.5m(길이) 위치에 설치해야 합니다. 이는 고속 분리와 분석 시간을 유지하는 데 도움이 됩니다. 그림 2는 GC 오븐에서 QuickProbe에서 시작해 Ultimate 유니온을 통과하고 MSD 이송 라인까지 컬럼이 연결된 예로 설치 시 참조하십시오.

표 1. Agilent QuickProbe GC/MS 시스템 소모품 및 부품 번호

소모품	세부 정보	부품 번호
프로브 홀더	유리 프로브 사용	G3971-60200
원형 팁 삽입 프로브	액체, 정제 등 샘플링에 사용할 수 있는 Convex 원형 팁, 팩당 100개	5190-5118
포켓형 팁 삽입 프로브	분말 샘플링용 오목한 팁, 팩당 100개	5190-5113
TSP 바이알 프로브 홀더	TSP 바이알 사용	G3971-20251
TSP 교체 프로브 바이알	플라스틱, 식물 재료 등과 같은 고체 샘플링을 위한 전용 바이알, 팩당 100개	5190-3187
Agilent QuickProbe Ultra Inert Fritted 라이너	QuickProbe 시스템과 함께 사용하도록 설계된 Short fritted 라이너	5190-5104
Agilent J&W DB-1ht QuickProbe GC 컬럼	2m × 0.25mm, 0.10µm, QuickProbe에서 사용할 권장하는 고온 컬럼	G3903-61006
Agilent J&W DB-1ms Ultra Inert QuickProbe GC 컬럼	1m × 0.18mm, 0.18µm, MSD 연결용	G3903-61007
Agilent Ultimate 유니온 키트	두 개의 컬럼 연결 지점	G3182-61580
0.4mm id Graphite Vespel 폐물	QuickProbe 주입구 및 MSD 이송 라인에서 사용 (팩당 10개)	5181-3323
0.4mm id 유연 금속 폐물	Ultimate 유니온 연결에 사용	G3188-27501
MSD 이송 라인 자체 조임 너트	쉬운 설치를 위한 권장 너트	5190-5233
CFT 캐필러리 내부 너트	Ultimate 유니온 및 유연 금속 폐물과 함께 사용	G2855-20530
GC 주입구 골드 셸	QuickProbe 주입구에서 사용, washer 포함	5188-5367

표 2. GC/MS 시스템 외부 가스 라인용 권장 소모품

소모품	세부 정보/용도	부품 번호
External Split Vent 카트리지 키트	QuickProbe 주입구의 분할 라인에서 사용, 트랩 및 카트리지 3개 포함	RDT-1020
External Split Vent 교체 카트리지	팩당 3개	RDT-1023
Gas Clean 운반 가스 키트	운반 가스 라인에서 사용, 위치 1/8인치 연결 장치 1개와 운반 가스 정제기 2개 포함	CP17976
Gas Clean 운반 가스 정제기	교체용 정제기	CP17973

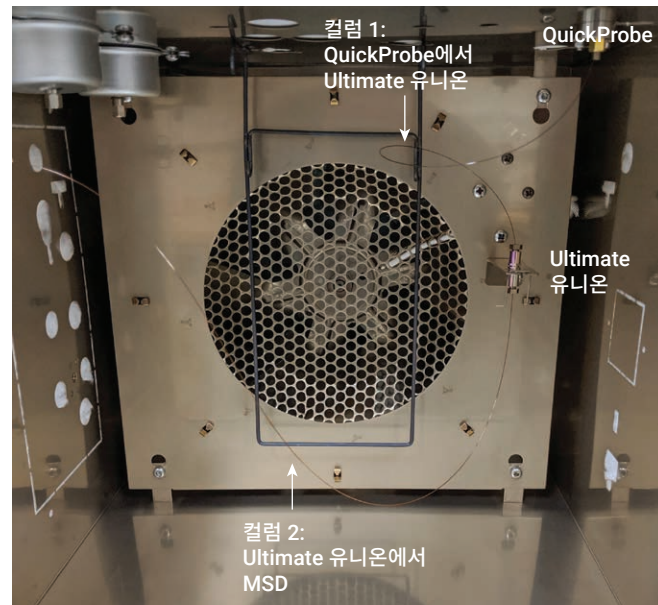


그림 2. Agilent QuickProbe에서 Ultimate 유니온으로의 컬럼 1 연결과 Ultimate 유니온에서 MSD 이송 라인으로의 컬럼 2 연결을 보여주는 오븐 내부

DB-1ms 컬럼은 Ultimate 유니온에서 시작해 GC 오븐을 지나 MSD 이송 라인까지 설치합니다. 이 구성에 다른 컬럼을 사용할 수 있지만, 고속 분리 및 분석 시간 유지를 위해 이 길이의 거리를 더 짧게, 약 0.7mm로 유지할 것을 권장합니다(그림 2).

## QuickProbe 라이너

QuickProbe fritted 라이너는 QuickProbe 시스템 전용으로 개발되었으며, O-링을 사전 설치해 비접촉 포장 상태로 배송합니다. 이 라이너를 QuickProbe 주입구에 쉽고 빠르게 설치할 수 있지만, 주의를 기울여야 합니다. 특히, 주입구와 질량 분석기 사이의 거리가 짧은 경우 사용자 안전과 기기 안전을 위해 라이너 교체 전에 주입구가 완전히 냉각된 상태여야 합니다. 라이너 교체가 필요하다고 판단하는 경우, 일과 종료 후나 일과를 시작하는 첫 번째 작업으로 시스템 냉각 후 라이너를 교체하는 것이 최선의 방법입니다.

**주의:** 주입구가 완전히 냉각된 상태에서 라이너를 설치해야 합니다. 시스템이 뜨거울 때 라이너를 설치하면 사용자 부상 및 컬럼과 질량 분석기 손상 문제가 발생할 수 있습니다.

## 프로브 홀더, 프로브 및 TSP 바이알

프로브 홀더의 베이스에는 유리 프로브에 고정하기 위한 O-링이 있습니다. 전체 QuickProbe GC/MS 시스템을 처음에 설치할 때 O-링 고정을 설정하여 시스템 전체 수명 주기 동안 프로브를 쉽고 빠르게 설치할 수 있습니다. 저항력이 느껴지면 작업이 완료됩니다. 시료 사이에 쉽게 프로브를 교체할 수 있는지 확인하십시오. 다음 단계를 따르십시오.

1. Vespel 팁의 나사를 풀고, 플런저와 스프링을 프로브 홀더에서 분리합니다.

2. 플런저의 상단을 풉니다.
3. 유리 프로브를 바닥까지 삽입합니다.
4. 플런저 상단이 유리 프로브에 고정될 때까지 조입니다.
5. 프로브를 로딩할 때의 저항력을 측정하기 위해 유리 프로브를 분리했다가 다시 삽입합니다. 프로브가 제대로 고정되고 밖으로 빠져나오지 않는 지점에 O-링을 고정해야 합니다. 상대적으로 쉽게 프로브를 삽입할 수 있으며, 많은 힘이 필요하지 않습니다.
6. 플런저의 O-링이 원하는 저항력으로 설정되면, 유리 프로브를 분리하고 프로브 홀더를 다시 조립합니다. 플런저와 스프링을 삽입하고 Vespel 팁의 나사를 조입니다.

프로브 홀더 및 QuickProbe 시스템과 함께 쉽게 사용할 수 있는 두 가지 유형의 유리 프로브, 원형 팁과 끝이 약간 컵 모양인

포켓형 팁이 있습니다. 프로브의 끝 부분은 사용자 안전을 위해 열처리되었으며 프로브 홀더에도 쉽게 삽입할 수 있습니다. 그림 3A는 플런저가 위치 1에 들어간 프로브 홀더의 모습이고, 그림 3B는 플런저가 완전히 연장된 상태로 설치된 프로브를 완전히 집어넣은 프로브 홀더의 모습입니다.

다음 예에서는 원형 팁 프로브(RTP)가 가장 좋습니다.

- 액체
- 정제 또는 캡슐과 같은 알약
- 채소 및 식품과 같이 굵어내 프로브로 옮길 수 있는 다른 재료(프로브에 많은 양의 잔여물을 남겨지지 않는 경우)

그림 4는 팁에 매우 소량의 정제 부스러기가 묻어 있는 원형 팁 프로브(그림에서 화살표로 강조 표시).



그림 3. A) 액체 샘플링을 위해 위치 1에 프로브가 설치된 프로브 홀더, B) 프로브가 프로브 홀더 본체로 완전히 들어간 프로브 홀더

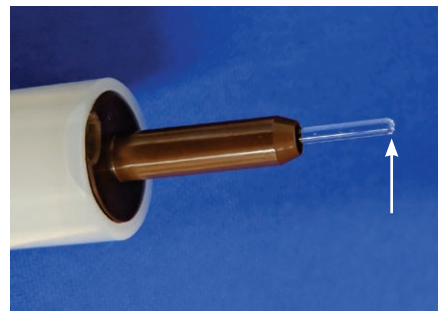


그림 4. 팁에 매우 소량의 정제 부스러기가 묻어 있는 원형 팁 프로브, 직접 삽입 GC/MS를 사용한 샘플링에 충분한 양.

## RTP를 사용한 액체 샘플링

유리 프로브를 로딩하려면 프로브 홀더의 위치 1(그림 3A)로 플런저를 누르고 측면 나사에 걸리도록 플런저를 회전시켜 플런저를 제자리에 고정합니다. 그런 다음, 핀셋을 사용하거나 장갑을 착용하여 프로브를 들어 올려 프로브 홀더에 삽입합니다. 사용자가 플런저의 베이스를 찾는 데 도움이 되는 중앙 콘이 있습니다. 프로브를 완전히 삽입할 때 약간의 저항력이 느껴져야 합니다. 고정할 O-링이 플런저 내부 끝에 위치해 있습니다. 약간의 힘을 줘서 프로브를 O-링에 고정합니다. 프로브 홀더 팁을 기준으로 46mm 정도 돌출되어야 합니다. 프로브가 완전히 고정되었는지 확인하려면 프로브 끝이 프로브 홀더의 끝과 동일한 높이에 있도록 플런저를 집어넣으십시오.

**주의: 프로브를 프로브 홀더에 삽입할 때 지나치게 많은 힘을 가하면 프로브 홀더에서 유리 프로브가 깨질 수 있습니다. 프로브를 설치할 때 손바닥으로 힘을 가하지 않도록 주의를 기울이십시오. 부상 가능성을 줄이기 위해, 핀셋을 사용하거나 (장갑 낀 손으로) 프로브의 측면을 잡고 힘을 가해 프로브를 홀더에 삽입하십시오.**

RTP를 사용해 액체를 샘플링하려면 프로브 홀더의 팁과 가장 가까운 위치 1까지 플런저를 누르고 플런저가 노치에 걸리도록 회전합니다. 대부분의 프로브는 액체 샘플링에 적합하도록 연장됩니다. 이 홀더를 잡고 샘플링할 때는 갑자기 잠금이 해제되는 일이 없도록 잠금 나사를 엄지손가락으로 고정하십시오. 잠금이 해제되면 프로브가 홀더로 들어가 버립니다.

RTP 끝을 액체 시료에 넣습니다. 프로브를 액체에 5mm 이상 넣어서는 안 됩니다 (1 ~ 3mm 깊이가 적합). 프로브가 액체에 삽입되는 길이(mm)가 늘어날수록 시료가 프로브에서 증발되는 데 더 오래 걸리고 컬럼 또는 질량 분석기가 과부하될 가능성이 있습니다. 농도가 매우 높은 시료 (1,000+ ppm) 또한 MS 과부하의 원인이 될 수 있습니다. 액체라도 소량의 시료를 샘플링하는 것이 가장 좋습니다. 아니면 시린지 또는 마이크로피펫을 사용해 소량(1µL)의 시료를 측정해 프로브 팁에 로딩하는 것이 좋습니다.

프로브를 액체에서 꺼내, 프로브가 아래쪽을 향하도록 잡은 상태에서 용매가 증발될 때까지 기다립니다. 프로브가 아래쪽을 향하도록 잡아야 액체가 프로브 위로 이동해 프로브 홀더를 오염시키는 것을 방지할 수 있습니다. 용매의 휘발성에 따라 용매가 증발하는 데 30 ~ 60초 이상 걸릴 수 있습니다. 예를 들어, 극성(물, 메탄올) 또는 점성이 있는(톨루엔) 용매는 건조되는 데 시간이 더 필요할 수 있습니다(일반적으로 30초 이상). 용매가 완전히 증발되기 전에

프로브를 프로브 홀더에 집어넣으면 프로브 홀더의 오염과 시료 캐리오버를 초래할 수 있습니다. 사용자 샘플링 오일을 사용해 프로브를 적절히 닦아내 프로브에서 불필요한 잔여물을 제거함으로써 로딩을 제어합니다.

시료가 완전히 증발되면 프로브를 홀더 안으로 넣어 프로브와 시료를 보호합니다. 준비를 마친 후 프로브 홀더를 주입구와 일치시키고 팁이 정지할 때까지 완전히 삽입합니다. 플런저를 완전히 누르고 **Start** 버튼을 누릅니다. 주입구에 프로브 홀더와 플런저를 넣고 약 5 ~ 8초 동안 기다려 시료를 증발시킨 다음에 플런저를 당겨 프로브 홀더를 분리합니다. 주입 준비가 되면 QuickProbe의 **Start** 버튼 조명이 초록색으로 바뀝니다. 주입 시간 동안 조명이 꺼지고, 프로브를 분리해야 할 때(주입 시간 종료) 조명이 깜빡입니다. 유리 프로브를 사용해 샘플링하는 경우 주입 시간은 약 5초로 설정해야 합니다. 이 백서에서 논의하는 모든 시료의 주입 시간은 5초입니다. 표 3에는 기기 조건이 나열되어 있습니다.

표 3. 원형 팁 및 포켓형 유리 프로브에 대한 GC 및 MSD 기기 조건

파라미터	값
QuickProbe 주입구	250°C, 분할 모드
프로브 주입 시간	5초
QuickProbe 컬럼 온도 프로그램	50°C(2초), 7°C/분의 속도로 310°C까지 가열(0초 또는 21초)
운반 가스 압력	헬륨, 15psi
GC 오븐 온도	280°C
이송 라인 온도	280°C
이온화원 온도	230°C
사중극자 온도	150°C
스캔	m/z 40 ~ 550
게인 계수	1
임계값	50
A/D 시료	1

## RTP를 사용해 정제, 식물 재료 및 기타 긁어낼 수 있는 재료 샘플링

정제 또는 식물 재료를 샘플링하는 경우 원형 팁 프로브를 사용합니다. 정제, 캡슐 또는 알약과 같은 시료는 외부에 코팅이 되어 있기 때문에 이러한 시료를 반으로 쪼개야 할 수 있습니다. 플런저를 위치 1 노치까지 누른 다음 나사를 노치 방향으로 돌리고 나사 반대쪽으로 손가락을 고정해 플런저가 예기치 않게 움직이는 것을 방지합니다.

프로브 홀더를 고정하고 적당한 힘을 가해 알약을 긁어낸 다음에 시료를 프로브로 옮깁니다. 1 ~ 3회의 긁음으로 프로브에 충분한 양이 로딩되어야 합니다. GC/MS 시스템에 과부하가 발생할 수 있으므로 프로브 팁에 많은 양의 고체 재료가 묻어서는 안 됩니다. 프로브 팁에서 소량의 고체 재료를 확인하지 못할 수도 있지만, 여기에는 문제가 없습니다. 그림 4는 RTP 팁에 적절한 양의 정제 고체 재료가 묻은 모습입니다. 프로브 팁에 많은 양의 고체 재료가 묻은 경우 프로브를 하단 노치까지 연장해 프로브를 더 많이 노출시키십시오. 프로브 주변에 보풀이 없는 천을 놓고, 천으로 프로브 끝까지 부드럽게 닦아 남은 고체 재료를 일부 제거하거나 프로브를 계량 용기에 두드려 고체 재료 일부를 떨어뜨립니다. 육안으로 보이는 고체 시료의 양이 줄거나 보이지 않아야 합니다. 프로브 홀더에 집어 넣고 QuickProbe 시스템에 삽입하는 절차는 액체 샘플링과 동일합니다.

## 포켓형 프로브

포켓형 프로브는 분말 또는 정제 시료에 가장 적합합니다(그림 5). 그림 4에서 확인할 수 있는 것처럼, 컵 디자인은 오목한 표면에 분말을 담을 수 있어 원형 팁 프로브보다 시료를 더욱 보호할 수 있습니다. RTP와 비슷하게, 분말 또는 정제 시료에서 화합물을 크로마토그래피로 분리하고 검출하는 데는 포켓이나 프로브 끝에 매우 소량의 시료만 필요합니다. 분말 및 정제 시료의 예와 관련된 크로마토그램은 나중에 설명합니다.

