

Application News

No. 01-00230-ENK

Py-GC/MS QP2020

Evaluation of Effectiveness of Dedicated High Durability Column for Use with Py-Screener™ Ver. 2 Py-Screener™ Ver.2 전용 고 내구성 컬럼의 유효성 평가

유럽연합(EU)의 RoHS(Restriction of Hazardous Substance) 지침에서는 프탈레이트(phthalate esters)와 브롬계 난연제(polybrominated biphenyls; PBBs, polybrominated diphenyl ethers; PBDEs)를 규제 대상 물질로 지정하고 있으며, 전기·전자제품의 구성품으로의 사용을 제한하고 있다. Py-Screener Ver.2는 프탈레이트, PBBs 및 PBDEs를 동시 스크리닝할 수 있는 시스템으로 작은 조각의 시료만으로도 간단하게 검사를 할 수 있다. 이전 제품인 Py-Screener Ver.1 출시 이후, Py-Screener Series는 전기·전자제품 제조 업체와 같은 많은 고객들에게 사용되고 있다.

반면, 컬럼 열화로 피크 테일링이 발생하는 컬럼을 사용할 경우, 검사에 있어서 정량 정확도와 반복성에 영향을 미칠 수 있기 때문에 자주 시험을 수행하는 일부 고객들은 분석 컬럼의 수명이 길어지기를 희망하고 있다.

이 문제를 해결하기 위해 Py-Screener Ver.2는 새로 개발된 고 내구성 컬럼(SH-1MS with Guard column, P/N: 227-36346-01, Shimadzu Corp.)으로 검사를 지원하고자 한다. 이 컬럼은 내열성이 우수하고 유지보수 및 운영비를 절감할 수 있다.

이에 본 뉴스레터에서는 해당 컬럼의 내구성 및 피크 테일링이 발생 시, 유지보수에 대한 효과를 소개하고자 한다.

◆ 고 내구성 컬럼의 구조와 특징

그림 1은 고 내구성 컬럼의 구조를 보여준다. 이 컬럼은 GC 주입부 쪽에 2m의 가드 컬럼이 연결되어 있어 오염 물질이 분석 컬럼까지 도달하는 것을 방지해주며 컬럼의 손상을 줄여준다. 일반적으로 가드 컬럼은 가드 컬럼 전용 커넥터나 마이크로 유니온 등을 이용하여 분석용 컬럼에 연결되는데, 이 컬럼은 분석 컬럼과 가드 컬럼이 별도의 커넥터 없이 일체형으로 연결되어 있다. 따라서, 커넥터의 사용으로 인한 분석 성분의 손실이나 흡착 등의 염려를 할 필요가 없다.



가드 컬럼과 분석 컬럼을 String을 통해 구분할 수 있음.

그림 1. 고 내구성 컬럼의 구조

◆ 분석 조건 및 평가 방법

표 1은 분석 조건을 보여준다. 고내구성 컬럼이 장착된 GC/MS 시스템을 이용하여 전기·전자제품에 포함된 각종 부품의 700여종 시료에 대해 Py-Screener Ver.2에 포함된 프탈레이트(phthalate esters)와 브롬계 난연제 (PBBs, PBDEs) 동시분석법을 이용하여 RoHS 검사를 진행하였다.

100 mg/kg의 phthalate ester 폴리머 표준물질(P/N: 225-31003-91, Shimadzu Corp.)을 이용하여 정기적으로 검사하고, DBP(디부틸프탈산)의 Tailing factor를 계산하였다. (Tailing factor는 피크 테일링을 평가하기 위한 지표로 tailing factor가 클수록 피크 테일링이 크다는 것을 의미하며, 컬럼의 손상이 심하다는 것을 보여준다.) 분석 건수에 따른 DBP의 Tailing factor의 변화를 조사하여 시스템의 내구성을 평가하였다.

또한 추가적인 실험으로 인위적으로 해당 컬럼을 오염시켜 테일링이 생기게 만든 뒤, 가드 컬럼 일부를 잘라서 분석해 피크 테일링을 개선하는 방법을 검토하였다.

