

1. 가스크로마토그래피

이 시험법은 기화된 용질(시료)이 이동상기체(캐리어가스)에 의하여 칼럼을 통과하는 중에 고정상과의 작용에 의해 성분을 분리하여 확인 및 정량을 구하는 시험법이다. 고정상이 고체인 경우를 기고크로마토그래피라 하고 칼럼의 벽 또는 불활성 고정상의 표면에 액층이 입혀 있는 경우를 기액크로마토그래피라 한다.

전자의 경우는 용질의 통과가 흡착 또는 축출에 의해 지연이 되며 후자의 경우는 기체상인 이동상과 정지된 액체간의 분배에 의해서 이루어진다. 용질의 분리와 관련되는 요소는 캐리어가스의 유속, 칼럼의 길이와 내경, 고정상체의 입자크기, 사용된 액상의 종류 및 고정상체에 대한 액상의 양과 온도가 포함된다.

가. 장 치

가스크로마토그래피의 기본장치는 캐리어가스 도입부, 시료주입부, 칼럼, 검출기 및 자료기록장치로 구성된다.

나. 조 작 법

따로 규정이 없는 한, 다음 방법을 따른다. 정치를 미리 조정한 후 각 품목에서 규정하는 조건으로 칼럼·검출기온도 및 캐리어가스의 유량을 설정하고 각 품목에서 규정하는 양의 시험용액 또는 표준용액을 가스크로

마토그래피용 마이크로주사기를 이용해서 시료주입부로부터 주입하고 분리된 성분을 검출기로 검출하고 기록장치를 써서 크로마토그래피을 그린다.

크로마토그래피상 성분의 피크위치는 유지시간(시험용액을 주입하고부터 성분의 피크정점이 나타날 때까지의 시간) 또는 유지용량(유지시간×캐리어가스유량)으로 나타내며 이들은 일정조건에서는 물질마다 특유의 값을 나타낸다. 이에 의하여 검체성분의 확인을 한다.

크로마토그래피상의 성분의 피크면적 또는 피크높이 등으로부터 검체성분의 정량을 구한다. 정량은 보통 다음의 어느 한 방법에 따른다.

(1) 내부표준법

각 품목에서 규정하는 내부표준물질의 일정량에 대하여 표준피검성분의 기지량을 각각 단계적으로 넣어 표준액을 조제하고 그 일정량씩을 주입한다. 얻은 크로마토그래피에서 종축에 표준피검성분의 피크면적, 또는 피크높이와 내부표준물질의 피크면적 또는 피크높이와의 비를 취하고 횡축에는 표준피검성분량과 내부표준물질량과의 비 또는 표준피검성분량을 취하여 검량선을 작성한다.

다음에 각 품목에 규정된 방법으로 검액을 조제한다. 다만, 검액의 조제에는 미리 표준용액의 경우와 같이 같은 양의 내부표준물질을 넣는다. 다음에 검량선을 작성하였을 때와 동일조건으로 얻은 크로마토그래피에서 피검성분의 피크면적 또는 피크높이와 내부표준면적 또는 피크높이와의 비를 구하여 검량선으로부터 피검성분량을 구한다.

내부표준물질로서는 그 피크가 피검성분의 피크위치에 되도록 가깝게 피검성분 이외의 것의 피크와도 완전히 분리되는 안정한 물질을 쓴다.

(2) 절대검량선법

표준피검성분을 단계적으로 취하여 표준용액을 만들고 그 일정량씩을 정확히 주입한다. 크로마토그래피로부터 종축에는 표준피검성분의 피크면적 또는 피크높이, 횡축은 표준피검성분량으로 하여 검량선을 작성한다. 다음에 각 품목에 규정된 방법으로 검액을 만든다.

검량선을 작성할 때와 동일조건으로 크로마토그래피를 기록하고 검량선으로 부터 피검성분량을 구한다. 이 방법은 모든 측정조건을 엄밀히 일정하게 하여야 한다.

(3) 면적백분율법

크로마토그래피에서 얻은 각 성분의 피크면적의 총합을 100으로 하고 이에 대한 각 성분의 피크면적의 비로부터 조성비를 구한다.

(1), (2) 및 (3)의 경우에 있어서, 피크높이 또는 피크면적은 보통 다피크의 정점에서 기록지의 횡축에 내린 수선과 피크의 양쪽밑을 연결하는 접선과의 교점에서 정점까지의 길이를 측정한다.

(가) 피크높이법

피크의 정점에서 기록지의 횡축에 내린 수선과 피크의 양쪽밑을 연결하는 접선과의 교점에서 정점까지의 길이를 측정한다.

(나) 피크면적법

1) 반치폭법 : 피크높이의 가운데 점에서의 피크폭에 피크높이를 곱한다.

2) 중량법 : 피크를 직접 잘라내어 그 무게를 단다.

3) 자동적분법 : 검출기에서의 신호를 자동적분계를 써서 측정한다.

(※ 주의 : 시험에 쓰는 시약, 시액은 측정의 방해가 되는 피크가 나타나서는 아니 된다.)