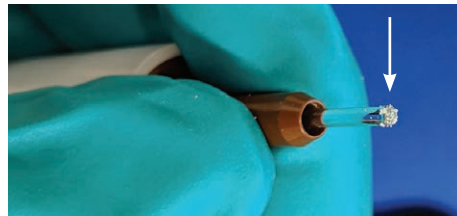


그림 5. 팁에 분말 시료가 묻은 포켓형 프로브

가능한 경우 분말 시료를 계량 용기에 넣습니다. 프로브를 프로브 홀더의 위치 1까지 연장한 다음에 플런저를 노치 방향으로 돌립니다. 프로브를 수직으로 잡고 프로브 팁을 분말에 한 번만 살짝 문힙니다. 분말이 프로브 측면으로 이동하지 않도록 주의를 기울이십시오. 그 다음에 계량 용기 측면에 프로브를 두드려 남은 분말을 털어냅니다. 캐리오버 또는 프로브 홀더 및 주입구의 오염을 예방하는 것이 목적입니다. 그림 5는 캐리오버 또는 오염 문제를 예방하면서 분말의 화합물을 효과적으로 검출하기 위해 포켓형 프로브 끝에 얼마만큼의 분말이 필요한지 보여줍니다.

분말을 그 자리(in situ)(예: 분말을 받은 봉지 또는 용기)에서 샘플링해야 하는 경우 유리 프로브 측면으로 용기를 건드리지 않도록 주의하십시오. 유리 프로브 측면에 분말이 묻으면 프로브 홀더 오염 및 시료 캐리오버가 발생할 수 있습니다.

정제는 원형 팁 프로브와 동일한, 프로브를 홀더의 첫 번째 노치까지 연장하는 방식으로 샘플링합니다.

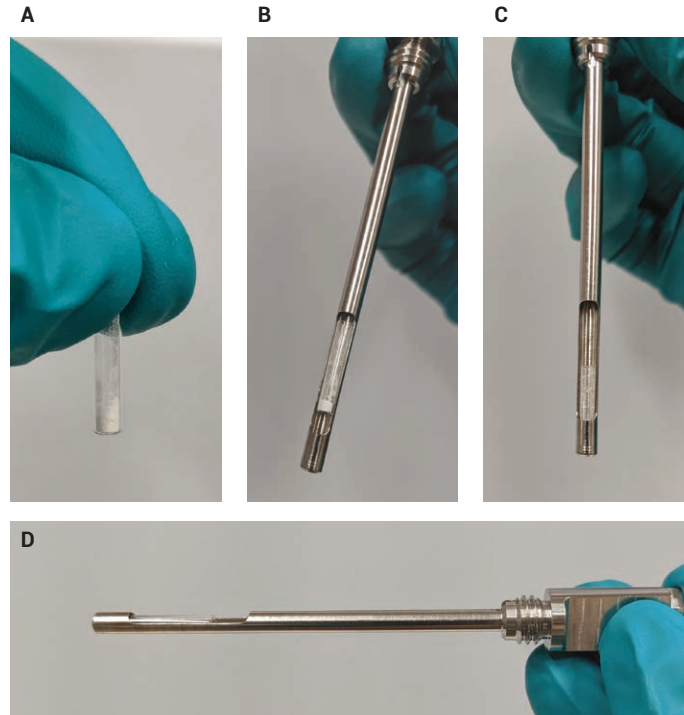
## TSP 바이알 및 전용 TSP 바이알 홀더

TSP 바이알은 휘발성 또는 준휘발성 화합물을 포함한 고체 시료를 삽입하는 데에 사용할 수 있으며, 이 화합물은 고체 시료의 내부 또는 표면에 있을 수 있습니다. 분말 또는 분쇄한 정제는 TSP 바이알을 사용해 시험할 수 있습니다(그림 6A). 예를 들어, 사용자는 식물 재료의 대마 또는 플라스틱 제품의 phthalate를 시험하려고 할 수 있습니다. 플라스틱의 경우 제품에서 잘라낸 작은 플라스틱 조각이나 가루를 낸 플라스틱 시료를 TSP 바이알에 넣을 수 있습니다. TSP 바이알이 작아서 시료를 로딩하는 데 어려움이 있을 수 있습니다. TSP 바이알 및 홀더의 경우 사용자는 홀더 공분석을 수집한 다음에 바이알을 삽입하고 바이알 공분석을 수집해야 합니다. 시료를 추가하려면 홀더에서 바이알을 꺼내야 합니다. TSP 바이알에 로딩하는 가장 좋은 방법은 소형 spatula나 핀셋을 사용해 시료를 바이알 하단에 떨어뜨리는 것입니다. 유리 또는 플라스틱 용기의 시료를 TSP 바이알로 옮기는 경우 재료에 정전하가 발생해 TSP 바이알에 떨어뜨리는 것이 어려울 수 있습니다. 일부 재료는 바이알 상단 측면이나 외부에 달라붙을 수 있습니다. 캐리오버 또는 오염을 예방하려면 TSP 바이알을 테이블 상단이나 다른 표면을 가볍게 두드려 바이알 밑바닥에 시료를 모은 다음에 보풀이 없는 천을 사용해 TSP 바이알 외부를 꼼꼼하게 닦습니다. TSP 바이알을 수직으로 고정된 TSP 바이알 홀더에 삽입합니다. 이때 바이알의 개방부가 위를 향해야 바이알 및 홀더에서 재료가 떨어지는 것을 예방할 수 있습니다(그림 6B). 그림 6B 및 6C에서 확인할 수 있는 것처럼, 바이알을 홀더 하단으로 밀어 넣습니다. 주입의 경우 그림 6D에서 QuickProbe 주입구에 삽입하기 위해 TSP 바이알 홀더를 잡는 방법을 보여줍니다. 재료 또는 바이알이 홀더에서 떨어지는 것을 방지하기 위해 홀더를 수평으로 잡아야 합니다. 이때 바이알이

위를 향하고 오목한 부분에 재료가 담긴 상태여야 합니다. 홀더 끝에는 삽입 방향을 표시하는 화살표가 있습니다. 위로 화살표는 오목한 부분이 위를 향하는 것이 올바름을 의미합니다.

TSP 바이알 시료의 경우 주입 시간이 더 길어질 수 있습니다. 예를 들어, 플라스틱 시료의 경우 시료의 phthalate와 다른

성분을 제거하기 위해 고온 주입구에서 더 많은 시간이 걸릴 수 있습니다. TSP 바이알 (시료 포함)은 분석이 시작될 때 주입구에 잠시 머무르게 해야 합니다. 시료 유형에 따라 10 ~ 45초 정도 소요될 수 있습니다. 이 백서에서 논의하는 시료의 주입 시간은 10초입니다. 표 4는 TSP 바이알 실험에 대한 기기 조건입니다.



**그림 6.** A) 분말 시료로 채운 TSP 바이알(테이블 상단을 두드려 바이알 하단에 분말을 모은 상태), B) 개방부가 위를 향하도록 TSP 바이알 홀더를 수직으로 잡고 바이알 로딩, C) TSP 바이알을 홀더 하단으로 밀어 주입 준비, D) Agilent QuickProbe 주입구에 삽입하기 위해 TSP 바이알 홀더를 수평으로 잡은 모습

**표 4.** TSP 바이알 시료용 GC 및 MSD 기기 조건

파라미터	값
QuickProbe 주입구	250°C, 분할 모드
프로브 주입 시간	10초
QuickProbe 컬럼 온도 프로그램	35°C(10초), 10°C/분의 속도로 340°C까지 가열(10초)
운반 가스 압력	헬륨, 15psi
GC 오븐 온도	280°C
이송 라인 온도	280°C
이온화원 온도	230°C
사중극자 온도	150°C
스캔	m/z 40~550
게인 계수	1
임계값	50
A/D 시료	1

## 기기 조건

QuickProbe GC/MS 시스템 및 소모품 시험에는 두 가지 기기 조건을 적용했습니다. 표 3은 유리 프로브, 원형 팁 또는 포켓형 팁으로 시료를 처리할 때의 분석법 파라미터를 요약해 제공합니다. 표 4는 TSP 바이알 분석법 파라미터를 요약해 제공합니다. TSP 바이알 설계 및 플라스틱 시험에서의 사용을 기반으로 볼 때 관심 대상 화합물의 휘발로 인해 주입 시간이 더 길어집니다.

## 권장 샘플링 워크플로

1. 시스템 공분석을 수행합니다.
2. 프로브 공분석을 수행합니다.
3. 시료를 분석합니다.
4. 공분석을 수행합니다.
5. 필요한 경우 표준물질을 분석합니다.

다음은 각 단계에 대한 설명입니다.

1. 시스템 공분석은 일반 GC/MS 공분석과 마찬가지로 시퀀스 또는 일과를 시작할 때 진행합니다.
2. 프로브는 프로브 홀더에 설치한 다음에 주입구에 삽입합니다. 유리(원형 팁 또는 포켓형) 프로브는 약 5초 (이 시스템의 일반 주입 시간) 동안 주입구에 머무르게 합니다.

3. 프로브 공분석이 완료되면 프로브 홀더의 프로브를 사용해 시료를 수집합니다. 액체 및 정제 시료의 경우 원형 팁 프로브를 사용하는 것이 가장 좋습니다. 시료가 분말 및 정제 부스러기 형태인 경우에는 포켓형 프로브를 사용합니다. TSP 바이알은 식물 재료 또는 플라스틱과 같은 고체 시료에 사용할 수 있습니다. 2단계에 따라 프로브에서 시료를 분석합니다. 효과적인 가열 및 GC/MS 시스템으로의 시료 이동을 위해 TSP 바이알 및 프로브의 시료에 따라 프로브 삽입 ("주입") 시간을 10초 또는 최대 45초로 늘릴 수 있습니다. 예를 들어, phthalate 분석을 위한 플라스틱 시료의 경우 주입구에서 더 오래 머물러야 합니다.
4. 시스템 공분석을 실행해 캐리오버 또는 주입구 오염이 없음을 확인합니다. 프로브 홀더 공분석을 실행해 프로브 홀더 팁에 오염이 없는지 확인할 수 있습니다.

이 워크플로를 사용해 액체, 정제 및 분말과 같은 다양한 시료 유형의 경우 원형 팁 및 포켓형 프로브, 식물 재료, 얇은 플라스틱 및 분말의 경우 TSP 바이알의 성능을 시험했습니다. Agilent MassHunter 데이터 수집 소프트웨어를 사용해 데이터를 수집했습니다. 데이터는 Agilent MassHunter Unknowns Analysis의 deconvolution 및 라이브러리 매칭 기능을 사용해 분석했습니다. 데이터 분석 소프트웨어의 NIST14 라이브러리 (라이브러리 매치 컷오프 70)를 deconvoluted 피크의 질량 스펙트럼과 비교했습니다. Agilent ChemStation Enhanced 데이터 분석을 NIST 라이브러리와 함께 사용해 MS 피크를 각 화합물과 매칭시킬 수 있습니다.

## 결과 및 토의: 액체, 분말 및 정제 샘플링에 샘플링 워크플로 및 프로브 사용

### 시스템 공분석

시스템 공분석은 대부분의 GC/MS 시스템과 마찬가지로 데이터 분석을 시작할 때나 일과를 시작할 때 수행해야 합니다. 시스템 공분석은 편평한 베이스라인을 얻기 위해 2 ~ 5회 반복합니다. 일반적으로 두 번째 분석에서 편평한 베이스라인을 얻을 수 있습니다. 그림 7은 일일 최초 3회의 시스템 공분석에 대한 총 이온 크로마토그램(TIC)을 보여줍니다. 시스템이 안정화되었는지 확인하기 위해 시스템 데이터 수집 분석법을 로딩하고 온도를 올린 상태에서 이러한 분석법 파라미터에서 약 30분 동안 유지합니다. 그림 7A는 3회의 시스템 공분석 (공분석 1은 검은색, 공분석 2는 파란색, 공분석 3은 빨간색)의 오버레이를 보여주며, 여기서 첫 번째 분석의 bis(2-ethylhexyl) phthalate 피크가 큼니다. 공분석 2와 3은 베이스라인에 아주 접근합니다. 그림 7B는 베이스라인 부분을 확대한 것으로 이러한 공분석을 더 잘 보여줍니다. 최초 시스템 공분석 후 베이스라인이 빠르게 편평해지고 작은 bis(2-ethylhexyl)phthalate 피크만 나타납니다.

### 프로브 공분석

시스템 공분석이 완료되면 프로브 공분석을 위해 프로브를 홀더에 설치하고 QuickProbe 시스템에 삽입해야 합니다. 프로브 공분석은 편평하거나 매우 낮은 베이스라인을 얻기 위해 2 ~ 3회 반복합니다. 일반적으로 1 ~ 3회 분석 시 오염이 제거됩니다. 그림 8은 프로브 공분석의 대표적인 데이터 세트를 보여줍니다.

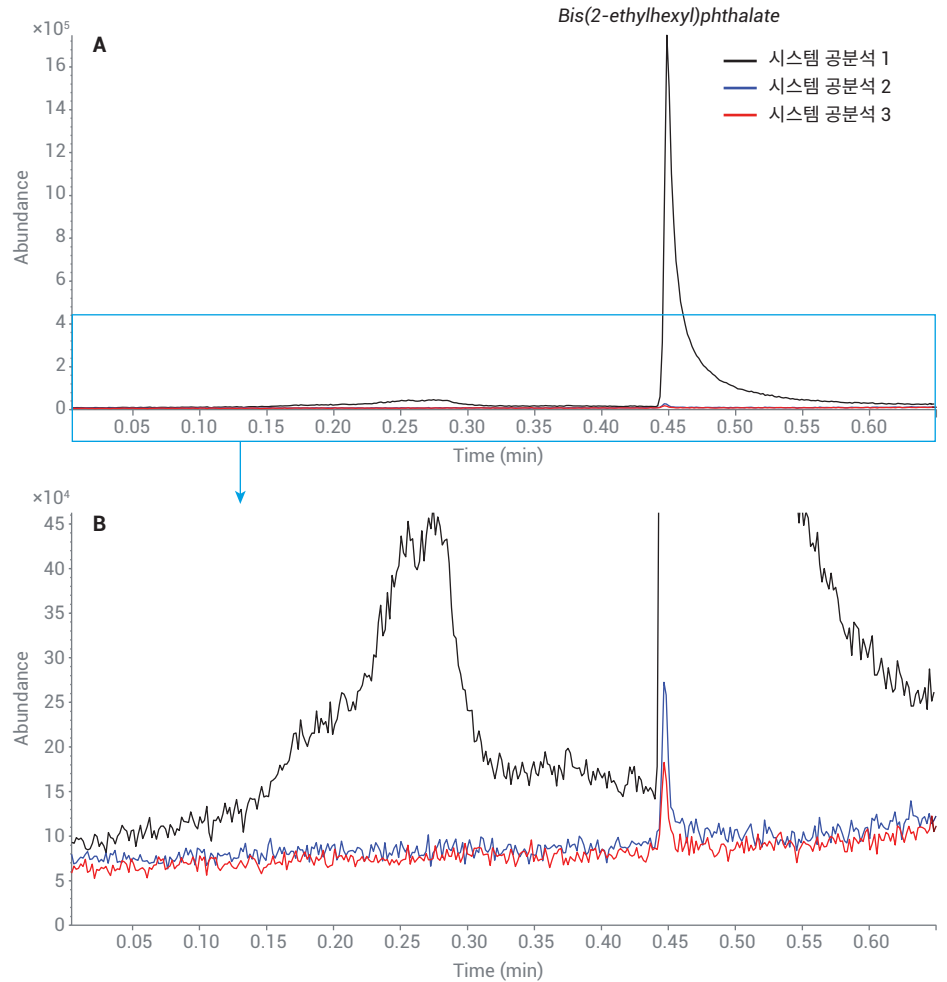


그림 7. A) 시스템 최초 시작 후 공분석을 표시하기 위해 오버레이된 시스템 공분석 1(검은색), 2(파란색) 및 3(빨간색), B) 공분석 2와 3을 자세하게 확인할 수 있는 베이스라인 부분 확대 사진

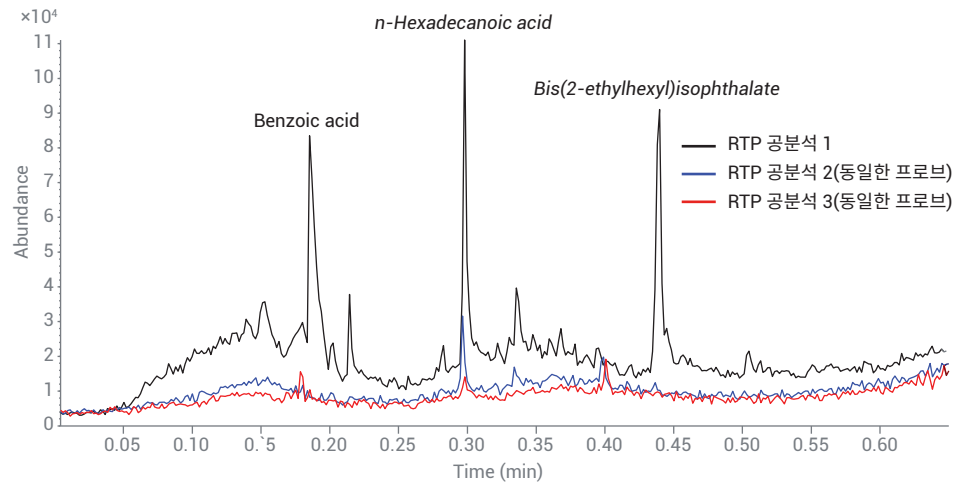


그림 8. 공분석 횟수 증가에 따른 백그라운드 감소를 보여주는 원형 팁 프로브(RTP) 반복 공분석, 공분석 1은 검은색, 공분석 2는 파란색 및 공분석 3은 빨간색

그림 8에서 확인할 수 있는 것처럼 palmitic acid(*n*-hexadecanoic acid), stearic acid (octadecanoic acid) 및 일부 phthalate (예: *bis*(2-ethylhexyl)isophthalate)가 관찰되는 것이 일반적입니다. RTP를 프로브 홀더에 삽입하고, QuickProbe 장치에서 2회의 프로브 공분석을 완료한 다음 2회의 공분석을 추가로 진행합니다. 첫 번째 분석에서 palmitic acid, benzoic acid 및 *bis*(2-ethylhexyl)isophthalate가 측정 가능한 수준으로 나타납니다. 두 번째 공분석(파란색 선)을 마친 뒤 백그라운드 프로파일의 크게 감소합니다(계수가 10에 근접). 세 번째 동일한 프로브 공분석(빨간색 선)에서 피크가 더 감소합니다. 동일한

프로브 공분석을 대략 3 ~ 5회 반복한 후 백그라운드 프로파일이 안정화되고 크게 감소하지 않는 것으로 나타납니다. 3회 공분석 후 지방산과 다른 백그라운드 피크가 베이스라인 수준 이하에 있는 것이 일반적이며 실제 시료의 화합물에 비해 뚜렷하지 않거나 검출되지 않습니다. PTEG 포장은 백그라운드 오염을 줄이는 데 도움을 주지만, 프로브가 플라스틱 포장 및 환경에 노출되면 경미한 백그라운드 오염이 발생할 수 있습니다.

