

Carryover 확인: 토양에서의 PAH 성분 추출



Summary

EDGE 자동 추출 시스템은 12개의 시료를 연속으로 처리가 가능하다. 일반적으로 시료를 순차적으로 처리하면 처음 시료에 노출된 경로가 다음 시료에 노출되어 Carryover 문제가 발생할 수 있다. 그래서 Carryover 문제에 대한 안전성을 보장하기 위해 각 시료의 처리 후에는 전체 경로의 충분한 세척이 필요하다. EDGE의 세척 파라미터는 Method 당 개별 용매로 최대 5개까지 추가가 가능하며, 최적의 세척 파라미터로 Method를 설정할 수 있다. 본 응용자료에서는 토양에서 2가지 농도(50ppm, 0.5ppm) Polyaromatic Hydrocarbons(PAH)를 추출한 후, Carryover 확인용 Blank를 시료와 동일한 Method로 처리 및 분석하였다. 특히 받은 Q-Cup Technology를 통해 EDGE는 자동화된 하나의 단계로 Carryover 없이 7분 이내에 시료의 추출이 가능하다.

Introduction

PAH는 석탄과 같은 탄소 함유 물질에서 자연적으로 발생하는 화학 물질의 일종으로, 탄소 함유 물질을 태울 때 배출된다. PAH는 환경 중에서 안정한 상태이기 때문에, 환경에 지속적으로 노출되어 있으며 대기, 토양, 수질 등 모든 환경에서 발견될 수 있다. 특히 일부 PAH는 여러 건강상의 문제들 중에서도 암과 연관되어 있는 물질이다. 환경 중 PAH는 노출을 피하기가 거의 불가능한 화학 물질로, 건강을 위한다면 환경 중 PAH의 수준을 확인하는 것이 매우 중요하다.

토양과 같은 고체 시료의 경우에는 분석을 하기 전, 먼저 시료에서 PAH를 추출하는 전처리 과정이 필요하다. PAH와 같은 성분은 매우 낮은 수준으로 존재할 수 있으며, 이 경우에 시료의 작은 오염이 분석 결과에 영향을 미칠 수 있다. 특히 EDGE와 같이 연속적으로 자동 추출을 실행하는 경우, 시료들 사이의 Carryover는 반드시 확인하고 제거해야 한다. EDGE는 7분 이내에 최대 30g의 토양 시료를 추출 가능하다. 수집된 추출액은 여과, 냉각되어 있어 바로 분석이 가능한 상태로 수집된다. 또한 7분의 처리 시간에는 추출 과정을 포함하여 시료의 린스 및 시스템의 세척 시간이 포함되며, 동시에 Carryover가 없음을

보장한다. EDGE는 하나의 간단한 Method로 가능한 가장 빠르고, 자동화된 토양 추출 기능을 제공하며, 정확한 결과를 신속하게 보여준다.

Materials and Methods

Reagent

Sandy loam와 EPA 525 PAH Mix CRM(인증 표준 물질)은 Sigma Aldrich에서 구입하고, Chemical ACS 등급의 Hexane, Acetone, Dichloromethane은 VWR에서 구입하였다.

Sample Preparation

C1 Q-Disc가 내장된 Q-Cup에 각 15g의 Sandy loam을 넣고, 50ppm 또는 0.5ppm의 EPA 525 PAH Mix A Standard를 1mL 첨가한다. Q-Cup과 40mL 투명 수집 바이알을 각각의 위치에 맞추어 랙에 담고, 이동식 랙을 EDGE 기기 옆면을 통해 장착한다. (EDGE Software 1.17) 전처리 Method는 EPA 3545 규정을 준수하는 CRM Method가 사용되었다. Blank는 C4 Q-Disc만 내장된 빈 Q-Cup을 사용하여 시료와 동일한 Method로 처리하였으며, 각각의 Sandy loam 시료의 추출 후에 진행되었다.