표 1. 분석 조건

Instrument Configuration	
GCMS	: GCMS-QP2020 NX
PY	: EGA/PY-3030D, AS-1020E (Frontier Laboratories Ltd.)
Software	: Py-Screener Ver. 2
Column	: SH-1MS with guard column (length: 17 m (including guard column: 2 m), inner diameter: 0.25 mm, film thickness: 0.10 µm)
PY conditions	
Pyzolyzer temp.	: 200 °C → 20 °C/min → 300 °C → 5 °C/min → 340 °C (1 min)
Interface temp.	: 300 °C
Carrier Gas	: He
GC conditions	
Injection Temp.	: 300 °C
Oven Temp.	: 80 °C → 20 °C/min → 300 °C (5 min)
Carrier Gas	: He
Flow Control	: Constant Linear Velocity
Injection Mode	: Split (1:50)
Linear velocity	: 52.1 cm/s
Purge Flow	: 3 mL/min
MS conditions	
Interface Temp.	: 320 °C
Ion Source Temp.	: 230 °C
Ionization method	: EI
Measurement mode	: Simultaneous Scan/SIM
Scan event time	: 0.15 s
Scan range	: m/z 50 - 1000
SIM event time	: 0.3 s

◆ 내구성 평가

그림 2는 분석 건수에 따른 DBP(100 mg/kg)의 Tailing factor 변화를 보여준다. 700회 이상의 검사를 실시한 후에도 Tailing factor는 임계값인 2.5 미만으로 나타났으며, 이러한 검사 결과를 바탕으로 700회 이상의 분석에서도 컬럼의 손상은 없다는 것을 보여주고 있다. 가드 컬럼이 없는 일반 컬럼의 경우, 약 300 - 400 회 정도 분석 시, 피크 테일링이 발생하기 때문에 해당 컬럼을 사용하면 적어도 2배 이상 내구성이 향상됨을 알 수 있다.

(주의: 컬럼의 수명은 분석 시료의 종류에 따라 크게 달라질 수 있음)