반복적인 프로브 공분석이 부담스러울 경우, 프로브를 사용 전에 각각 극성 용매와 비극성 용매로 헹군 후 500°C의 건조 오븐에 5시간 동안 둘 수 있습니다.

### RTP를 사용한 액체 샘플링

마약성 진통제와 같은 동일한 등급 유형의 화합물이 포함된 액체 혼합물을 사용해 인접 용리되는 화합물을 분리 및 식별하는 QuickProbe 시스템의 성능을 테스트할 수 있습니다.

Amphetamine, phentermine, methamphetamine, MDA, MDMA 및 MDEA가 포함된 메탄올의 아민 혼합물(250µg/mL)을 RTP를 사용해 샘플링했습니다. 메탄올은 극성 용매이기 때문에 RTP 끝에서 건조되는 데 더 많은 시간이 걸렸습니다. 일반적인 GC/MS 분석의 경우 이러한 피크는 조기에 용리되는 경향이 있고 주입구 및 컬럼 파라미터에 민감합니다. 그림 9는 이러한 조기 용리 화합물을 분리하는 시스템의 성능을 잘 보여줍니다. 아민류의 6가지 화합물을 모두 식별했으며, 라이브러리 매치 스코어가 88 이상이었습니다. 피크가 완전히 베이스라인 분리되지는 않았지만, 데이터 분석 소프트웨어가 각 화합물을 정확하게 식별할 수 있고 라이브러리 매치 스코어가 높습니다.

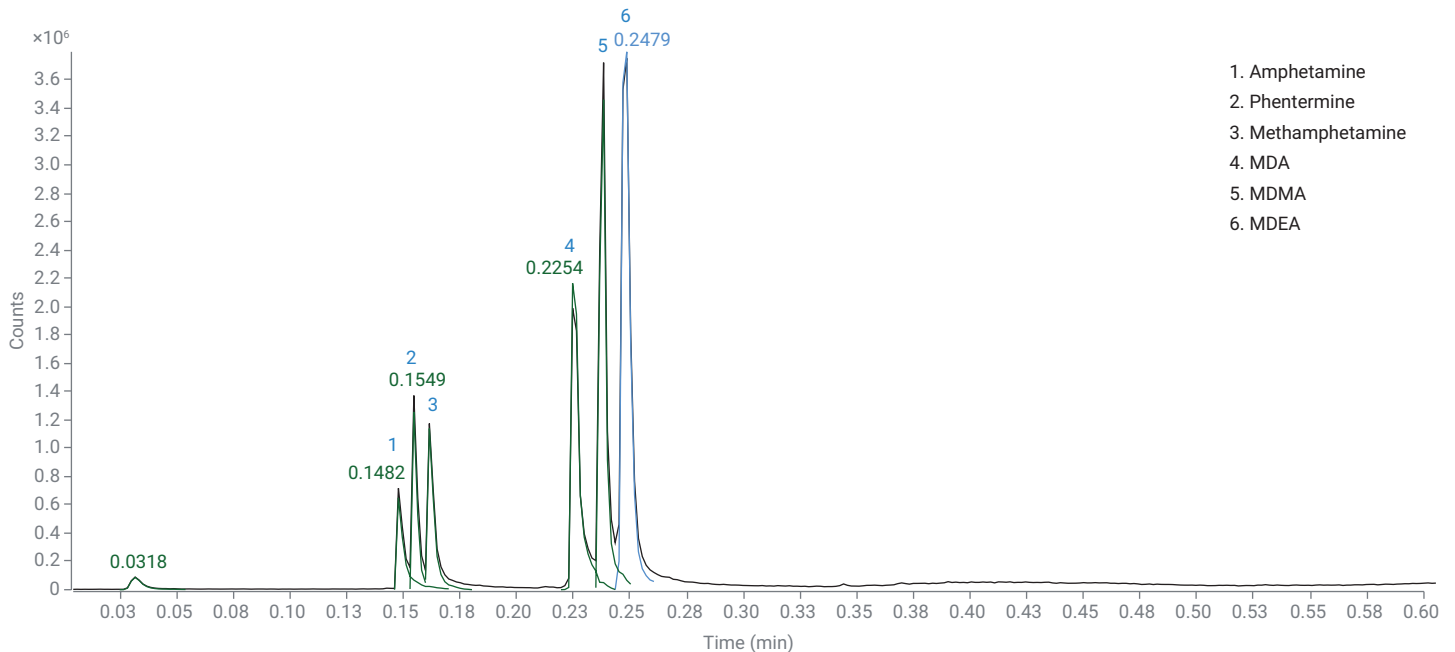


그림 9. RTP로 샘플링한 메탄올 내 250µg/mL의 아민 혼합물 TIC

마약성 진통제 화합물 종도 QuickProbe 시스템 성능 테스트를 위해 분석되었습니다. 특정 마약성 진통제 화합물이 일반 GC/MS 시스템에서 테일링을 보이는 것으로 알려져 있고 분석 시간이 길기 때문에 늦게 용리되고 식별이 어려운 화합물 유형이었습니다. 분석 시간 1분 이내로 QuickProbe GC/MS 시스템을 사용해 5가지 마약성 진통제 화합물을 모두 분리 및 확인했습니다 (그림 10). 아민류와 마찬가지로 모든 마약성 진통제 화합물이 오븐 파라미터 조건에서 베이스라인 분리되는 것은 아니지만 모든 화합물이 성공적으로 확인되었고 라이브러리 매치 스코어가 95 이상이었습니다. 또한, 빠른 분석법은 hydrocodone 및 oxycodone을 포함한 마약성 진통제 화합물에 대해 우수한 피크 모양을 유지했습니다. 이러한 화합물을 베이스라인 분리해야 하는 경우 QuickProbe 파라미터를 변경해 분리를 개선할 수 있습니다.

### 에어로졸(스프레이 병에 든 액체) 샘플링

에어로졸 스프레이 병 내용물은 프로브를 사용해 시험할 수 있습니다. 프로브를 액체에 담그거나 내용물을 프로브에 분사하거나 플라스틱 계량 용기와 같은 표면에 내용물을 분사한 다음에 프로브로 터치하는 방법을 사용합니다. Nitroglycerin이 담긴 스프레이 병으로 원형 팁 프로브에 분사하고 건조될 때까지 기다렸다가 시스템에서 시험했습니다(그림 11). 에어로졸을 분사하면 프로브의 긴 부분을 따라 많은 물방울이 남기 때문에 건조하는 데 오랜 시간이 걸릴 수 있습니다. Nitroglycerin 분사의 경우 기름기가 일관되게 형성되고 프로브에서 건조되는 데 1분 이상 걸립니다. 프로브 홀더, 그리고 라이너 또는 컬럼과 같은 전체 QuickProbe GC/MS 시스템의 캐리오버를 예방하려면 에어로졸을 다룰 때 주의를 기울여야 합니다.

이 nitroglycerin 분무 시료는 앞에서 논의한 일부 혼합물과 비교해 크로마토그램이 매우 복잡합니다. Unknowns Analysis data analysis 소프트웨어를 사용해 데이터를

deconvolute 했고 질량 스펙트럼을 NIST14 라이브러리 질량 스펙트럼과 비교했습니다 (매치 스코어 컷오프 70). 식별한 화합물에는 eucalyptol, levomenthol, menthol, 1,3-dicaprin, 1-dioctanoin, glycerols 및 유기 에틸 에스테르 산성 화합물(예: ethyl ester octanoic acid 및 *n*-caprylic acid isobutyl ester)이 있습니다.

액체 시료의 화합물 농도 또는 사용자의 에어로졸 샘플링 방법에 따라 에어로졸과 같은 액체 시료에 캐리오버가 발생할 수 있습니다. 에어로졸을 프로브에 직접

분사하면 분사물이 닿는 부분을 통제하는 것이 어려울 수 있습니다. 이러한 문제를 완화하기 위해 에어로졸을 플라스틱 계량 용기나 비슷한 표면에 분사한 다음에 프로브로 해당 표면을 터치할 수 있습니다. 이러한 방법을 사용해 프로브에 묻은 점성 시료의 증발 시간을 줄일 수 있습니다. 프로브 팁과 측면에 묻은 시료의 양이 감소하기 때문입니다. 에어로졸을 우선 계량 용기나 다른 샘플링 매체에 분사해 프로브 측면에 시료가 묻지 않게 하는 것이 이상적입니다.

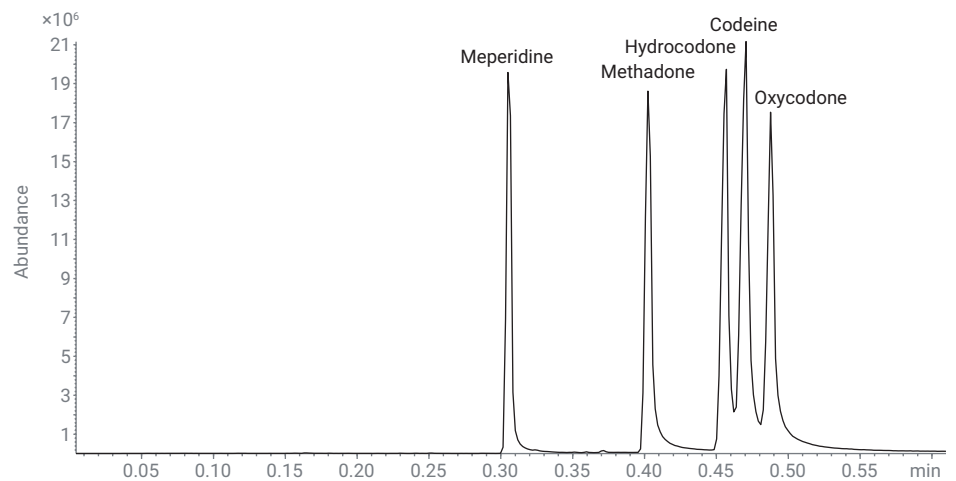


그림 10. RTP를 사용해 액체 시료(메탄올)에서 마약성 진통제 화합물(250µg/mL) 고속 분리를 보여주는 Agilent QuickProbe GC/MS TIC

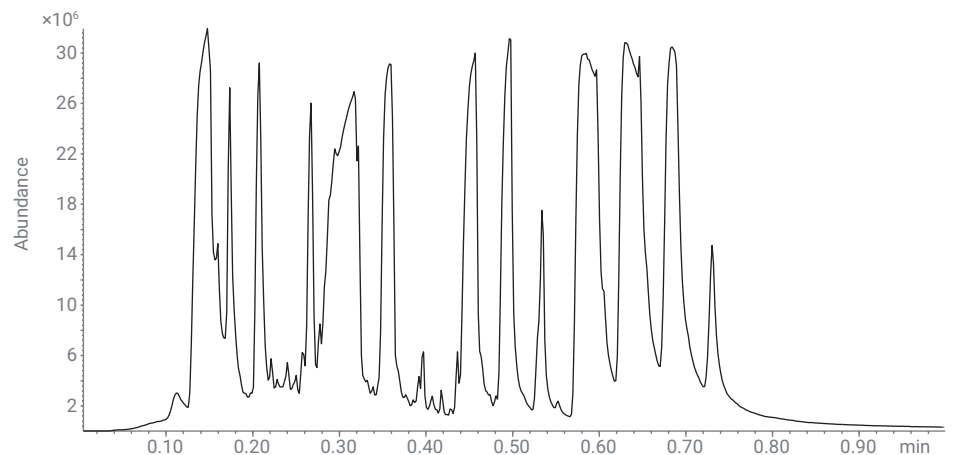


그림 11. RTP에 분사한 nitroglycerin 에어로졸의 TIC, 대부분의 피크가 에스테르 및 알코올에 해당.

그림 12는 에어로졸을 연장된 프로브에 분사했을 때의 결과를 보여 줍니다(프로브 홀더에 들어 있는 상태). 검은색 선은 nitroglycerin을 분사한 후 프로브 공분석을 수행한 결과로, glycerol과 같은 여러 화합물이 높은 감응을 나타내는데, 이는 프로브 홀더 또는 시스템이 오염되었음을 나타냅니다. 다음 분석은 시스템 공분석(빨간색 선으로 표시)으로 존재비는 낮지만 여전히 glycerol 오염물질 피크가 일부 나타납니다. 이러한 결과는 시스템, 특히 라이너가 오염되었음을 나타냅니다. 이 결과는 프로브 홀더 팁 또한 오염되었을 가능성을 배제할 수 없습니다. 따라서 시스템이 냉각되었을 때 프로브 홀더 팁을 새 팁으로 교체했습니다. 프로브 홀더 팁이 오염되면 팁을 분리해 메탄올 또는 아세톤으로 헹구고 건조시킨 후 약 80°C로 설정된 오븐에 15 ~ 30분 동안 넣어 오염을 제거할 수 있습니다. 사용자 안전을 위해 시스템을 상온에서 냉각한 다음에 새 라이너를 설치했습니다. 시스템을 더 낮은 온도에서 약 15분 동안 두어 주입구

영역에서 모든 공기가 빠져나가도록 했습니다. 그 다음에 온도를 높여 추가 오염이 있는지 시험했습니다. 그림 12의 파란색 선은 새 라이너 설치 후 시스템 공분석 결과를 보여주는 것으로 여기에는 잔류 glycerol 또는 기타 오염물질 피크가 나타나지 않았습니다.

점성이 낮은 액체 시료 또한 캐리오버를 나타낼 수 있습니다. 구체적으로 화합물의 농도가 높거나 물과 같은 극성 액체에 용해되는 경우가 여기에 해당합니다. 물이 건조되는 데 상당한 시간이 걸립니다. 프로브를 프로브 홀더에 집어넣기 전에 프로브를 건조하지 않으면 프로브 홀더 팁이 오염될 수 있습니다. 또한 캐리오버에 대해 우려하는 경우 가장 좋은 방법은 시료를 분석하고 공분석을 즉시 실행해 캐리오버를 시험하는 것입니다. Diphenhydramine 액체 시료(50mg/mL의 식염수 용액)를 구입해 고농도 시료를 함유한 수용액을 시험했습니다. Diphenhydramine 액체를 RTP로 샘플링하는 경우 이 용매는 증발하는데 오랜 시간이 걸렸습니다(약 60초 이상).

