

Application News

GC Nexis™ GC-2030

수용액 분석에서 라이너 선택의 중요성

No. 01-00328-ENK

Importance of Liner Selection in Aqueous Solution Analysis

사용자 활용 포인트

- ◆ 수용액 샘플을 위한 가스 크로마토그래프(Gas Chromatograph, GC) 분석을 위한 수용액 전용 특수 라이너가 개발되었다.
- ◆ 수용액 전용 특수 라이너를 이용한 분석을 통해 재현성 있는 분석 결과를 얻을 수 있다.

■ 서론

수분이 많은 시료는 보통 기화 효율이 좋지 않기 때문에 GC를 이용해서 분석했을 때 피크형태가 대칭적이지 않고 분석 시 재현성이 떨어지는 단점이 있다. 분석 시, 사용되는 라이너의 종류에 따라 분석 결과가 달라질 수 있다. 위와 같은 문제를 해결하기 위해 물이 포함된 시료를 GC로 분석 시 사용되는 수용액 전용 특수 라이너(부품 번호:227-35015-01)가 개발되었다(그림 1). 본 뉴스레터에서는 개발된 특수 라이너를 이용해 손 소독제 젤 중 에탄올 분석 USP<611>(Application News No.G333) 및 주류 중 에탄올 분석(Application News No.G315)에 적용하여 분석하여 수용액 전용 특수 라이너의 효과를 소개하고자 한다.



그림 1. 수용액 전용 특수 라이너

■ 수용액 분석을 위한 특수 라이너

GC 샘플 주입구에서의 보통 샘플의 기화 효율은 샘플의 자체의 특성과 기화되는 용매 등에 영향을 받고, 라이너의 종류나 형태, 라이너 내부의 충전 물의 재질이나 충전 량 등도 샘플 기화 시의 열 전도율이 변화하는 요인이 되기 때문에 분석 시, 어떤 라이너를 사용하는지에 따라 분석 결과가 크게 달라질 수 있다.

특수 개발된 수용액 전용 특수 라이너는 라이너 내 유리 울의 양이 보통 사용되는 라이너(10mg)보다 많은 20 mg으로 설정되어 있으며, 울의 위치 또한 일반적인 위치(상단에서 22 mm)보다 약간 위인 20 mm 떨어진 곳에 위치해 있다(그림 2). 이런 라이너의 특성 변화는 안정적인 샘플 기화로 이어져 분석 재현성이 향상될 수 있는 결과를 기대할 수 있다.

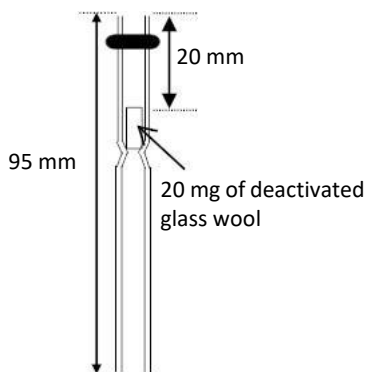


그림 2. 라이너 속 울의 양과 위치

■ 분석 조건 및 분석법 평가

손 소독제 젤 중 에탄올 분석 (Application News No.G333) 및 주류 중 에탄올 분석 (Application News No.G315)에 기반하여 아래와 같은 과정을 통해 수용액 전용 특수 라이너를 평가하였다.

○ 평가 A

GC-2030의 표준 라이너(P/N:227-35007-01)와 수용액 전용 특수 라이너를 사용하여, 검출된 피크를 비교하였다. Application News No.G333에서는 FID 검출기를 사용하였지만 본 분석에서는 물을 피크로 감지할 수 있는 TCD 검출기를 사용하였다.

○ 평가 B

언급한 두가지 분석법을 적용한 분석 결과를 비교하였다. 샘플 준비 및 분석 조건은 각 뉴스레터를 참고하였다. 표 1은 장비 구성 및 분석 조건을 나타냈다.

