

Application News

Eco-friendly short method를 이용한 실내공기 및 악취 중 알데하이드류 6 종 동시 분석

No. SSK-LCMS-2502

Eco-friendly Short Method for Determination of DNPH-Derivatized Aldehydes Using Nexera UHPLC system

사용자 활용 포인트

- ◆ 국립환경과학원고시 실내공기질공정시험기준 및 악취공정시험기준의 대상 성분인 폼알데하이드, 아세트알데하이드, 프로피온알데하이드, 뷰틸알데하이드, i-발레르알데하이드, n-발레르알데하이드에 대한 정성 및 정량 분석을 할 수 있다.
- ◆ 기존 분석법에서 분석 시간을 3배 단축하여 10분 이내 분석이 가능하며, 유량은 3배 적게 사용하여 환경 친화적인 분석법이다.

■ 서론

최근 환경 문제와 자원의 효율적인 사용에 대한 관심이 급증하면서, 친환경적인 접근 방식이 중요한 이슈로 떠오르고 있다. 특히, 녹색 화학(Green Chemistry)은 화학 산업과 연구에서 환경에 미치는 영향을 최소화하면서 효율적인 분석 방법을 개발하는 것을 목표로 하고 있다. 녹색 화학은 화학 반응과 분석 방법에서 발생할 수 있는 유해 화학 물질의 사용을 줄이고, 에너지 소모를 최소화하며, 자원의 낭비를 방지하는데 중점을 둔다. 또한, 인간, 지구, 번영, 평화, 파트너십이라는 5개 영역에서 지속가능발전목표(Sustainable Development Goals, SDGs)를 세워 인류가 나아가야 할 방향성을 제시하여, 이를 달성하기 위한 전 세계적인 노력이 이루어지고 있다.

이러한 배경 하에 이 뉴스레터는 분석 시간 단축과 용매 사용량 절감을 통해 친환경적이고 효율적인 방법을 제시하고자 한다. 이 분석법은 국립환경과학원고시 제2024-70호, 실내공기질공정 시험기준(ES 02601.1e)^[1]에 해당하는 폼알데하이드 및 제2024-65호, 악취공정시험기준(ES 09305.1c)^[2]에 해당하는 아세트알데하이드, 프로피온알데하이드, 뷰틸알데하이드, i-발레르알데하이드, n-발레르알데하이드에 적용할 수 있다. 고시에 제시된 조건에 대비하여 유량은 3배 적게 사용하고, 분석 시간은 3배 단축시키면서도 분석 물질을 효과적으로 분리하였다. 또한, 검량선, 정확도, 정밀도, 회수율 등 밸리데이션을 수행하여 분석법의 견고함을 확인하였다.

■ 시료 준비

밸리데이션을 위해 검량선, 방법검출한계, 정확도, 정밀도, 회수율을 평가하였다.

표준물질은 Merck 사의 TO11/IP-6A Aldehyde/Ketone-DNPH Mix을 사용하였으며, 밸리데이션을 위한 시료는 아세트니트릴로 희석하여 조제하였다. DNPH 카트리지는 SIBATA사의 DNPH active sorbent tube syringe type을 사용하였다.

■ 분석 조건

Nexera™ XS 초고성능 액체 크로마토그래프 및 광 다이오드 어레이(Photodiode Array, PDA) 검출기를 이용하여 분석하였다(그림 1). LC 분석 조건은 표 1에 나타내었다.



그림 1. Nexera™ XS system

표 1. 분석 조건

| | |
|-------------------|--|
| System: | Nexera XS |
| Flow rate: | 0.3 mL/min |
| Mobile Phase A : | Water |
| Mobile Phase B : | Acetonitrile/MeOH = 50/50 (v/v) |
| Gradient: | 60%B (0 min)-90%B (7-7.5 min)-60%B (7.51-10 min) |
| Column: | Shim-pack GIST C18 (2.1 x 100 mm., 2 μm) |
| Column Temp.: | 30 °C |
| Injection Volume: | 2 μL |
| Detector: | PDA(UHPLC Cell), 360 nm |

■ 검량선

표준원액을 아세트니트릴로 희석하여 5-500 ng/mL 농도 범위로 7개의 검량선용 표준용액을 조제하였다. 대상성분인 폼알데하이드, 아세트알데하이드, 프로피온알데하이드, 뷰틸알데하이드, i-발레르알데하이드, n-발레르알데하이드, 모두 r² 값이 0.999 이상으로 우수하였다(그림 2).

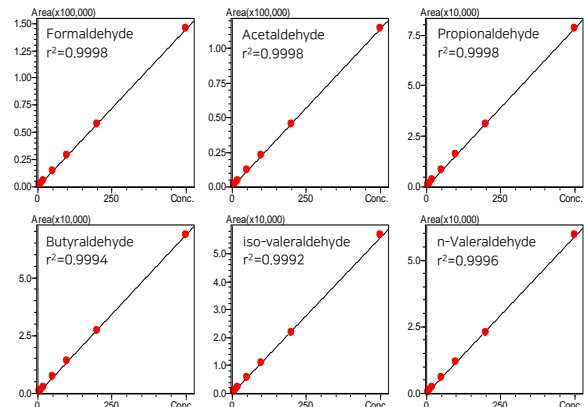


그림 2. 알데하이드 6성분에 대한 검량선

■ 크로마토그램

표 1에 따라 분석한 크로마토그램을 그림 2에 나타내었다. 10분 이내에 6개의 알데하이드가 분리되었으며, 표준용액과 회수율 시료를 비교하였다.