그림 13A는 diphenhydramine 시료의 TIC를 나타내며, 여기서 diphenhydramine은 0.35 ~ 0.44분 사이의, 과량 주입으로 인한 매우 큰 피크로 나타납니다. RTP를 프로브 홀더에서 분리해 폐기한 다음 프로브 홀더 공분석을 수행했습니다. 시료의 농도가 높고 식염수에 용해되었기 때문입니다(그림 13B). 그림 13B에서 확인할 수 있는 것처럼, 이때 시료를 즉시 검토하지 않았고 0.35분에서 diphenhydramine의 캐리오버가 확인되지 않았습니다. RTP를 새로 설치해 수행한 다음 공분석에서도 캐리오버가 나타났습니다(그림 13C 및 13D). 공분석 횟수가 늘어나면서 diphenhydramine 캐리오버가 감소했지만 프로브 홀더 팁을 분리하고 새 팁을 설치해 시간을 절약하고 반복적인 공분석을 줄였습니다. 오염된 프로브 홀더 팁을 메탄올로 헹구고 80°C 오븐에서 약 1시간 동안 건조했습니다. 프로브 홀더 공분석에서 캐리오버가 즉시 확인되는 경우(그림 13B) 시스템 또는 프로브 홀더가 오염되었는지를 확인하기 위해 프로브 홀더 공분석 후 즉시 시스템

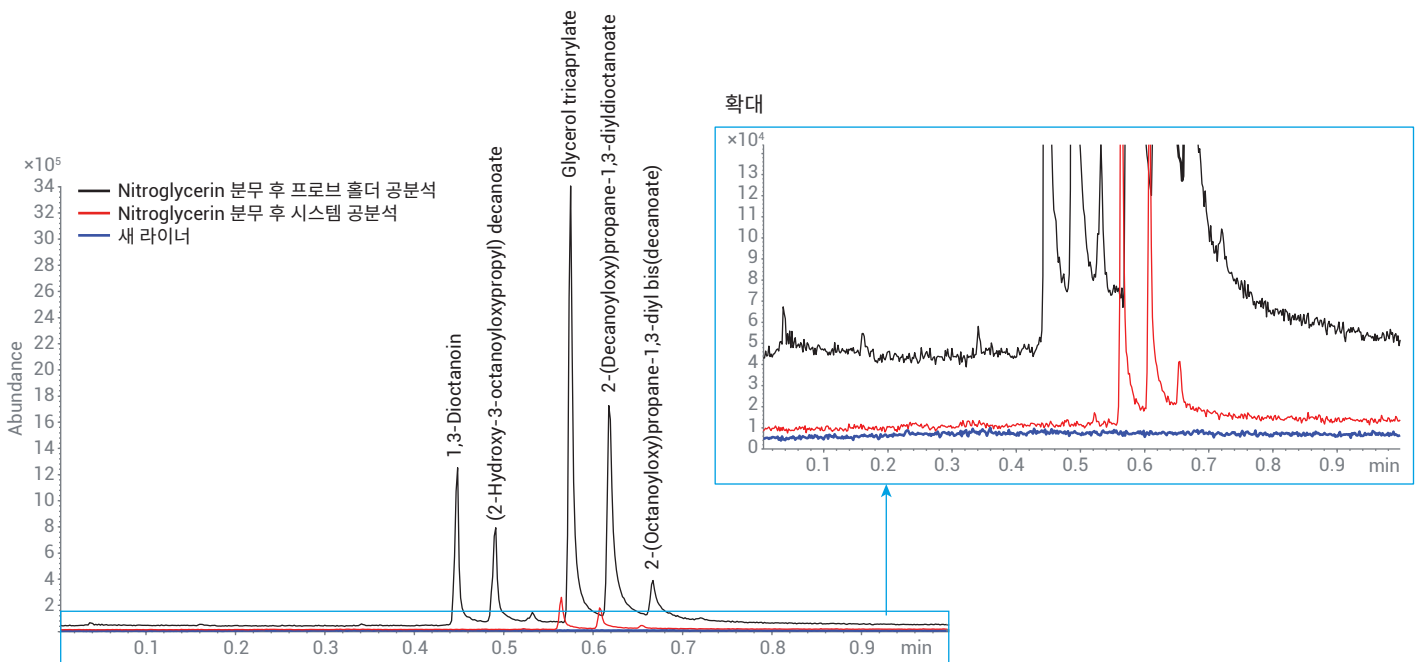


그림 12. 공분석 크로마토그램의 nitroglycerin 분무로 인한 캐리오버 및 새 라이너를 사용한 깨끗한 시스템 공분석, 삽도: 베이스라인 확대 모습

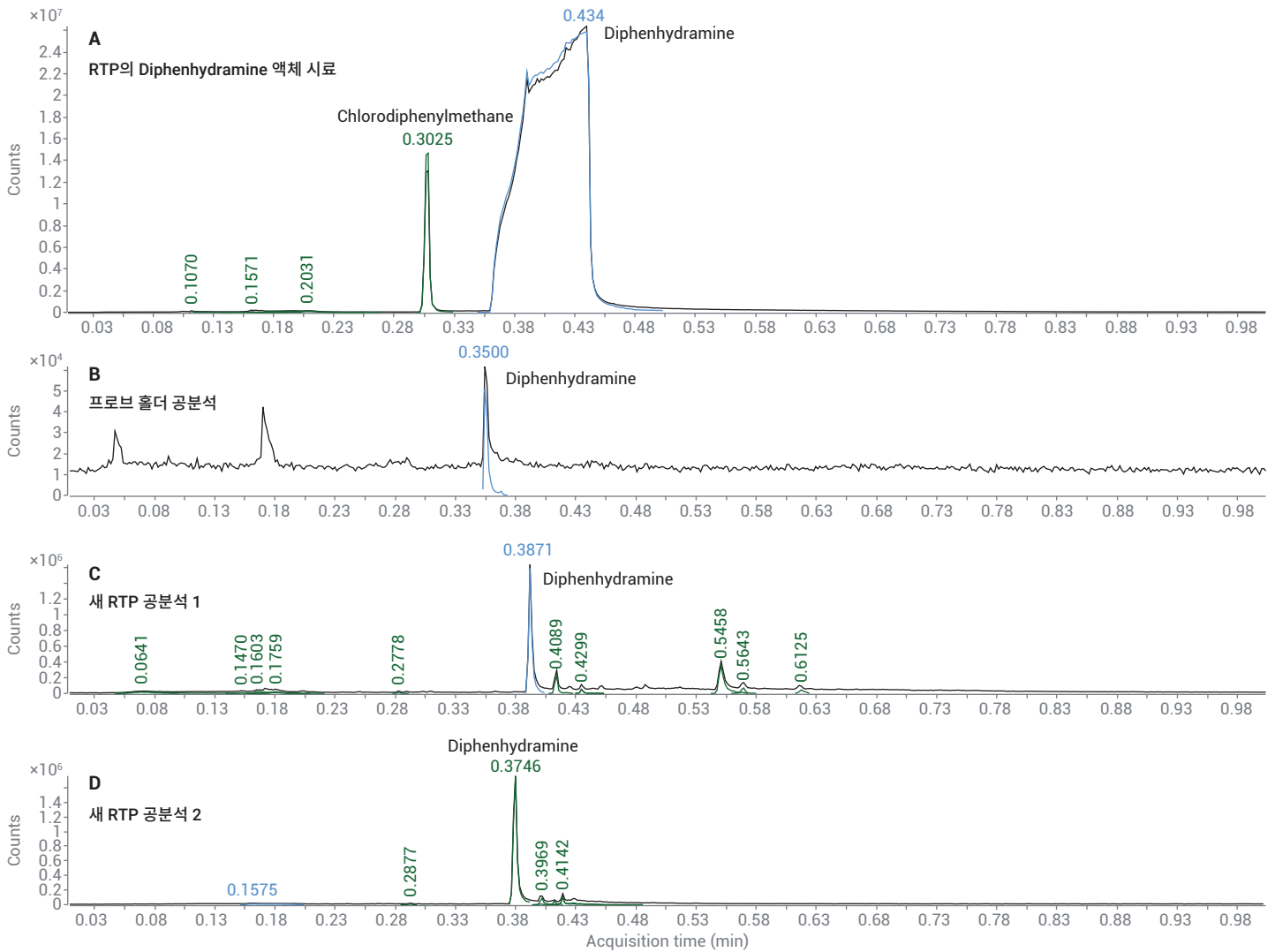


그림 13. A) RTP를 사용했을 때 diphenhydramine 액체 시료의 TIC(50mg/mL의 식염수 용액), B) diphenhydramine RTP를 분리한 후 프로브 홀더 공분석 TIC, C) 프로브 홀더에 설치된 새 RTP에 대한 첫 번째 공분석 TIC, D) 프로브 홀더에 설치한 동일한 RTP에 대한 두 번째 공분석 TIC

공분석을 수행해 시간을 추가로 절약할 수 있었습니다. 시스템 공분석에서 캐리오버가 나타나지 않는 경우 프로브 홀더 팁을 더 빨리 교체할 수 있지만 분석 시간 및 분석 사이의 시간을 생각해 봤을 때 분석 시간을 1분이라고 보면 낭비되는 시간은 4분 정도에 불과합니다. 가장 좋은 방법은 시스템 및 프로브 홀더가 깨끗한지 확인하기 위해 시료 다음에 프로브 홀더와 시스템 공분석을 수행하는 것입니다.

### RTP를 사용해 정제 긁어내기

정제 내부 및 외부 모두를 샘플링하면 정제 성분, 취급 및 주변 환경에 대한 정보를 제공해 줄 수 있습니다. 일부 정제의 외부는 설탕 또는 비활성 성분으로 코팅되었기 때문에 정제를 잘라 내부를 노출시켜야 활성 화합물에 대한 정확한 분석이 가능합니다. 일부 경우에 유리 프로브에 힘을 가해 외부 표면을 긁어내 내부 성분을 노출시킬 수 있습니다.

외부가 코팅된 정제의 예로 ibuprofen을 들 수 있습니다. 원형 팁 프로브를 사용해 ibuprofen 정제 외부를 부드럽게 긁어낸 (프로브 팁을 사용해 3~5회 가볍게 긁어냄) 다음, QuickProbe 장치에서 시험했습니다. 다음에 새 RTP를 설치해 공분석을 실행한 다음에 동일한 정제의 다른 부분에 힘을 가해 긁어냈습니다(약 5회 긁어냄). 이에 따라 빨간색 외부 코팅이 벗겨지고 조그마하게 하얀색 물질이 관찰되는 내부가

드러났습니다. 세 번째로 정제를 반으로 자르고 새 RTP를 설치해 공분석을 실행한 다음에 노출된 ibuprofen 정제 내부를 프로브로 긁어냈습니다. 각 TIC를 오버레이해 샘플링 힘과 위치 변화에 따른 결과를 비교했습니다(그림 14). Ibuprofen과 마찬가지로 정제 내부 시료 및 힘을 가해 수집한 외부 부스러기 시료의 TIC에서 유의미한 피크가 확인되었고 두 가지 크로마토그램의 매치 스코어는 98이었습니다. 부드럽게 정제 외부를 긁어내는 경우 ibuprofen과 일치하는 피크가 나타나지 않았습니다.

정제 외부 시료 분석을 통해 정제가 노출되는 환경에 대한 정보를 얻을 수 있습니다. Lorazepam 정제를 구입했습니다. Ibuprofen 정제와 마찬가지로 정제 외부를 새 RTP로 한 번 긁어낸 다음에 시험했습니다. 그림 15는 lorazepam 정제

외부 분석 결과입니다. 매치 스코어가 각각 84, 83 및 97인 aspirin, ibuprofen 및 acetaminophen과 마찬가지로 Lorazepam은 0.45분에서 확인되었고 매치 스코어는 84이었습니다. 이는 lorazepam을 이러한

화합물 근처에서 보관했음을 나타냅니다. Palmitic acid, stearic acid 및 oleamide는 일반적인 지방산으로 정제를 처리하는 직원으로부터 유입되었을 가능성이 있습니다.

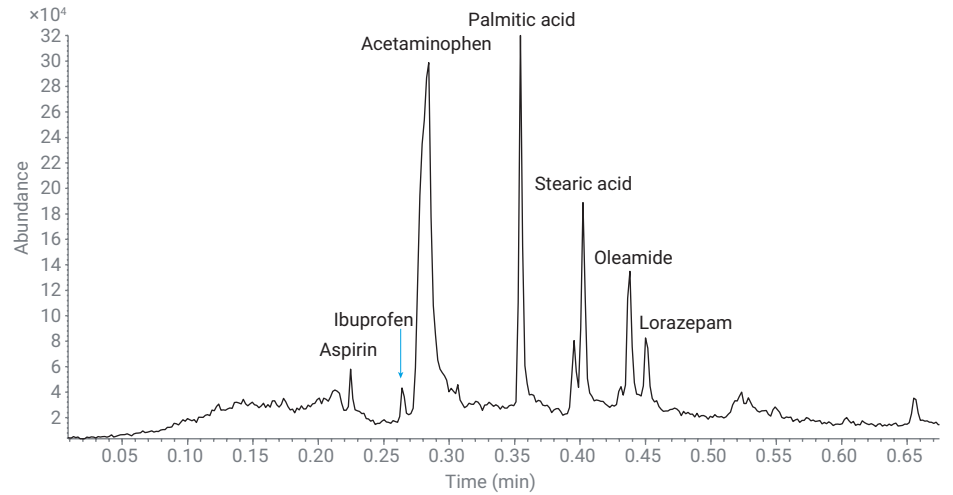


그림 15. RTP를 사용해 lorazepam 정제의 외부를 긁어냈을 때의 TIC

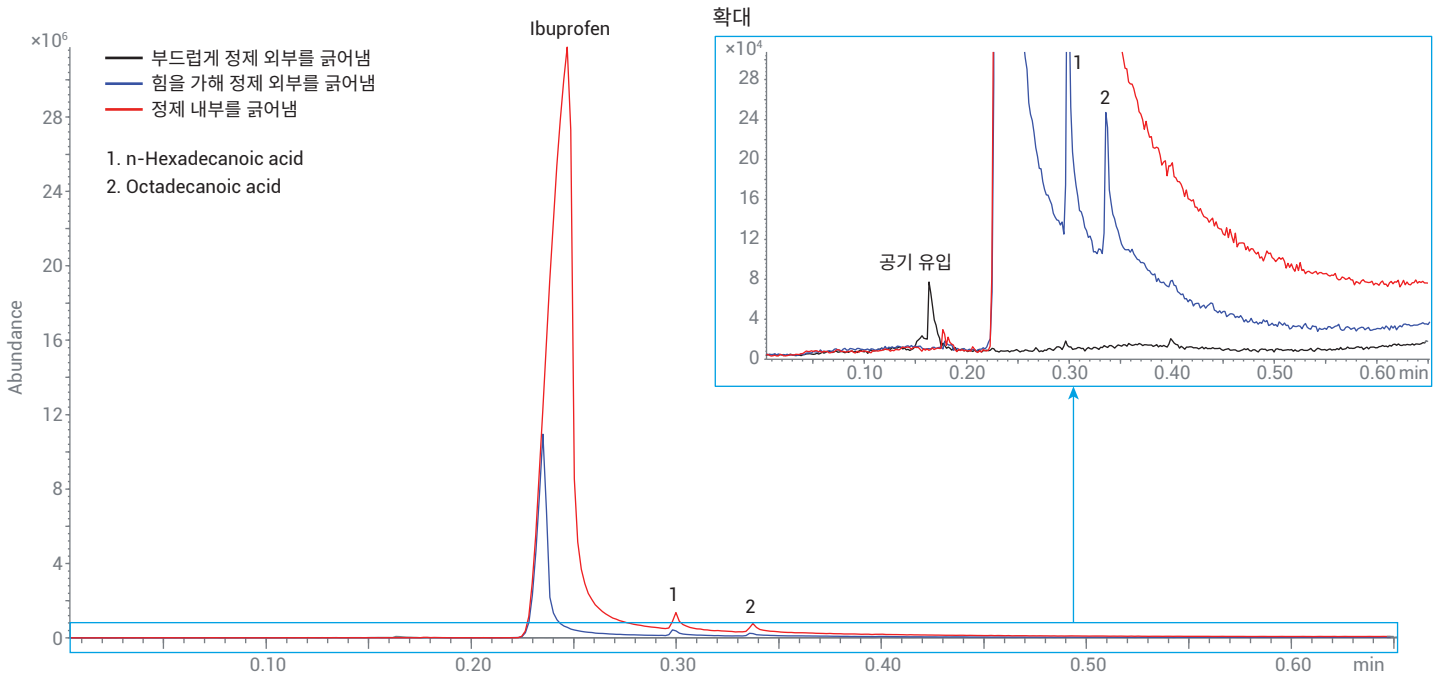


그림 14. Ibuprofen 정제의 외부를 부드럽게 긁어낸 경우(검은색), 외부의 코팅을 제거하기 위해 충분한 힘을 가해 ibuprofen을 긁어낸 경우(파란색) 및 ibuprofen 정제를 반으로 자른 후 정제 내부를 긁어낸 경우의 TIC 비교. 확대 부분(삽도)은 부드럽게 긁어낸 외부 시료를 다른 두 가지 TIC와 비교한 TIC 스케일을 보여줍니다. 세 가지 모든 시료에 다른 원형 팁 프로브를 사용했습니다.