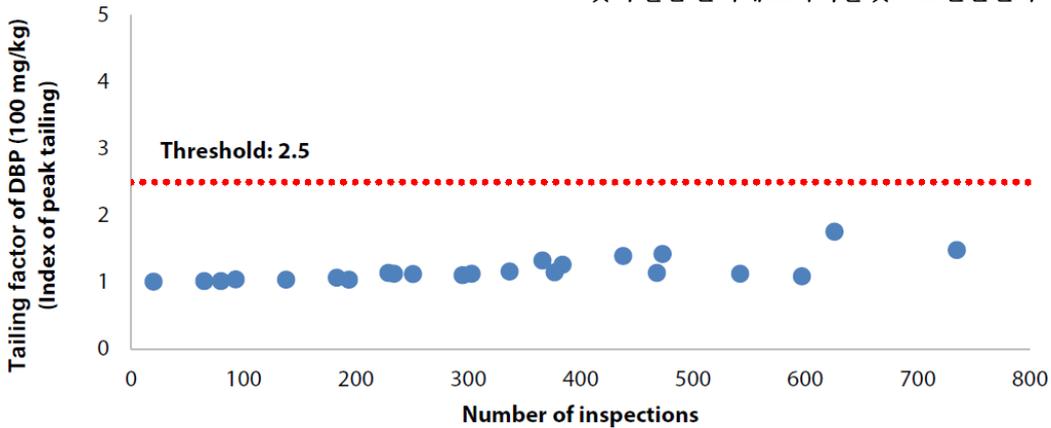


그림 2. 고 내구성 컬럼을 이용한 RoHS 검사의 내구성평가 결과

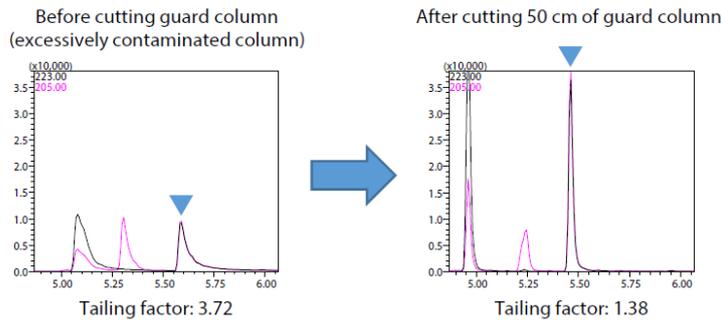


그림 3. 50 cm 가드 컬럼 부분 절단 후 DBP(100 mg/kg)의 피크 모양 및 테일링 계수 변화

◆ 결론

Py-Screener Ver.2에서 사용하는 고 내구성 컬럼은 가드 컬럼과 분석 컬럼을 통합한 일체형 컬럼입니다. 이 일체형 컬럼은 가드 컬럼의 연결 작업의 필요성을 제거하고 커넥터로 연결되는 부분에서의 분석 대상 성분의 손실과 흡착 등을 제거할 수 있다. 내구성 평가 결과, 700회 이상의 RoHS 검사 후에도 유지보수 없이 사용할 수 있으며, 일반 컬럼보다 약 2배 이상의 높은 내구성을 갖추고 있음을 확인할 수 있었다. 또, 유지보수의 빈도와 작업자의 부담이 줄어들기 때문에, 유지보수를 위한 장비 가동 중지 시간도 줄일 수 있다.

◆ 컬럼 유지보수 효과

SH-1MS 컬럼을 인위적으로 오염시켜 테일링이 생기게 만든 후, 컬럼 관리를 위한 효과적인 방법을 모색하였다. 오염에 의해 피크 테일링이 발생한 SH-1MS 컬럼의 가드 컬럼을 50 cm 절단했을 때, DBP(100mg/kg)의 Tailing factor가 3.72에서 1.38로 감소하였고 피크 테일링이 현저히 제거되었다(그림 3). 이는 가드 컬럼에 축적된 오염 물질이 피크 테일링을 유발했을 것으로 추측할 수 있다. 이렇듯 가드 컬럼의 일부를 잘라내는 것으로 오염물질을 제거하고 컬럼의 성능을 회복시킬 수 있었다. 최적의 절단 길이는 컬럼상태에 따라 다르지만, 가드 컬럼을 50 cm에서 1 m 정도 절단하는 것이 컬럼 관리에 효과적일 것으로 판단된다.

이 컬럼은 높은 빈도의 검사를 수행하는 고객에게 효과적인 해결책이 될 것이다. 특히, 지속적인 사용으로 인해 피크 테일링이 일어나더라도 간단하게 가드 컬럼을 부분적으로 절단하는 것만으로 컬럼 상태를 개선할 수 있다. 컬럼은 2m의 가드 컬럼이 있기 때문에, 유지보수를 위한 절단 길이를 50 cm라고 가정하면 4회 또는 그 이상의 유지보수를 수행할 수 있다. 또, 해당 컬럼은 일반 컬럼에 비해 컬럼 수명이 길기 때문에 운용 비용도 절감할 수 있는 효과가 있다.



Shimadzu Scientific Korea
www.shimadzu.co.kr

For Research Use Only. Not for use in diagnostic procedures.

This publication may contain references to products that are not available in your country. Please contact us to check the availability of these products in your country.

The content of this publication shall not be reproduced, altered or sold for any commercial purpose without the written approval of Shimadzu. Company names, products/service names and logos used in this publication are trademarks and trade names of Shimadzu Corporation, its subsidiaries or its affiliates, whether or not they are used with trademark symbol "TM" or "®".

Third-party trademarks and trade names may be used in this publication to refer to either the entities or their products/services, whether or not they are used with trademark symbol "TM" or "®". Shimadzu disclaims any proprietary interest in trademarks and trade names other than its own.

The information contained herein is provided to you "as is" without warranty of any kind including without limitation warranties as to its accuracy or completeness. Shimadzu does not assume any responsibility or liability for any damage, whether direct or indirect, relating to the use of this publication. This publication is based upon the information available to Shimadzu on or before the date of publication, and subject to change without notice.