표 1. 장비 구성 및 분석 조건

Model	Nexis GC-2030 + AOC™-30i
Evaluation A (TCD)	
Detector	: Thermal conductivity detector (TCD)
Current	: 50 mA
Evaluation B (FID)	
Detector	: Flame ionization detector (FID)
Detector Gas	: H ₂ 32 mL/min, Air 200 mL/min
Make up Gas	: He 24 mL/min
Syringe	: Shimadzu Xtra Life Micro syringe 10 µL (P/N: 227-35400-01)*1
<Determination of alcohol Concentration in Sanitizer Gel>	
Column	: SH-624 (30 m × 0.53 mm I.D. 3 µm)
Column Temp.	: 50 °C (5 min) → 10 °C/min → 200 °C (4 min)
Injection Temp.	: 210 °C
Injection Mode	: Split (Split ratio 5)
Carrier Gas Controller	: Linear velocity (He)
Linear Velocity	: 34 cm/sec
Detector Temp.	: FID 280 °C, TCD 210 °C
Injection Volume	: 0.2 µL
<Analysis of Ethanol in Liquor>	
Column	: SH-1 (30 m × 0.53 mm I.D. 3 µm)
Column Temp.	: 50 °C (3 min) → 40 °C/min → 200 °C → 25 °C/min → 245 °C (1.45 min)
Injection Temp.	: 250 °C
Injection Mode	: Split (Split ratio 40)
Carrier Gas Controller	: Pressure (He)
Pressure Program	: 28 kPa (3 min) - 300 kPa/min - 90 kPa (6.79 min)
Detector Temp.	: FID 250 °C, TCD 250 °C
Injection Volume	: 1 µL

*1수용액 샘플을 일반 주사기를 이용한 Auto sampler (AOC model)로 분석하면 주사기의 플런저의 움직임이 둔해져 반복성에 영향을 줄 수 있지만 티타늄으로 제작된 플런저가 장착된 Xtra Life 마이크로 주사기를 사용하면 안정적인 샘플 주입이 가능함

■ 평가 A 결과

표준 라이너와 수용액 전용 특수 라이너를 사용하여 두 유형의 수용액 샘플을 GC-TCD로 분석하였고 피크 모양을 비교하였다. 그림 3과 4에서 확인할 수 있는 것과 같이 표준 라이너를 사용했을 때(2)보다 수용액 전용 특수 라이너를 사용했을 때(1) 용매인 물과 분석 물질의 피크의 형태가 모두 분석 결과의 재현성을 저하시킬 수 있는 비대칭적인 형태(피크 꼬임, Peak tailing)로 관찰되었다.

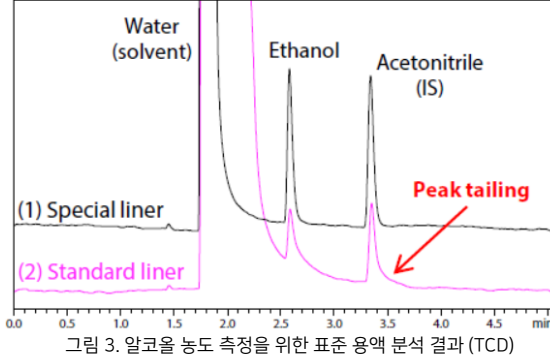


그림 3. 알코올 농도 측정을 위한 표준 용액 분석 결과 (TCD)

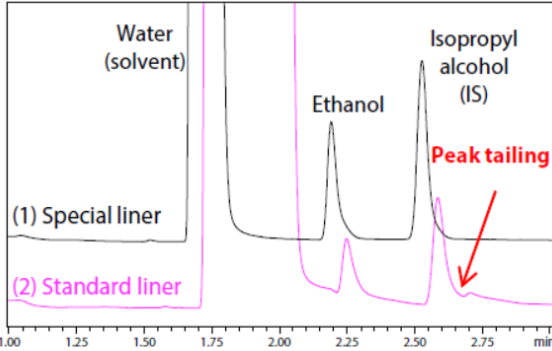


그림 4. 주류 중 에탄올 분석을 위한 10% 표준 용액 분석 결과 (TCD)

■ 평가 B 결과 : 알코올 농도 측정

표준 라이너와 수용액 전용 특수 라이너를 사용하여 알코올을 분석 시 시스템 적합성 요구 사항에 충족되는지를 확인하였다. 그림 5는 수용액 전용 특수 라이너를 사용한 표준 용액과 샘플의 크로마토그램이며, 그림 6은 표준물질의 검정곡선이다. 각 라이너에 대한 분석 결과는 표 2에 나타났다. 표준 라이너를 사용했을 때 보다 수용액 전용 특수 라이너를 사용할 때 시스템 적합성 요구 사항이 충족되었고, 재현성 있는 결과를 얻을 수 있음을 확인하였다.