Lorazepam 정제를 반으로 자르고 새 RTP를 사용해 내부를 긁어냈습니다. 그림 16A는 lorazepam 정제 내부 분석 결과입니다. 이번에도 lorazepam이 0.45분에서 나타났고 MS를 통해 이를 확인했습니다(그림 16B). 이는 NIST14 스펙트럼의 스코어 98과 일치합니다. 정제 내부를 긁어내는 경우 ibuprofen, acetaminophen, stearic acid 및 palmitic acid를 나타내는 작은 피크가 관찰됩니다. 이는 정제를 자를 때 자르는 도구에서 유입되거나 내부를 긁어내기 위해 정제를 취급할 때 유입되었을 가능성이 있습니다. 시스템 공분석과 프로브 공분석에서 이러한 화합물 오염이 나타나지 않았기 때문에 캐리오버로 인한 피크일 가능성은 없습니다. 정제 내부를 긁어냈을 때 TIC에서 이러한 화합물이 관찰되는 것이 분석 측면에서 우려된다면 보풀이 없는 천으로 정제를 잡아 장갑으로 전달되는 것을 예방할 수 있습니다.

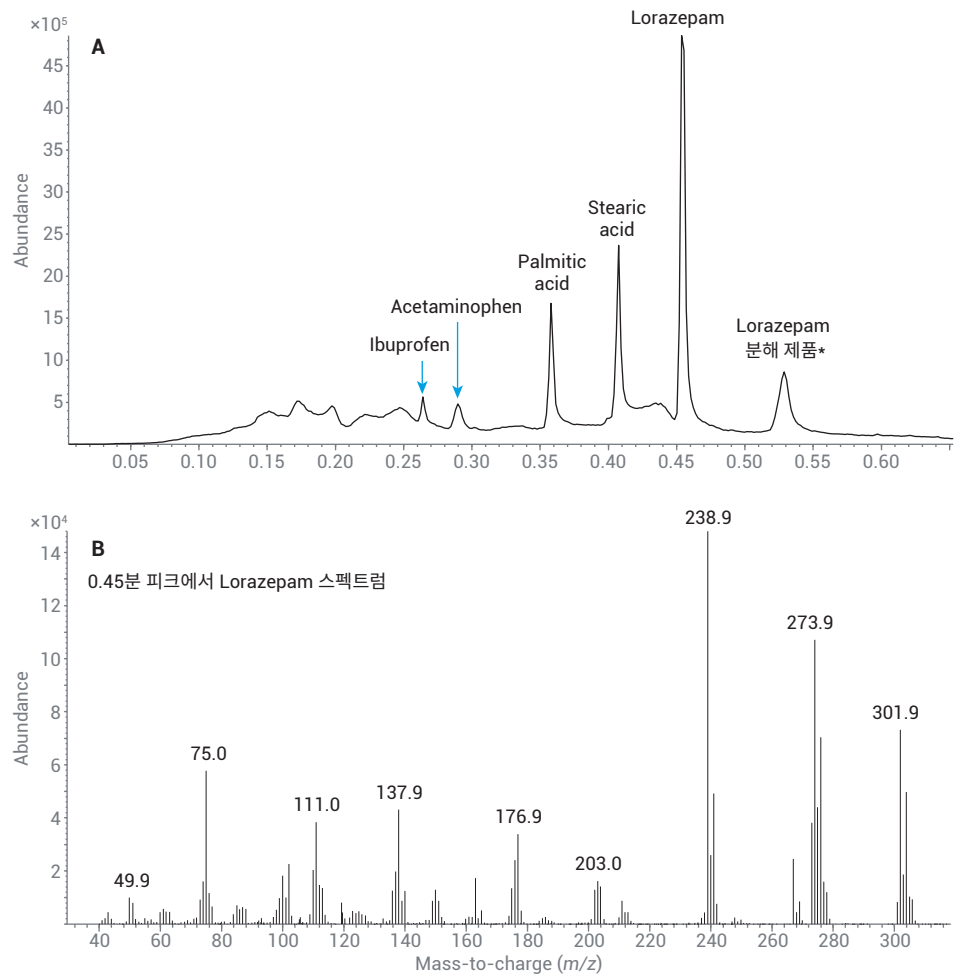


그림 16. lorazepam 정제를 절반으로 자르고 RTP를 사용해 긁어냈을 때의 TIC(A) 및 질량 스펙트럼(B)

RTP를 사용해 정제 외부와 내부를  
긋어낸 후 비교하는 세 번째 예는  
hydrocodone/ibuprofen 정제를  
사용했습니다. 이전 예와 마찬가지로 RTP를  
사용해 정제를 1 ~ 3회 긋어내 시료를 팁에  
모은 다음에 QuickProbe GC/MS 시스템에  
삽입했습니다. 그 다음에 새 프로브를 프로브  
홀더에 설치하고 hydrocodone/ibuprofen  
정제를 반으로 자르는 동안 프로브 공분석을  
실행했습니다. 새 RTP로 정제의 노출된

내부를 긋어내 해당 시료를 분석했습니다.  
그림 17은 동일한 정제의 외부 시료(파란색)와  
내부 시료(검은색)의 TIC 오버레이를  
나타냅니다. 매우 큰 ibuprofen 피크와 더  
작지만 쉽게 식별할 수 있는 hydrocodone  
피크가 검은색 선(정제 내부)으로  
나타납니다. Ibuprofen 피크는 검출기의  
과부하 수치에 근접하며 존재비는  $10^6$ 을  
초과(존재비 단위)하며, hydrocodone보다  
훨씬 더 높은 농도로 존재합니다. 확대한

그림은 acetaminophen의 정제 외부  
성분, caffeine, 지방산 및 0.264분에서  
나타난 매우 작은 ibuprofen 피크  
(acetaminophen 바로 앞)를 보여주며,  
hydrocodone/ibuprofen 정제 외부가  
코팅되어 있어 정제 성분을 확인하려면  
긋어내거나 잘라내야 함을 의미합니다.  
정제 외부에서 확인된 화합물은 해당  
정제의 보관 환경을 보여줍니다.

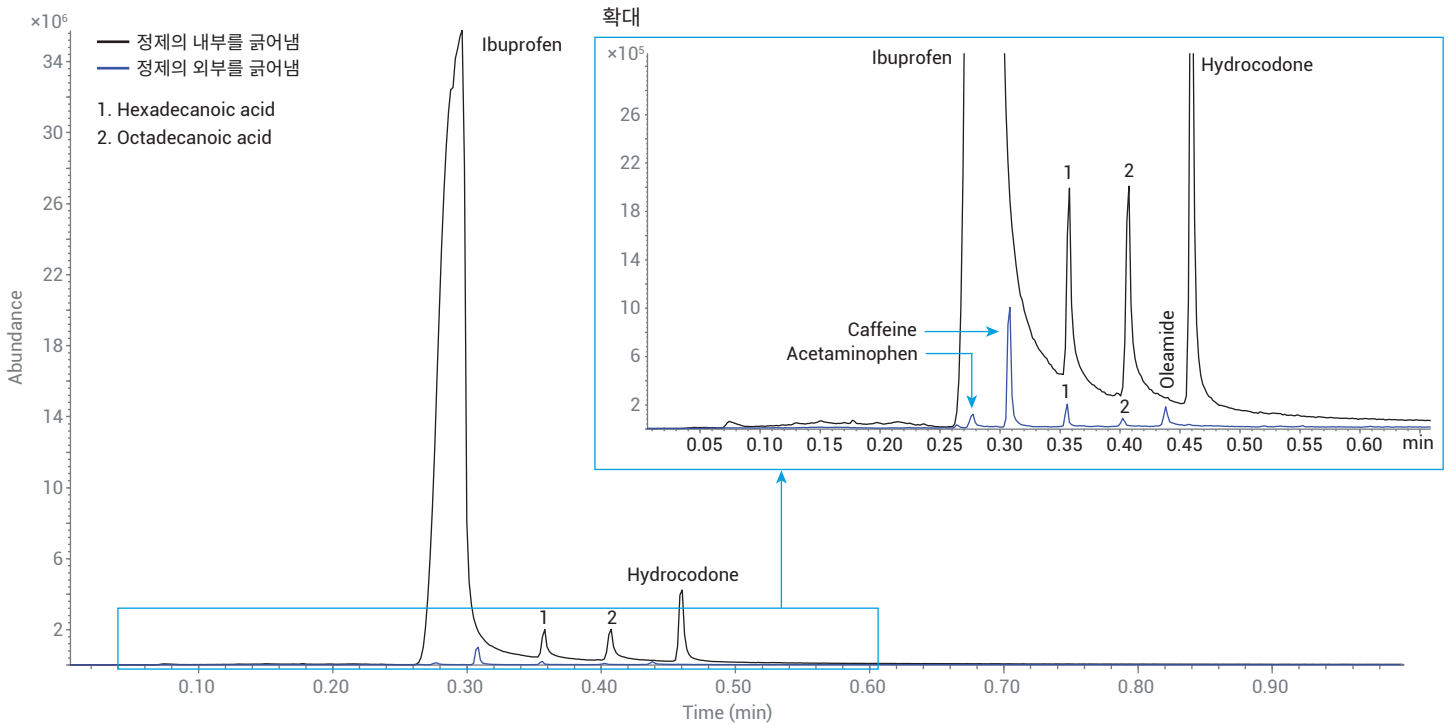


그림 17. Hydrocodone/ibuprofen 정제의 외부를 긋어낸 경우(파란색 선)와 정제를 절반으로 자른 후 정제 내부를 긋어냈을 때(검은색 선)의 TIC 비교

## 연고/크림

가려움 방지 크림과 같은 연고나 크림을 QuickProbe 시스템을 사용해 시험할 수 있습니다. 소량의 diphenhydramine 크림을 계량 용기에 분주합니다. RTP 팁을 위치 1까지 연장하고 부드럽게 연고에 담급니다. 그 다음에 보풀이 없는 천으로 유리 프로브의 팁 하단을 닦아내 잔류 연고를 제거합니다. 그림 18의 TIC는 propylene glycol, methyl paraben, 1-hexadecanol 및 1-octadecanol의 비활성 성분을 보여줍니다. Diphenhydramine의 활성 성분은 1-hexadecanol 위에 있고 deconvolution을 통해 식별할 수 있습니다. 그림 18의 파란색 선은  $m/z$  165의 추출 이온 크로마토그램(EIC)으로 TIC와 오버레이되어 diphenhydramine 피크를 잘 보여줍니다. 고속 분리를 사용했을 때 다른 화합물과의 동시 용리 가능성이 있기 때문에 질량 스펙트럼 deconvolution 소프트웨어 (예: Unknown Analysis) 및 대규모 질량 스펙트럼 라이브러리를 사용해 데이터를 분석하고 피크를 확인하는 것이 매우 중요하며, 사용자도 더 쉽고 빠르게 작업을 수행할 수 있습니다.

## 식물 재료

대마 잎과 같은 식물 재료의 경우 RTP 팁으로 초본 재료를 긁거나 문질러 샘플링할 수 있습니다. 가루를 낸 대마 시료를 RTP(홀더에서 위치 1까지 연장)로 문질렀습니다. 크로마토그램에서 THC가 가장 강력한 피크를 나타냈고(그림 19) 해당 라이브러리 매치 스코어도 99로 높습니다. Terpene 화합물 및 cannabinol의 작은 피크도 확인되었는데, 매치 스코어가 75 이상이었습니니다.

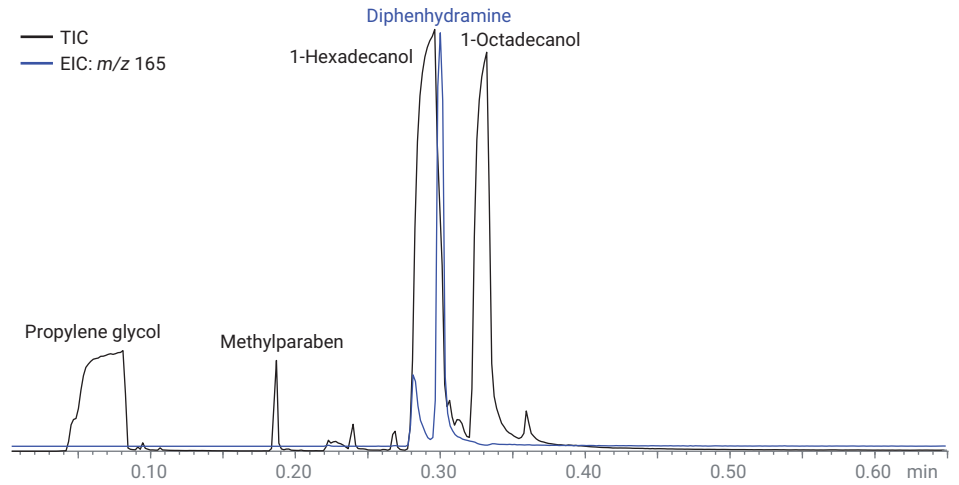


그림 18. RTP로 샘플링한 diphenhydramine 크림의 TIC(검은색 선) 및 EIC  $m/z$  165(파란색 선)

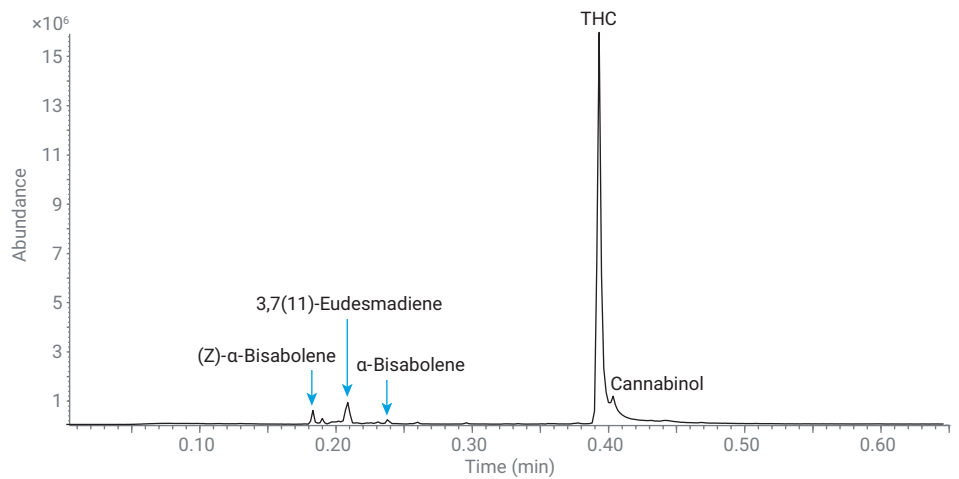


그림 19. 가루를 낸 대마 시료를 RTP로 옮겨 얻은 TIC

### 포켓형 프로브를 사용해 분말 및 정제 샘플링

포켓형 프로브는 분말 및 정제 시료에 사용할 수 있습니다. 팟 파우더를 구입해 성분을 시험하고 분말 시료 법의학 시험을 모의했습니다. 분말을 계량 용기에 넣고 포켓형 프로브로 살짝 문질렀습니다. 이 포켓형 프로브는 이미 프로브 홀더에 설치되어 있고 일련의 공분석을 수행했습니다. 포켓형 프로브 팁을 계량 용기 측면에 두드려 남은 분말을 털어내고 프로브 측면을 보풀이 없는 천으로 닦아 (프로브 홀더 팁에서 포켓 팁 방향) 잔류 분말을 제거합니다. 그림 20은 Unknowns Analysis 소프트웨어를 사용해 deconvoluted 팟 파우더 시료에서 확인된 피크를 보여줍니다. Eucalyptol, levomenthol 및 thymol이 확인되었고 각각의 라이브러리 매치 스코어는 98, 93 및 96입니다. Methyl salicylate이 확인되었고 매치 스코어는 81입니다.

분말 시료를 모의하기 위해 개별 정제를 분쇄해 계량 용기에 넣어 포켓형 프로브로 샘플링했습니다. Aspirin, acetaminophen 및 caffeine이 포함된 정제를 포켓형 프로브로 샘플링했습니다. 포켓형 프로브를 프로브 홀더에 설치하고 공분석을

수행했습니다. 포켓형 프로브로 분쇄한 정제 분말을 살짝 문지른 다음에 계량 용기 측면에 두드려 남은 재료를 털어냈습니다. 그림 5 및 20(삽도)에 표시된 것과 비슷하게, 포켓형 프로브에 매우 소량의 재료만 묻어 있어야 합니다. 그림 21은 acetaminophen, aspirin(acetyl salicylic acid) 및 caffeine이 함유된 정제의 TIC 결과를 보여줍니다. 피크 너비 및 비 가우스 모양에서 확인할 수 있는 것처럼 TIC의 많은 피크가 과부하 및 겹쳐져 있지만 흥미로운 화합물과 피크가 확인되었습니다. Acetyl salicylic acid의

분해 산물인 salicylic acid가 aspirin, caffeine 및 acetaminophen과 마찬가지로 TIC에서 확인되었습니다. Acetaminophen 생산 과정에서 유래된 불순물 diacetamate와, paracetamol(acetaminophen) 및 salicylic acid의 에스테르화 산물인 diacetamate도 확인되었습니다. Salicylic acid 및 aspirin의 여러 피크가 나타난 것은 분쇄한 정제 분말의 크기가 다양하기 때문일 수 있습니다. 또는 결합제가 주입 동안 약간 다른 시점에 이러한 화합물을 분해 및 방출했기 때문일 수 있습니다.