EDGE Method

Q-Disc	C4
Solvent	Hexane Acetone (50:50)
Top Add	15mL
Bottom Add	10mL
Rinse	10mL
Temperature	120°C
Hold Time	1min
Wash 1	30mL Dichloromethane
Wash 2	30mL Hexane:Acetone (50:50)

Analysis

분석은 Eurofins Lancaster Laboratories Environment에 의해 수행되었으며, 추출액은 EPA 8270D에 따라 10µg/kg 정량 한계로 분석되었다.

Results and Discussion

50ppm 스파이크 용액을 첨가한 Sandy loam 시료 추출액의 이론 농도는 1429 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 이었고, 0.5ppm 스파이크 용액을 첨가한 추출액의 이론 농도는 14 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 였다. Blank는 C4 Q-Disc만 내장된 비어있는 Q-Cup을 사용하여 각각의 토양 시료 추출 후에 진행되었다. 두 개의 농도가 첨가된 % Carryover 데이터는 Table 1에 나타내었다. 분석된 모든 Blank 시료에 대해 1% 이상의 Carryover는 검출되지 않았다. 저농도 시료의 추출이 진행되고, 처리된 Blank의 경우에 모든 Blank에서 PAH 성분의 Carryover가 검출되지 않았다. 고농도 시료의 추출이 진행되고, Blank의 경우에는 최소 5개의 PAH 성분이 검출되었다. 일반적으로 허용되는 Carryover 지침은 모든 샘플에 대해 충족되는 1%로 설정한다.

본 응용자료에서 연구의 목적상 모든 시료에 대해 동일한 세척 파라미터를 적용하였지만, 세척 파라미터는 시료의 종류와 농도에 따라 달라질 수 있다. 세척 파라미터에는 온도, 퍼지 시간, 유지 시간, 용제, 용제 부피 및 세척 횟수 등 다양한 항목이 있다. 농도가 높은 시료의 경우, 하나의 용매로 세척하는 것보단 2개 이상의 용매를 사용하거나 세척 온도를 높이는게 효율적으로 세척이 가능하다. 또한 모든 시료의 세척 파라미터는 응용별로 가장 알맞은 값으로 조정할 수 있다. EDGE의 빠른 처리 속도는 시료 별 빠르고 간편한 Method Development에 적합하다.

Conclusion

자동 추출 시스템인 EDGE를 통해 Sandy loam 시료에서 PAH를 빠르고, 효율적으로 추출할 수 있었다. 또한 Carryover의 안정성을 보장하기 위해 시료 세척에 적합한 세척 파라미터를 사용하였다. 고농도 시료와 저농도 시료 모두 처리하여 분석한 결과, Carryover에 대한 문제는 나타나지 않았다. 뿐만 아니라 사용자는 각자의 응용에 맞춰 세척 Method를 직접 지정할 수 있기 때문에, 최적의 결과를 얻을 수 있는 세척 유연성이 제공된다. 모든 응용에서 EDGE를 사용하면 빠르고 간단하고 정확한 추출이 가능하다.

Table 1. Percent Carryover of PAH Compounds After System Cleaning

PAH	%Carryover (50ppm Spike Sample)	%Carryover (0.5ppm Spike Sample)
Acenaphthene	Not Detected	Not Detected
Acenaphthylene	Not Detected	Not Detected
Anthracene	Not Detected	Not Detected
Benzo(a)anthracene	Not Detected	Not Detected
Benzo(a)pyrene	Not Detected	Not Detected
Benzo(b)fluoranthene	0.91	Not Detected
Benzo(g,h,i)perylene	0.98	Not Detected
Benzo(k)fluoranthene	0.98	Not Detected

PAH	%Carryover (50ppm Spike Sample)	%Carryover (0.5ppm Spike Sample)
Chrysene	Not Detected	Not Detected
Dibenza(a,h)athracene	1.05	Not Detected
Fluorene	Not Detected	Not Detected
Indeno(1,2,3-cd)pyrene	0.91	Not Detected
1-methylnapthalene	Not Detected	Not Detected
Phenanathrene	Not Detected	Not Detected

영인에스티 담당자

영인에스티 계측기술사업부 분광분석팀 (02-6190-9865)