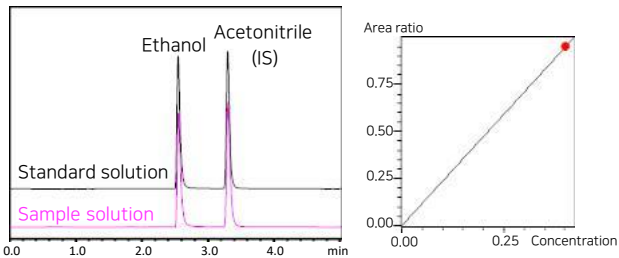


그림 5. 알코올 농도 측정 크로마토그램 (FID)

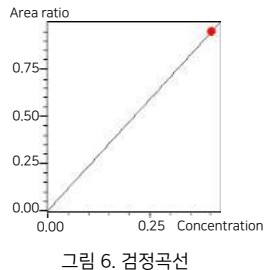


그림 6. 검정곡선

표 2. 알코올 농도 측정 분석 결과 *2

	수용액 전용 특수 라이너	표준 라이너 *3	시스템 적합성
표준 용액			
Area %RSD (n=10)	1.441	16.339	-
Area ratio %RSD (n=6)	0.148	4.102	4.0 % or less(n=6)
Resolution (USP)	8.264	9.70	4 or more
Tailing factor	1.742	1.706	2.0 or less
샘플			
Area %RSD (n=10)	1.685	4.098	-
Area ratio %RSD (n=10)	0.305	1.312	-

*2 표시된 값은 참고 값이며 보장된 값이 아님, 시스템 적합성 시험의 비적합한 수치와 % RSD가 2 이상인 값은 빨간색으로 표시하였음

*3 표준 라이너를 사용한 결과는 예시이며, 항상 재현성 손실이 항상 발생하는 것은 아님

■ 평가 B 결과 : 주류 중 에탄올 분석

재현성 평가는 표준 라이너와 수용액 전용 특수 라이너를 사용하여 확인하였다. 그림 7은 수용액 전용 특수 라이너를 이용한 표준 용액의 크로마토그램이고, 그림 8은 검정 곡선을 나타냈으며, 그림 9는 샘플의 크로마토그램을 나타냈다. 각 라이너에 대한 분석 결과는 표 3에 나타났다.

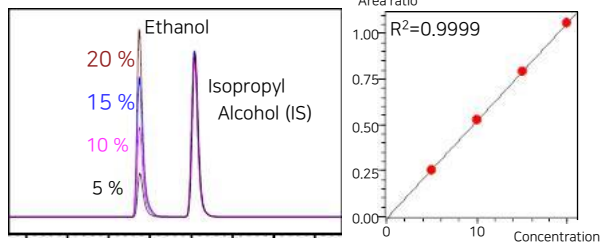


그림 7. 표준 용액 크로마토그램 (FID)

그림 8. 검정곡선

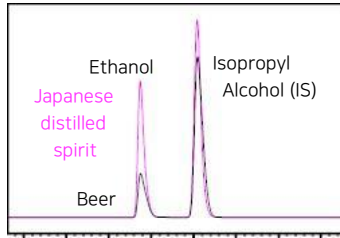


그림 9. 샘플 크로마토그램 (FID)

표 3. 주류 중 에탄올 분석 결과 *2

		수용액 전용 특수 라이너	표준 라이너 *3
Area %RSD (n=10)	표준 용액		
	5 %	0.671	2.096
	5 %	1.061	9.358
	15 %	0.815	0.486
	20 %	1.575	0.891
	샘플		
Area ratio %RSD (n=10)	Beer	0.483	2.421
	Japanese distilled spirit	0.419	1.184
	표준 용액		
	5 %	0.075	0.116
	5 %	0.079	3.624
	15 %	0.078	0.138
샘플	20 %	0.110	0.106
	Beer	0.332	0.223
	Japanese distilled spirit	0.061	0.108

■ 결론

새롭게 개발된 수용액 전용 특수 라이너를 사용하여 수용액을 포함한 GC 샘플 분석에서 안정적인 분석을 수행할 수 있음을 확인하였다. 또한 수용액 전용 특수 라이너는 반복적으로 사용할 경우, 50~100회의 주입 후 교체하는 것을 권장한다.

Nexis 및 AOC는 일본 및/또는 기타 국가에서 Shimadzu Corporation 또는 그 계열사의 상표입니다.

01-00328-ENK



Shimadzu Corporation
www.shimadzu.com/an/
Shimadzu Scientific Korea
www.shimadzu.co.kr

For Research Use Only. Not for use in diagnostic procedures. Not available in the USA, Canada, and China.

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.

Copyright © 2024 SHIMADZU group. All rights reserved.