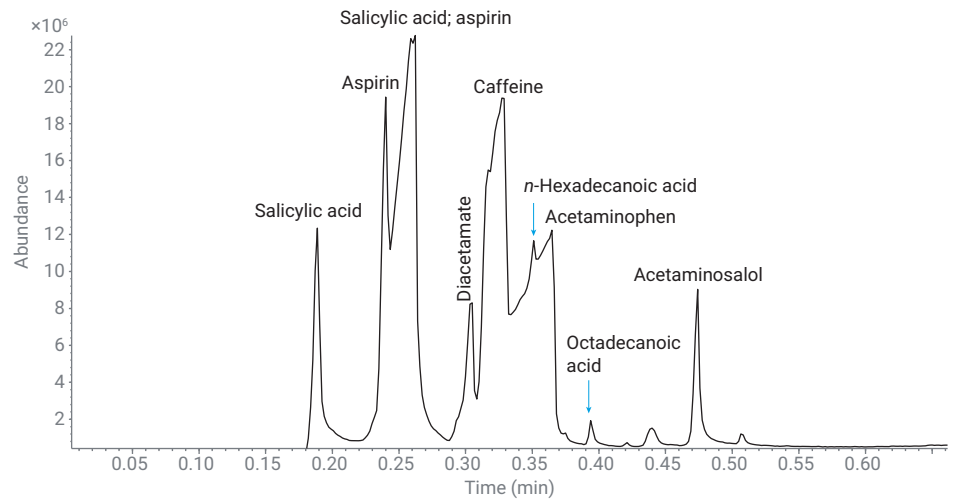


그림 21. 분쇄한 정제의 TIC, 주요 성분 acetaminophen, aspirin 및 caffeine

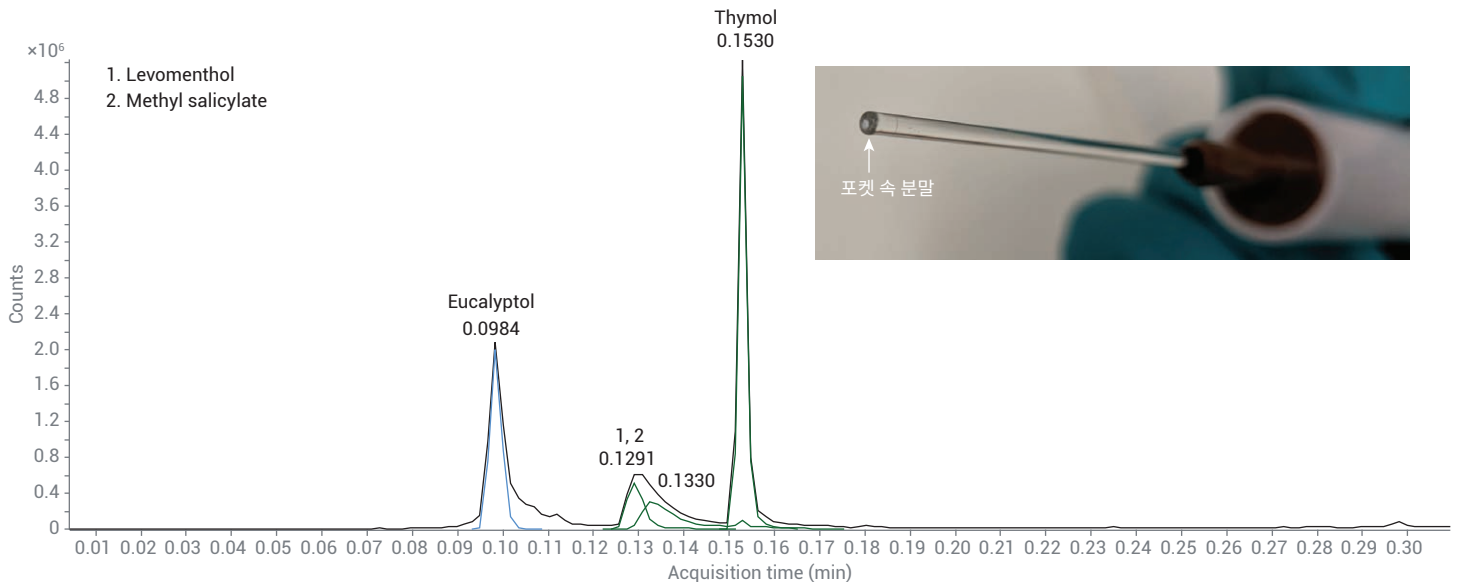


그림 20. Deconvoluted 피크 모양의 팟 파우더와 식별된 각 화합물을 강조 표시한 TIC. 삽도: 프로브 홀더에 설치된 포켓형 프로브에 팟 파우더를 채운 포켓의 모습

포켓형 프로브는 정제를 긁어내는 데 사용할 수 있습니다. 예를 들어, hydrocodone/acetaminophen 정제를 반으로 자른 다음에 내부를 포켓형 프로브로 긁어냈습니다. 포켓형 프로브를 사용해 정제를 긁어낼 때 원형 프로브와 동일하게 정제 내부를 한 번 긁어냈고, 포켓 끝에 시료 양이 과도하게 들어 있지 않은지를 확인했습니다. 그림 22는 포켓형 프로브로 긁어낸 정제의 결과를 보여줍니다. 여기서 과량 주입으로 인해 매우 크게 표시된 피크는 acetaminophen이고 더 작은 피크는 hydrocodone입니다. 삽도에서 hydrocodone 피크를 저 자세하게 확인할 수 있습니다. 모양이 우수하고 베이스라인과 쉽게 구별되는 신호가 관찰됩니다. 질량 스펙트럼(삽도)을 사용해 hydrocodone 피크를 확인했고, 라이브러리 매치 스코어가 95이었습니다.

Acetaminophen/hydrocodone 정제의 일부를 분쇄하고, 분말/분쇄 시료와 비교해 정제 내부를 긁어냈을 때의 결과 차이를 조사했습니다. 두 가지 사례 모두에서 포켓형 프로브를 사용했습니다. 그림 23은 이러한 실험의 TIC 오버레이로 검은색 선은 분말(분쇄한 정제), 파란색 선은 정제 내부에서 긁어낸 시료를 나타냅니다. 두 가지 크로마토그램 모두에서 acetaminophen 및 hydrocodone을 쉽게 식별할 수 있습니다. 긁어낸 시료의 acetaminophen 및 hydrocodone 피크가 분말 시료 피크보다 더 크지만, acetaminophen이 분말 시료에서 덜 과다 주입되었다는 의미로 QuickProbe 컬럼 및 MS 검출기에 더 유익합니다.

프로브로 분말을 문질러 샘플링했을 때보다 포켓형 프로브로 정제를 긁어냈을 때 프로브에 들어간 재료의 양이 더 많을 가능성이 있습니다. 이러한 양의 차이로 인해 피크 차이가 생길 수 있습니다. 두 가지 경우

모두 시스템 또는 프로브 홀더 공분석에서 캐리오버가 발생하지 않았으며 이는 성분을 식별하는 데 충분한 양의 재료가 각 프로브에 묻었지만 시스템은 오염되지 않았음을 의미합니다.

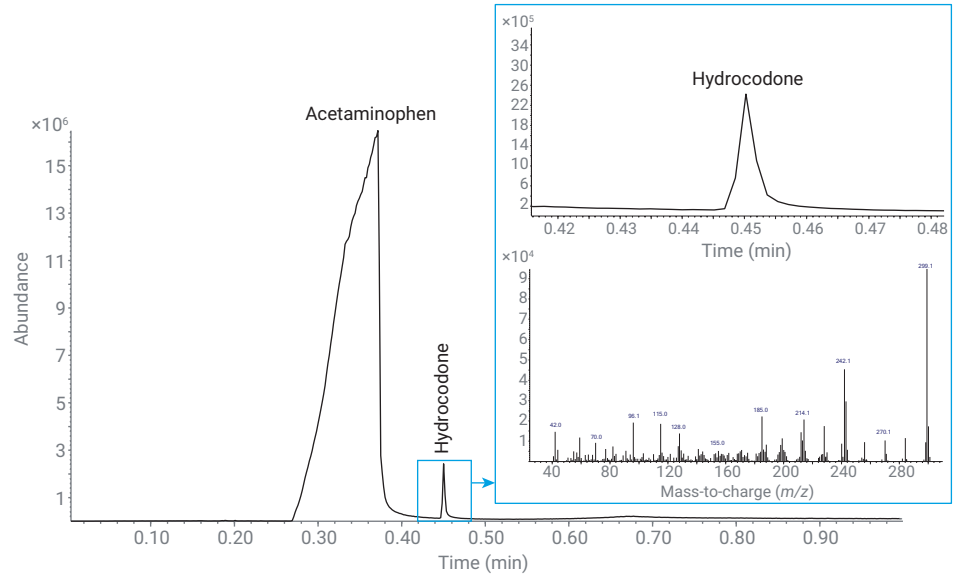


그림 22. Acetaminophen/hydrocodone 정제(내부)를 긁어낸 경우 TIC, 삽도: hydrocodone 피크 및 피크 아래 해당 질량 스펙트럼 확대 모습

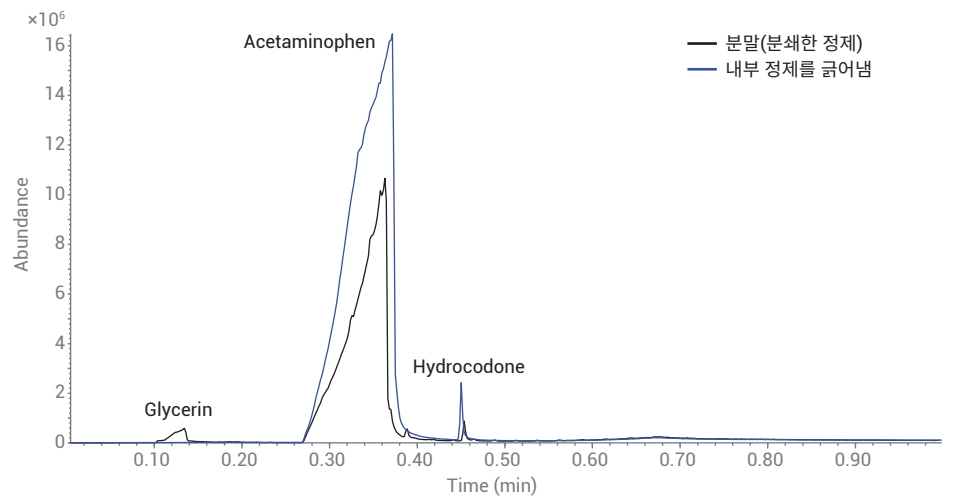


그림 23. 정제 내부(절반으로 자른 후, 파란색)를 긁어낸 경우와 정제의 일부를 분말로 분쇄(검은색)한 경우 포켓형 프로브로 샘플링한 acetaminophen/hydrocodone 정제 비교

### TSP 바이알 및 프로브 홀더

TSP 바이알은 식물 재료 또는 플라스틱처럼 유리 프로브로 쉽게 샘플링할 수 없는 재료를 담도록 설계되었습니다. TSP 바이알은 분쇄하거나 부순 정제 또는 분말에도 사용할 수 있습니다. TSP 바이알 및 홀더 설계를 바탕으로 한 표 4에 나열된 TSP 바이알 분석법 파라미터를 사용해 주입 시간은 늘리고 오븐 속도는 낮추었습니다.

### TSP 바이알 홀더 및 바이알 공분석

유리 프로브 홀더보다 TSP 바이알 홀더를 주입구에 더 많이 삽입하기 때문에 시료 또는 바이알 공분석을 하기 전에 일련의 TSP 홀더 공분석(바이알 없음)을 수행하는 것이 권장됩니다. 유리 프로브 시험에서 관찰된 것처럼, TSP 바이알 홀더(그림 없음)의 경우 hexadecanoic acid 및 octadecanoic acid 피크가 TIC에서 눈에 띄게 나타납니다. TSP 홀더의 백그라운드 낮으면 TSP 바이알을 설치하고 일련의 공분석을 진행합니다. TSP 홀더와 마찬가지로, TIC에서 hexadecanoic acid 및 octadecanoic acid 피크가 눈에 띄게 나타납니다(그림 24). 첫 번째 공분석 후 백그라운드 강도가 크게 감소하고 4 회 공분석을 걸쳐 천천히 안정화됩니다. 그림 24는 바이알 공분석과 마지막 공분석(금색의 홀더 공분석 5)을 비교한 것으로 홀더와 바이알 공분석 후 바이알과 홀더의 청결도를 보여줍니다.

### 플라스틱

플라스틱을 TSP 바이알에 넣으려면 잘게 자르거나 갈아야 합니다. 니트릴 장갑을 작은 조각으로 자르고 핀셋을 사용해 TSP 바이알에 넣습니다(일련의 시스템 홀더와 바이알 공분석 완료 후). TSP 분석법 파라미터를 사용했고, 주입 시간은 10초입니다. 플라스틱 재료의 일관성에

따라 주입 시간이 최대 45초로 증가할 수 있습니다. 재료 조각이 클수록 phthalate와 같은 관심 대상 화합물을 가열해 휘발시키는 데 더 많은 시간이 필요할 수 있습니다. 주입 시간이 증가하면 QuickProbe 컬럼이 초기 온도로 유지되는 시간도 함께 증가시켜야 합니다.

그림 25는 니트릴 장갑의 여러 화합물을 휘발하는 데 10초면 충분했음을 보여줍니다. Dimethylamine으로 인한 증가하는 형태의 넓은 베이스라인이 나타나고 그다음에 2-methyl-2-undecanethiol의

매우 넓은 피크가 나타납니다. 예상한 대로 diethyl phthalate 및 squalene과 함께 hexadecanoic acid 및 octadecanoic acid가 확인되었습니다. 주입 유지 시간이 길어지면 관찰되는 화합물의 종류가 변경될 수 있습니다. 특히, 재료가 TSP 바이알 홀더에 접촉했을 때 플라스틱 재료를 용융, 연소 또는 달리 훼손하지 않도록 주의 기울여야 합니다.

TSP 바이알에 많은 양의 재료를 넣어서는 안 됩니다. 10mg 이하의 시료만으로 표적 화합물을 식별할 수 있습니다.

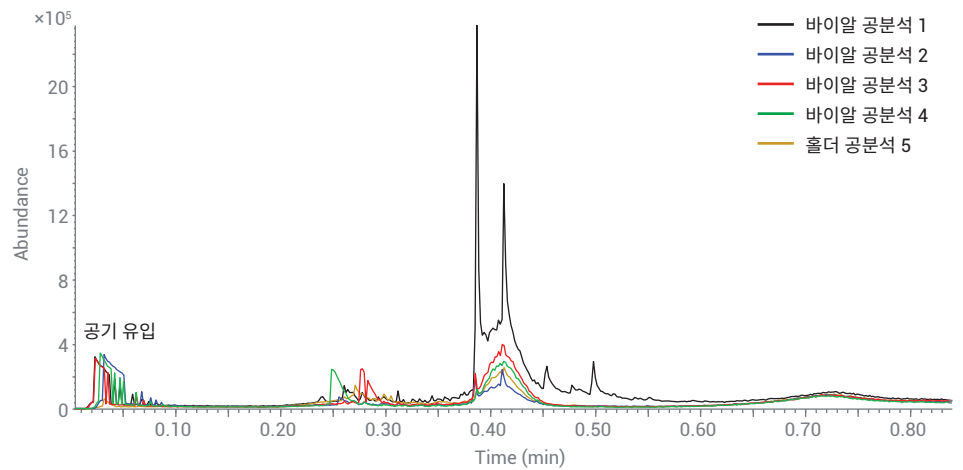


그림 24. 바이알이 설치된 TSP 바이알 홀더에 대한 4회 공분석의 TIC 오버레이. 금색 오버레이 TIC는 TSP 홀더 공분석 5를 기준으로 합니다.

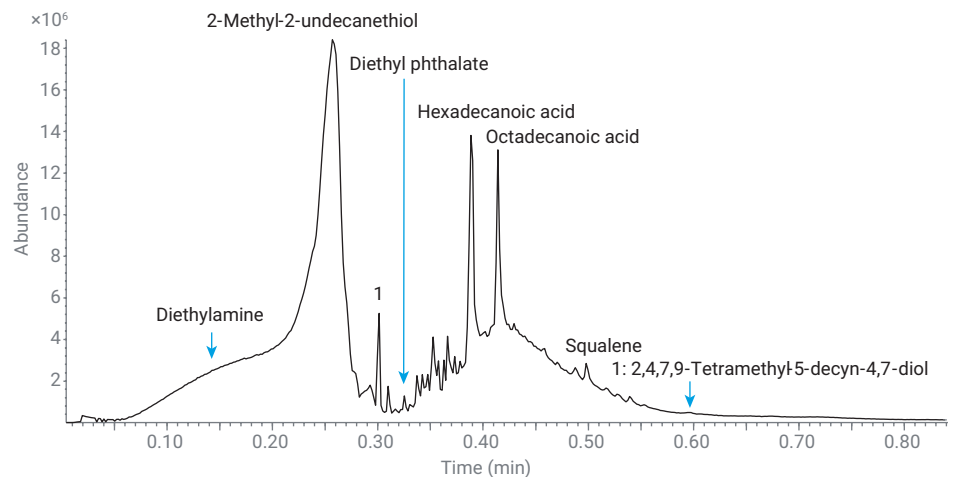


그림 25. TSP 바이알 및 홀더를 사용해 샘플링한 니트릴 장갑 조각의 TIC. 시료는 주입 시간 10초 동안 주입구에 머무르게 하였습니다.