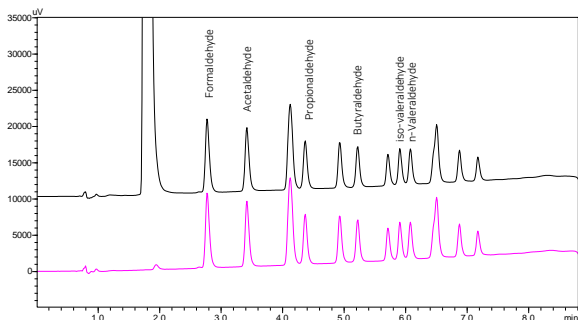


그림 2. 알데하이드의 크로마토그램
(위: 회수율 시료, 아래: 표준용액, 농도 200 ng/mL)

■ 방법검출한계 (MDL)

검량선용 표준용액 중 가장 낮은 농도인 5 ng/mL를 7번 반복 분석하였다. 이 농도 값을 바탕으로 얻은 표준편차에 3.14를 곱하여 계산한 방법검출한계를 표 2에 나타내었다. 알데하이드 6성분의 방법검출한계는 1 ng/mL 이하로 확인되었다.

표 2. 방법검출한계 (MDL)

| 성분명 | MDL (ng/mL), n=7 |
|------------|------------------|
| 포알데하이드 | 0.5 |
| 아세트알데하이드 | 0.5 |
| 프로피온알데하이드 | 0.8 |
| 뷰틸알데하이드 | 0.6 |
| i-발레르알데하이드 | 0.8 |
| n-발레르알데하이드 | 0.7 |

■ 정확도 및 정밀도

정확도 및 정밀도를 측정하기 위해 표준용액을 저농도(10 ng/mL), 중농도(50 ng/mL), 고농도(200 ng/mL)로 조제하였다. 시료는 5번 반복 분석하여 농도에 대한 정확도 및 정밀도를 측정하였다. 정확도는 (90-102)% 로 확인되었으며 (표 3), 정밀도는 2.5% 이내로 얻어졌다(표 4).

표 3. 표준용액의 정확도 결과

| 성분명 | 정확도 (%), n=5 | | |
|------------|----------------|----------------|-----------------|
| | 저농도 (10 ng/mL) | 중농도 (50 ng/mL) | 고농도 (200 ng/mL) |
| 포알데하이드 | 96 | 99 | 96 |
| 아세트알데하이드 | 99 | 101 | 98 |
| 프로피온알데하이드 | 100 | 102 | 97 |
| 뷰틸알데하이드 | 90 | 102 | 97 |
| i-발레르알데하이드 | 99 | 98 | 97 |
| n-발레르알데하이드 | 95 | 97 | 95 |

표 4. 표준용액의 정밀도 결과

| 성분명 | 정밀도 (%RSD), n=5 | | |
|------------|-----------------|----------------|-----------------|
| | 저농도 (10 ng/mL) | 중농도 (50 ng/mL) | 고농도 (200 ng/mL) |
| 포알데하이드 | 1.4 | 0.7 | 0.4 |
| 아세트알데하이드 | 1.1 | 0.3 | 0.7 |
| 프로피온알데하이드 | 2.5 | 1.0 | 0.2 |
| 뷰틸알데하이드 | 1.9 | 1.3 | 1.1 |
| i-발레르알데하이드 | 2.5 | 1.9 | 1.1 |
| n-발레르알데하이드 | 1.4 | 1.9 | 0.7 |

■ 회수율

DNPH 카트리지에 표준용액을 로딩한 후, 아세토니트릴 5 mL로 추출하여 회수율 시료를 조제하였다. 최종 농도는 저농도(10 ng/mL), 중농도(50 ng/mL), 고농도(200 ng/mL)가 되도록 하였다. 회수율 결과는 (93-105)% 로 나타났다(표 5).

표 5. 회수율 결과

| 성분명 | 회수율 (%), n=5 | | |
|------------|----------------|----------------|-----------------|
| | 저농도 (10 ng/mL) | 중농도 (50 ng/mL) | 고농도 (200 ng/mL) |
| 포알데하이드 | 93 | 98 | 97 |
| 아세트알데하이드 | 105 | 101 | 98 |
| 프로피온알데하이드 | 99 | 98 | 97 |
| 뷰틸알데하이드 | 104 | 98 | 98 |
| i-발레르알데하이드 | 98 | 95 | 96 |
| n-발레르알데하이드 | 100 | 96 | 94 |

■ 결론

SHIMADZU Nexera XS 시스템으로 알데하이드 6 성분에 대한 동시 분석을 하였다. 대상 성분은 실내공기질공정시험기준 (ES 02601.1e)의 포알데하이드, 악취공정시험기준(ES 09305.1c)의 아세트알데하이드, 프로피온알데하이드, 뷰틸알데하이드, i-발레르알데하이드, n-발레르알데하이드이다. 기존 분석법에서 분석 시간을 3배 단축시켜 10 분 이내에 분석이 가능하며, 이동상 용매의 유량을 3배 적게 사용하여 하나의 시료 분석 시 10 배의 용매 사용량을 줄일 수 있다.

이 분석법으로 밸리데이션을 진행하여 분석법의 견고함을 확인하였다. 검량선은 5-500 ng/mL 범위에서 $r^2 > 0.999$ 으로 나타났으며, 방법검출한계는 전 성분 1 ng/mL 이하로 얻어졌다. 표준용액의 정확도는 (90-102)%, 정밀도는 2.5% 이내이며, 회수율 결과는 (93-105)% 로 우수하였다.

<참고자료>

1. 국립환경과학원고시 제2024-70호, 실내공기질공정시험기준(ES 02601.1e)
2. 국립환경과학원고시 제2024-65호, 악취공정시험기준(ES 09305.1c)