## 분말

분말은 사용자 선호도에 따라 TSP 바이알 또는 포켓형 프로브를 사용해 시험할 수 있습니다. 풋 파우더를 구입해 계량 용기에 담았습니다. Spatula를 이용해 약 7mg의 풋 파우더를 TSP 바이알에 옮겼습니다. 분말 또는 다른 시료를 채우는 경우 바이알을 테이블 상단에 두드려 바이알 하단에 시료를 모으는 것이 가장 좋습니다. 약 7mg의 미세 분말을 바이알 하단에 모으면 TSP 바이알에서 높이가 약 2mm 정도가 됩니다. 시료를 옮길 때 묻은 분말이 TSP 바이알 외부에 남아 있을 수 있습니다. 작업 절차에 따라 허용되는 경우 보풀이 없는 (건조 또는 약간 젖은) 천을 사용해 TSP 바이알 외부를 닦아 시료를 제거하고 홀더 오염을 예방합니다. 사용자가 장갑을 교체해야 할 수도 있습니다.

TSP 분석법 파라미터를 사용해 TSP 바이알로 풋 파우더를 시험했습니다. Unknowns Analysis에서 TIC의 여러 가지 화합물을 deconvoluted 했습니다(그림 26). 약간의 terpene 화합물이 menthol, methyl salicylate 및 thymol과 함께 확인되었고,

이는 표 5에 요약해 제공합니다. 분말을 TSP 바이알로 옮길 때 바이알 밖으로 분말이 쏟아졌음에도 불구하고 바이알 분리 후 TSP 홀더 공분석에서 캐리오버가 관찰되지 않았습니다. 바이알 외부를 보풀이 없는 천으로 여러 번 닦아 캐리오버를 예방합니다.

표 5. 풋 파우더는 분말 시료에서 확인된 화합물(그림 25 참조) 및 머무름 시간(RT), 라이브러리 매치 스코어(LMS), 화학식과 CAS 번호.

RT(분)	화합물	LMS	화학식	CAS 번호
0.2161	$\gamma$ -Terpineol	83.8	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	586-81-2
0.2307	$\alpha$ -Phellandrene	85.3	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	99-83-2
0.2382	Terpinolene	87.9	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	586-62-9
0.2563	Menthol	95.2	C <sub>10</sub> H <sub>20</sub> O	1490-04-6
0.2593	Methyl salicylate	97.0	C <sub>8</sub> H <sub>8</sub> O <sub>3</sub>	119-36-8
0.2826	Thymol	96.9	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> O	89-83-8
0.3002	6-Tetradecene	90.8	C <sub>14</sub> H <sub>28</sub>	41446-64-4
0.3715	(-)-Abietadiene	74.0	C <sub>20</sub> H <sub>32</sub>	35241-40-8
0.4128	Octadecanoic acid	82.9	C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	57-11-4
0.4865	4-Methylhept-3-yl octyl ester phthalic acid	79.9	C <sub>24</sub> H <sub>38</sub> O <sub>4</sub>	1000377-94-3
0.4986	Squalene	83.4	C <sub>30</sub> H <sub>50</sub>	111-02-4

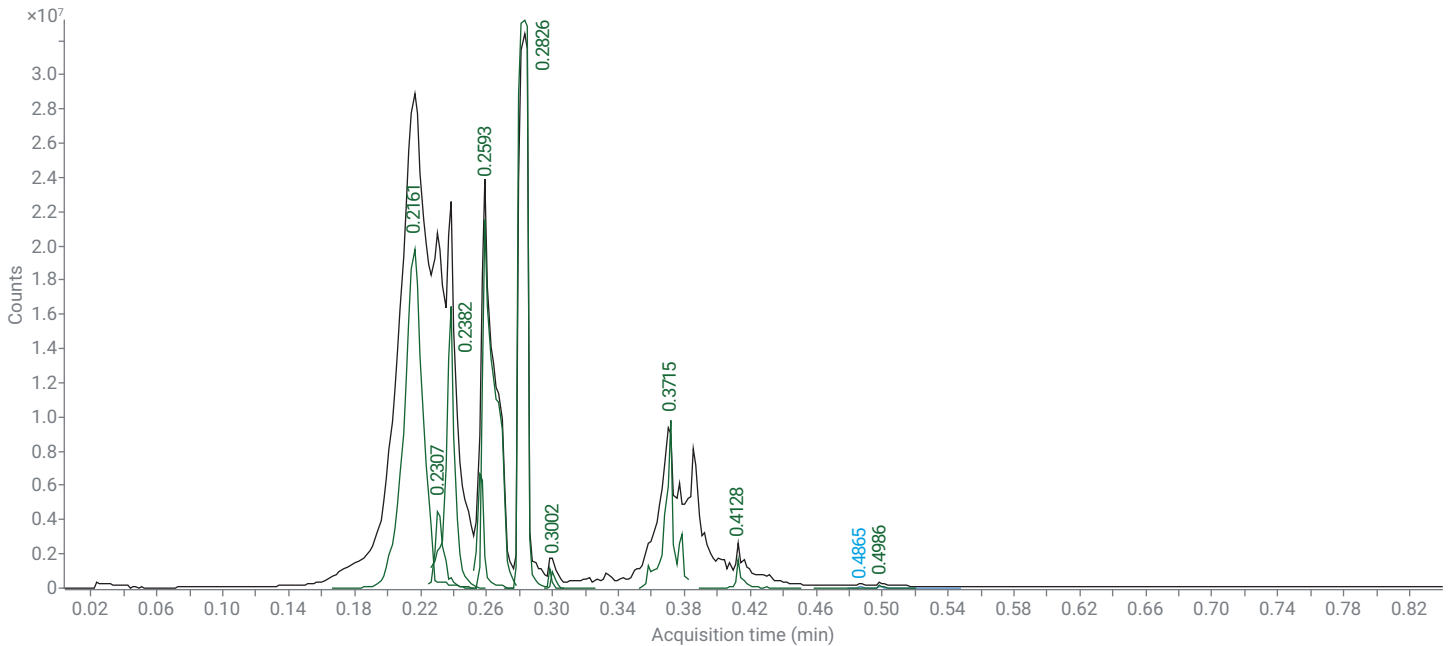


그림 26. 주입구에 10초 동안 머물렀던 TSP 바이알을 사용해 샘플링한 풋 파우더의 TIC와 식별된 각 피크의 EIC(녹색으로 표시)

## 식물 재료

식물 재료 시험은 원형 팁 유리 프로브를 사용해 재료를 긁어내는 경우에 대해 논의합니다. 식물 재료는 TSP 바이알로도 시험할 수 있습니다. 시료를 로딩하기 전에 홀더와 TSP 바이알 공분석을 실행해 오염을 확인해야 합니다. 작은 spatula를 사용해 소량의 대마를 TSP 바이알에 떨어뜨립니다. 유리 또는 플라스틱 용기의 재료를 TSP 바이알에 옮길 때 정전하가 발생해 재료가 TSP 바이알 외부에 달라붙을 수 있습니다. 분말 또는 플라스틱 샘플링에서도 이러한 경우가 발생할 수 있습니다. TSP 바이알의 외부를 보풀이 없는 천으로 닦아 남은 재료를 제거하고 캐리오버를 예방합니다. 외부

아세톤과 같은 소량의 용매로 행귀 재료를 제거하고 TSP 바이알을 홀더에 설치하기 전에 건조시킵니다. TSP 분석법 파라미터 (표 4)를 대마 시험에 사용했습니다. TSP 바이알을 사용해 두 가지 대마 시료를 시험했습니다.

대마 시료 1은 굵게 연마한 시료로 식물 재료가 정전하로 인해 TSP 바이알 외부에 달라붙기 때문에 TSP 바이알로 옮기는 데 어려움이 있었습니다. 대략 10mg의 대마 시료를 TSP 바이알에 넣었습니다. TSP 바이알을 테이블 상단에 두드려 그림 27 (삽도)과 같이 바이알 하단에 모이도록 하고, 외부

대마 시료 1은 Unknowns Analysis에서 deconvoluted 했을 때 복잡한 크로마토그램 (그림 27)을 나타냈는데, 이는 다양한 terpene 화합물, cannabinoids 및 THC가 포함되어 있음을 의미합니다. 주입 시간을 늘리고 시작 컬럼 온도를 낮춘 상태에서 TSP 바이알을 사용하면 재료의 terpene 화합물이 대마 화합물과 함께 더 많이 휘발됩니다. 원형 팁 프로브 시험과 비교했을 때 매우 적은 양의 시료를 프로브로 옮기게 될 뿐만 아니라 주입 시간은 짧아지고 시작 컬럼 온도는 높아지기 때문에 매우 작은 terpene 피크와 큰 THC 피크가 나타납니다. 표 6에 대마 시료 1에서 식별된 화합물과 각 RT, 라이브러리 매치 스코어(LMS) 및 CAS 번호를 나타냈습니다.

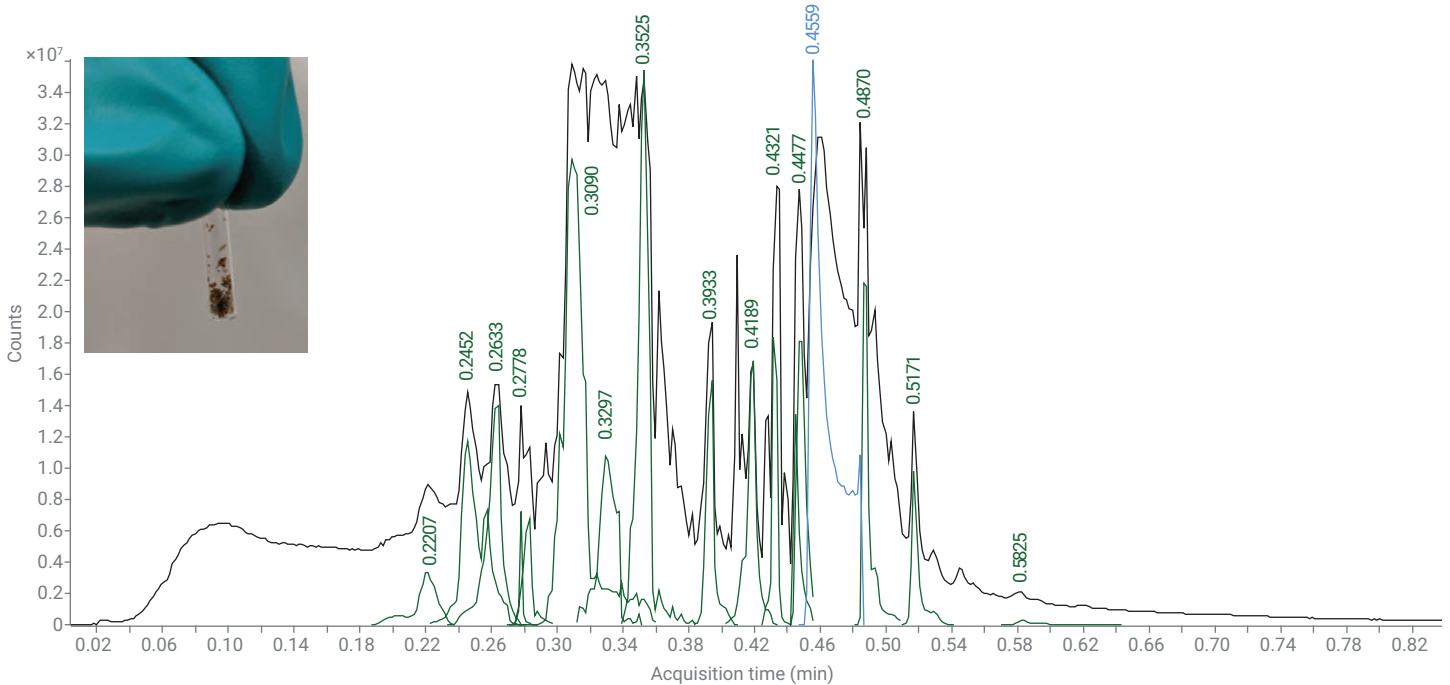


그림 27. 대마 시료 1의 TIC 및 deconvoluted 피크에 해당하는 EIC(녹색으로 표시), 삽도는 TSP 바이알의 대마 시료를 보여줍니다.

대마 시료 2는 재료를 곱게 간 것으로 작은 덩어리로 뭉쳐져 있습니다. Spatula를 사용해 약 10mg의 재료를 TSP 바이알에 옮겼습니다. 대마 시료 2에 대한 TIC (그림 28)도 복잡하며, 다양한 terpenes 및 cannabinoids 프로파일이 나타났습니다. 대마 시료 1의 경우  $\Delta$ -9-tetrahydrocannabivarin, cannabichromene, THC 및 cannabinol이 확인되었고, 대마 시료 2에서는 cannabinol, cannabidiol 및 THC(표 7)가 확인되었습니다. Terpenes의 경우 두 가지 시료 모두에서 fenchol, 4-methyl-benzaldehyde,  $\alpha$ -bisabolol 및  $\beta$ -amyryn이 확인되었습니다. 다양한 대마 시료의 terpene 및 cannabinoid 프로파일의 신속한 정성분석을 원하는 경우 TSP 바이알을 사용할 수 있습니다.

표 6. 대마 시료 1에서 식별된 화합물(그림 26 참조) 및 RT, LMS, 화학식 및 CAS 번호

RT(분)	화합물	LMS	화학식	CAS 번호
0.2207	D-Limonene	95.1	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	5989-27-5
0.2452	Fenchol	89.4	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	1632-73-1
0.2633	$\alpha$ -Terpineol	75.8	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	98-55-5
0.2778	4-Methyl-benzaldehyde	79.5	C <sub>8</sub> H <sub>8</sub> O	104-87-0
0.2823	Benzoic acid	89.0	C <sub>7</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	65-85-0
0.3090	(-)-Aristolene	80.1	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	6831-16-9
0.3525	$\alpha$ -Bisabolol	81.4	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	515-69-5
0.3933	n-Hexadecanoic acid	94.9	C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>	57-10-3
0.4189	Octadecanoic acid	88.5	C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	57-11-4
0.4321	$\Delta$ -9-Tetrahydrocannabivarin	70.8	C <sub>19</sub> H <sub>30</sub> O <sub>2</sub>	31262-37-0
0.4452	Sugiol	73.4	C <sub>20</sub> H <sub>28</sub> O <sub>2</sub>	511-05-7
0.4477	Cannabichromene	88.3	C <sub>21</sub> H <sub>30</sub> O <sub>2</sub>	20675-51-8
0.4559	THC	82.3	C <sub>21</sub> H <sub>30</sub> O <sub>2</sub>	1972-08-3
0.4870	Cannabinol	90.6	C <sub>21</sub> H <sub>26</sub> O <sub>2</sub>	521-35-7
0.5171	Nonacosane	93.0	C <sub>29</sub> H <sub>60</sub>	630-03-5
0.5825	$\beta$ -Amyryn	73.1	C <sub>30</sub> H <sub>50</sub> O	559-70-6

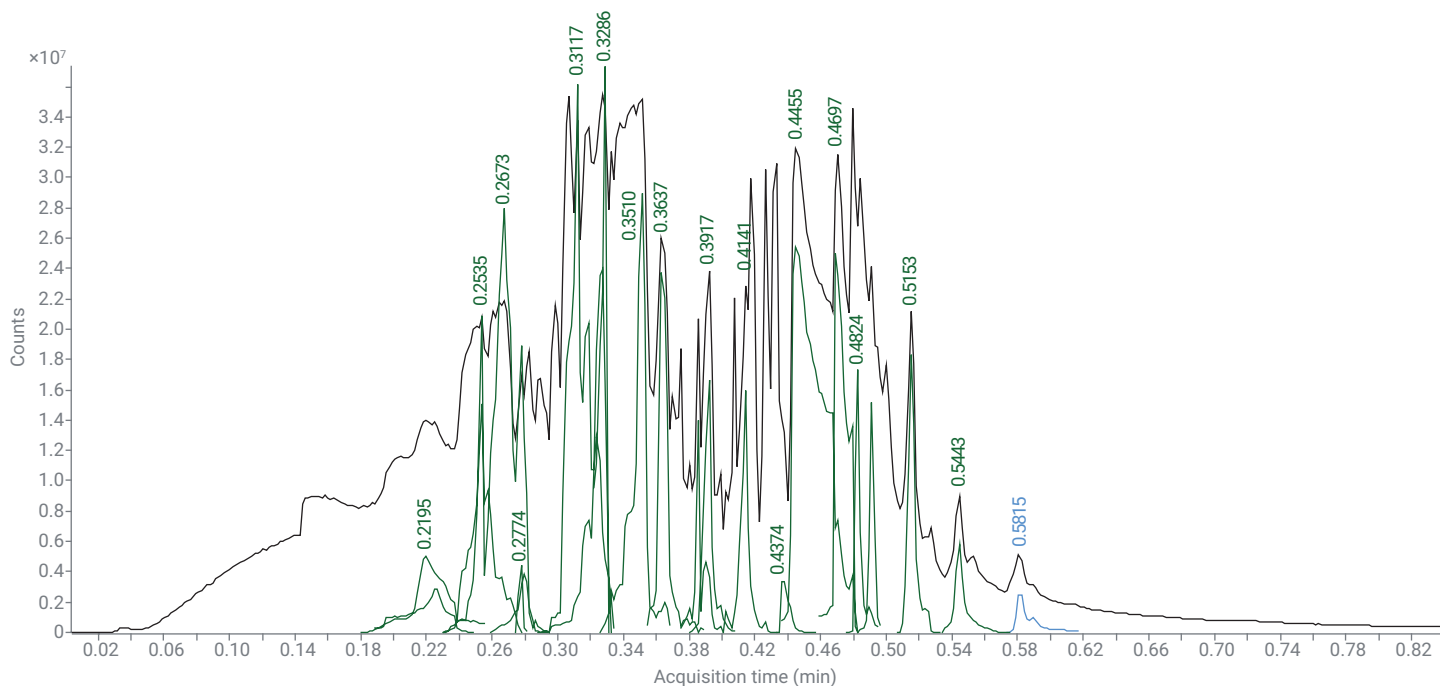


그림 28. 대마 시료 2의 TIC 및 deconvoluted 피크에 해당하는 EIC(녹색으로 표시)

표 7. 대마 시료 2에서 식별된 화합물(그림 27 참조) 및 RT, LMS, 화학식 및 CAS 번호

RT(분)	화합물	LMS	화학식	CAS 번호
0.2195	$\beta$ -Thujene	87.4	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	28634-89-1
0.2254	Acetic acid	95.7	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O <sub>2</sub>	64-19-7
0.2535	Fenchol	73.6	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	1632-73-1
0.2673	Isobornyl acetate	78.2	C <sub>12</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub>	125-12-2
0.2774	4-Methyl-benzaldehyde	79.0	C <sub>8</sub> H <sub>8</sub> O	104-87-0
0.2796	Glycerin	77.4	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> O <sub>3</sub>	56-81-5
0.3117	2-Methylene-4,8,8-trimethyl-4-vinyl-bicyclo[5.2.0]nonane	83.5	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	242794-76-9
0.3265	$\gamma$ -Cadinene	74.7	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	39029-41-9
0.3286	Selina-3,7(11)-diene	74.9	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	6813-21-4
0.3510	$\alpha$ -Bisabolol	81.7	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	515-69-5
0.3637	Drimenol	75.4	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	468-68-8
0.3852	m-Camphorene	81.2	C <sub>20</sub> H <sub>32</sub>	20016-73-3
0.3917	n-Hexadecanoic acid	88.8	C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>	57-10-3
0.4141	9,12-Octadecadienoic acid	75.2	C <sub>18</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>	60-33-3
0.4374	Cannabinol	78.0	C <sub>21</sub> H <sub>26</sub> O <sub>2</sub>	521-35-7
0.4455	Cannabidiol	94.1	C <sub>21</sub> H <sub>30</sub> O <sub>2</sub>	13956-29-1
0.4697	THC	74.2	C <sub>21</sub> H <sub>30</sub> O <sub>2</sub>	1972-08-3
0.4824	Cannabinol	88.7	C <sub>21</sub> H <sub>26</sub> O <sub>2</sub>	521-35-7
0.4912	Docosane	82.1	C <sub>22</sub> H <sub>46</sub>	629-97-0
0.5153	Tetratriacontane	93.2	C <sub>34</sub> H <sub>70</sub>	14167-59-0
0.5443	Hentriacontane	82.3	C <sub>31</sub> H <sub>64</sub>	630-04-6
0.5815	$\beta$ -Amyrin	91.8	C <sub>30</sub> H <sub>50</sub> O	559-70-6

두 가지 대마 시료 모두에서 캐리오퍼가 우려되었습니다. 시스템 오염은 발생하지 않았지만 두 가지 대마 시료 모두에서 TSP 홀더에 cannabinoids 캐리오퍼가 발생했습니다. 홀더에서 TSP 바이알을 분리하는 것은 쉽지 않을 수 있으며 일부 재료가 바이알에서 떨어져 홀더에 접촉할 수 있습니다. 또는 재료를 넣는 중에 재료가 바이알 외부에 달라붙어 홀더로 들어갈 수 있습니다. 대마 2 시료 분석 후 수행한 7회의 홀더 공분석 오버레이는 그림 29A와 같습니다. 첫 번째 공분석(그림 29의 검은색 선)은 상당한 수준의 cannabidiol 캐리오퍼, THC 및 작은 cannabinol 피크를 보여줍니다. 그림 29B의 반복 공분석을 좀 더 자세히 살펴보면 모든 cannabinoid 화합물이 크게 감소한 것을 알 수 있습니다. 공분석 5(금색 선)를 수행했을 때 매치 스코어가 70 이상인 cannabidiol이 더 이상 확인되지 않지만 작은 피크는 계속해서 나타납니다. 피크에서 질량 스펙트럼을 샘플링하고 (근처 베이스라인을 제거하면) cannabidiol에 대한 질량 스펙트럼을 식별할 수 있습니다. 공분석 7의 경우 TIC에서 매우 작은 피크가 나타나고  $m/z$  231의 스펙트럼 이온이 관찰되지만 cannabidiol에 대한 나머지 조각화 패턴은 백그라운드로 인해 모호해지고 식별할 수 없습니다. 시료 바이알을 분리한 후에 용매로 TSP 홀더를 헹구어 이러한 유형의 홀더 또는 시료 처리로 인한 캐리오퍼를 예방합니다.

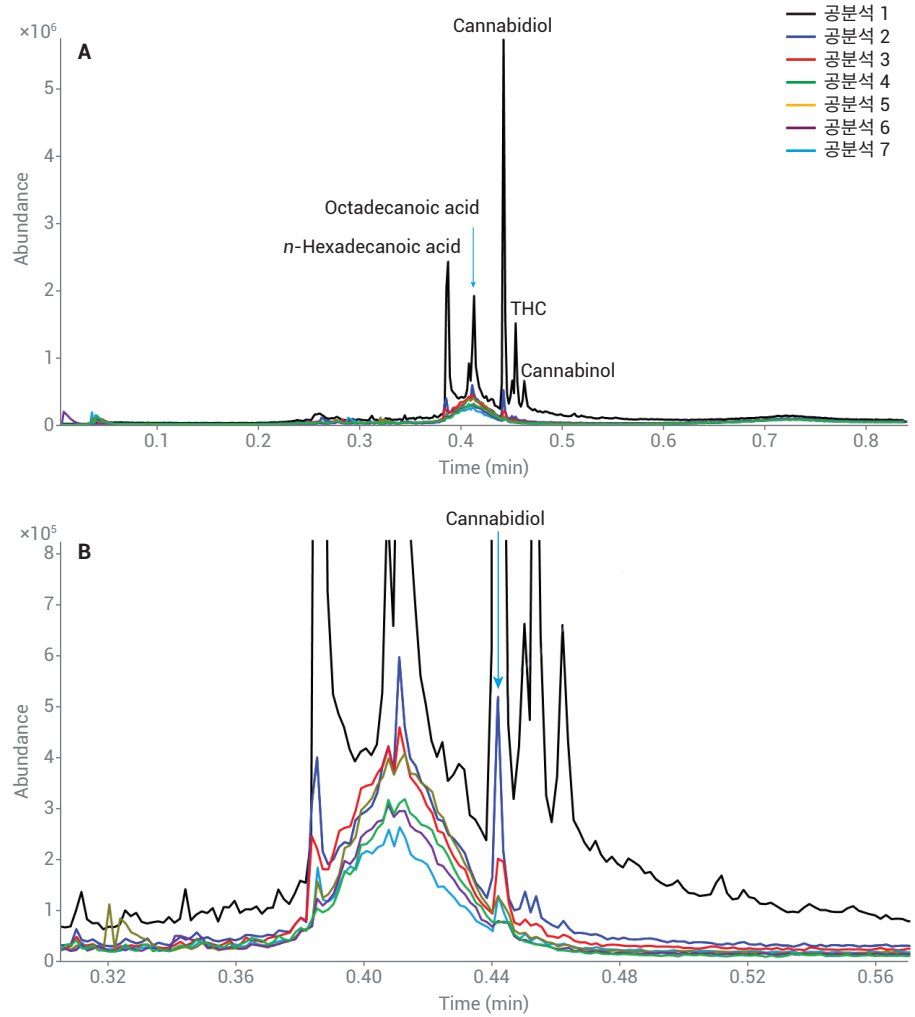


그림 29. A) 대마 시료 2의 샘플링을 마치고 바이알 분리 후 TSP 홀더 공분석의 TIC 오버레이, B) cannabinoid 캐리오퍼 감소를 보다 정확하게 관찰하기 위한 0.3 ~ 0.56분 오버레이 확대 모습

## 캐리오버 완화

TSP 바이알 홀더 실험, 분말 실험, 액체 실험 및 유리 프로브를 사용한 nitroglycerin 분무에 사용한 일부 식물 재료에서 캐리오버가 관찰되었습니다. 시료를 제조할 때 캐리오버를 완화할 수 있는 여러 가지 방법이 있습니다. 샘플링 기법, 프로브 공분석, 프로브 홀더 공분석 및 시스템 공분석에 주의를 기울이면 캐리오버 문제를 예방하고 문제를 빠르게 해결하는 데 도움이 됩니다. QuickProbe GC/MS 시스템의 성공적인 운영을 위해서는 다음 수동 기법을 숙지하는 것이 매우 중요합니다.

시료 수집 및 주입 시에는 항상 프로브 홀더 (또는 TSP 바이알 홀더)를 사용하십시오. 시스템 공분석 및 프로브 홀더 공분석을 수행한 후에 유리 프로브를 프로브 홀더에 설치하는 것이 가장 좋습니다. 프로브 공분석 시료를 수집하고 프로브를 프로브 홀더에 둔 상태로 시료를 수집합니다.

TSP 바이알 및 홀더의 경우 바이알을 홀더에서 분리해 시료를 추가하고 홀더 오염을 예방해야 합니다. 사용자가 홀더 공분석 시료를 수집하고 바이알을 삽입하고 바이알 공분석 시료를 수집해야 합니다. 그 다음에 바이알을 분리해 시료를 추가하고 보풀이 없는 천을 사용해 바이알을 닦아 외부에 남은 시료를 제거합니다. 그리고 바이알 홀더에 다시 설치합니다.

특히, 유리 프로브 측면에 묻어 있을 수 있는 점성 액체, 분말 또는 정제 부스러기 시료는 보풀이 없는 천으로 유리 막대 (또는 TSP 바이알)을 닦아 남은 시료를 제거합니다 (그림 30). 일부 실험실에서는 이러한 절차를 사용할 수 없습니다. 유리 프로브 측면의 시료는 프로브 홀더, 특히 팁을 오염시킬 수 있습니다. 액체의 경우 프로브를 액체에 5mm 미만으로 담그고 아래쪽으로

기울어지도록 프로브 홀더를 잡아 건조하는 동안 시료가 프로브를 타고 프로브 홀더로 올라오지 않도록 주의해야 합니다. 분말 또는 식물 재료를 바이알 또는 플라스틱 봉지에 보관하는 경우 정전하가 발생해 유리 프로브 측면(또는 TSP 바이알)에 달라붙을 수 있습니다.

분말 또는 식물 재료를 샘플링할 계량 용기에 넣고 프로브로 재료를 부드럽게 터치한 다음에 계량 용기 측면에 두드려 남은 재료를 털어냅니다. 가능한 경우 계량 용기에 재료를 넣는 것이 캐리오버 가능성을 줄이는 데 도움을 줄 수 있습니다. 시료가 계량 용기 전체에 분산되어 쉽게 묻힐 수 있기 때문에 프로브 측면에 재료가 묻을 가능성이 낮습니다.

용매를 사용해 프로브를 헹구어 남은 재료를 제거합니다. 유리 프로브 측면에 분말이 묻어 있는 경우 가능한 경우 피펫을 사용해 약 1mL 이하의 용매로 프로브를 가볍게 헹구어 남은 시료를 제거할 수 있습니다(그림 31). 일부 실험실에서는 이 방법을 사용할 수 없습니다.



그림 30. 시료를 추가한 후 캐리오버 가능성을 줄이기 위해 보풀 없는 천을 사용해 유리 프로브 측면 청소

시료를 용매로 희석합니다. 시료가 분말인 경우 알려진 양의 분말(예: 500µg)을 1mL의 용매에 넣고 용해시킴으로써 화합물의 농도와 캐리오버 가능성을 줄일 수 있습니다. 이러한 경우 RTP를 액체 시료에 담갔다가 용매를 증발시킨 다음에 QuickProbe GC/MS 시스템 주입구에 삽입합니다. 이 기법의 경우 농도가 낮은 화합물을 희석 기법을 사용해 농도를 더 낮추는데, 이는 검출에 영향을 미칠 수 있습니다.

TSP 바이알 시료를 분석한 후 캐리오버가 우려되는 경우, 메탄올 및 아세톤과 같은 극성 용매와 비극성 용매를 사용해 TSP 홀더를 헹굴 수 있습니다. 관심 대상 분석을 완료하고 용매를 건조한 다음에 TSP 홀더를 주입구에 넣어 20~30초 동안 기다렸다가 금속 홀더를 베이킹합니다. 2~3분 기다렸다가 TSP 홀더 공분석을 실행해 캐리오버를 확인합니다.

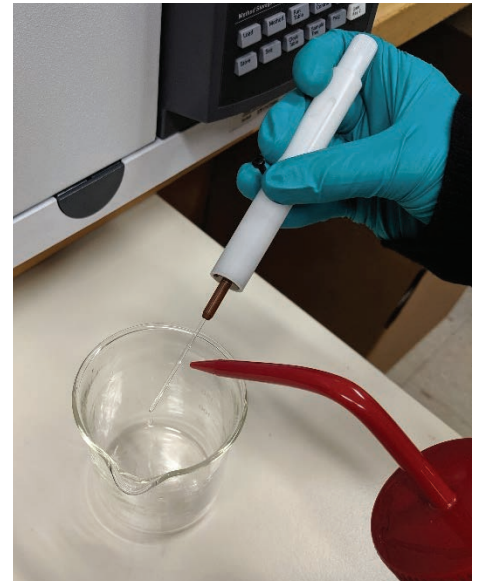


그림 31. 시료를 추가한 후 아세톤과 같은 용매를 사용해 유리 프로브를 헹구면 캐리오버 가능성을 줄일 수 있습니다.

## 결론

QuickProbe GC/MS 시스템은 다양한 법의학 시료 유형을 시험할 수 있기 때문에 신속한 정성 분석이 가능합니다. 액체, 정제, 연고 및 식물 재료는 원형 팁 프로브로 샘플링할 수 있습니다. 프로브를 시료에 담그거나 시료를 긁어내는 방법을 사용합니다. 포켓형 프로브는 오목한 팁에 소량의 분말 재료를 담을 수 있도록 설계되어 있으며 정제를 긁어내는 데도 사용할 수 있습니다. TSP 바이알은 분쇄하거나 잘게 자른 플라스틱 조각, 분말 또는 식물 재료에 사용할 수 있습니다. 분말 및 식물 재료의 경우 주입 시간이 길어져 terpene 또는 terpene 유사 화합물의 휘발 및 프로파일링에 더 많은 시간이 소요되며, 구체적인 시간은 시료에 따라 다릅니다. 샘플링 기법에 주의를 기울이고 프로브 홀더 및 시스템 공분석 빈도를 높여 캐리오버를 완화할 수 있습니다. 동시 용리와 총 이온 크로마토그램에서 피크가 겹쳐질 가능성이 있기 때문에 질량 스펙트럼 deconvolution 소프트웨어 및 대규모 질량 스펙트럼 라이브러리는 사용자가 데이터 분석과 피크 식별을 더 쉽고 더 빠르게 수행할 수 있도록 도와줍니다.

애질런트 제품 및 솔루션은 주/국가 법률에 따라 사용이 허용되는 실험실에서 대마초 품질 관리 및 안전 시험에 사용하도록 설계되었습니다.

[www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)

### 법의학 용도

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2019  
2019년 10월 16일, 한국에서 인쇄  
5994-1357KO

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](mailto:korea-inquiry_lsca@agilent.com)