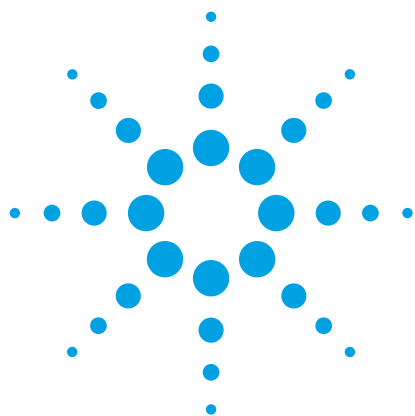




Agilent 5977A 시리즈 GC/MSD를 사용한 먹는 물의 준휘발성 유기 화합물 측정

응용 자료

환경

저자

Jia-jia Wu
Agilent Technologies Co. Ltd (China)
Beijing,
People's Republic of China

개요

최저 5ppb 수준, SVOC 30종 검출을 위해 Agilent 5977A 시리즈 GC/MSD로 개발한 분석법은 뛰어난 직선성($R^2 > 0.990$) 및 재현성(대부분 상대 표준물질 편차(RSD) $\leq 3.1\%$)을 가집니다.

서론

준휘발성 유기 화합물(SVOC)은 건강에 악영향을 줄 수 있는 다양한 화학물질을 포함합니다. 이 중 다수가 발암물질로 의심되며, benzo(a)pyrene과 같은 일부 물질은 동물 및 사람에서 발암성이 있는 것으로 알려져 있습니다. SVOC는 일반적으로 공업용 가소제, 화석 연료의 불완전 연소 부산물, 의약품, 소독제 및 농약 등입니다. 수질 오염은 수원의 오염 또는, 매립지와 같은 오염원의 침출로 발생할 수 있습니다.

중국은 GB5749-2006 규제로 먹는 물의 SVOC 허용 한계를 규정합니다. 본 응용 자료는 GB5749-2006에서 다루는 SVOC 30종에 대한 15분 내, 고감도 및 재현성 있는 검출이 가능한 5977A 시리즈 GC/MSD의 성능을 설명하며, 시험한 30종 화합물 대부분의 RSD는 $\leq 3.1\%$ 였습니다.



Agilent Technologies

실험

표준물질 및 시약

SVOC 표준물질 30종 및 내부 표준물질 화합물 3종은 시중에서 구입하였습니다(표 1). 작업 검량 표준물질은 Agilent 7696A Sample Prep WorkBench를 이용하여 ethyl acetate로 제조했습니다.

표 1. SVOC 표준물질 30종 및 내부 표준물질(IS) 3종

번호	화합물	CAS	번호	화합물	CAS
1	1,3,5-Trichlorobenzene	108-70-3	16	Methyl parathion	298-00-0
2	1,2,4-Trichlorobenzene	120-82-1	17	Heptachlor	76-44-8
3	1,2,3-Trichlorobenzene	87-61-6	18	Malathion	121-75-5
4	Dichlorvos	62-73-7	19	Dursban	2921-88-2
5	2,4,6-Trichlorophenol	88-06-2	20	Parathion	56-38-2
IS-1	Acenaphthene-d10	15067-26-2	21	Bentazone	25057-89-0
6	BHC- <i>alpha</i>	319-84-6	22	DDE-o,p'	3424-82-6
7	Hexachlorobenzene	118-74-1	23	DDE-p,p'	72-55-9
8	Dimethoate	60-51-5	24	DDD-o,p'	53-19-0
9	Carbofuran	1563-66-2	25	DDD-p,p'	72-54-8
10	Atrazine	1912-24-9	26	DDT-o,p'	789-02-6
11	BHC- <i>beta</i>	319-85-7	27	DDT-p,p'	50-29-3
12	Pentachlorophenol	87-86-5	IS-3	Chrysene-d12	1719-03-5
13	Lindane	58-89-9	28	Di(2-ethylhexyl)phthalate	117-81-7
14	Chlorothalonil	1897-45-6	29	Benzo(a)pyrene	50-32-8
15	BHC- <i>delta</i>	319-86-8	30	Deltamethrin	52918-63-5
IS-2	Phenanthrene-d10	1517-22-2			

표 2. Agilent 7890B GC 및 Agilent 5977A 시리즈 GC/MSD 조건

GC 분석 조건

분석 컬럼	Agilent DB-8270D UI 20m×180μm, 0.36μm (p/n 621-9723)
주입량	1μL
주입 모드	비분할
주입 온도	280°C
라이너	Liner, UI, splitless, single taper, no glass wool (p/n 5190-2292)
운반 가스	헬륨, 일정 유속, 1.2mL/분
오븐 프로그램	45°C, 1분 유지 50°C/분으로 100°C까지 0.5분 유지 25°C/분으로 310°C까지 4분 유지
이송 라인 온도	280°C

MS 조건

용매 지연	4분
수집 모드	동시 Scan/SIM
툰	Etune.u
게인 계수	5.00
이온화원 온도	250°C
사중극자 온도	150°C

기기

본 연구는 분할/비분할 주입구를 갖춘 Agilent 7890B 가스 크로마토그래피와 동시 Scan/SIM 및 전자 이온화(EI) 수집 모드인 Agilent 5977A 시리즈 GC/MSD를 결합하여 수행하였습니다. 표 2는 기기 조건입니다.

수집 파라미터

표 3은 수집 이온입니다.

표 3. 수집 파라미터

표적 화합물	RT	Q ₀	Q ₁	Q ₂	Q ₃	표적 화합물	RT	Q ₀	Q ₁	Q ₂	Q ₃
1,3,5-Trichlorobenzene	4.75	180	182	184	145	Methyl parathion	8.67	109	125	263	79
1,2,4-Trichlorobenzene	5.05	180	182	184	145	Heptachlor	8.82	100	272	274	270
1,2,3-Trichlorobenzene	5.26	180	182	184	145	Malathion	8.9	173	127	125	93
Dichlorvos	5.34	109	185	79	187	Dursban	8.99	197	199	314	97
2,4,6-Trichlorophenol	6.06	196	198	97	132	Parathion	9.06	109	97	291	125
BHC- <i>alpha</i>	7.88	219	183	181	217	Bentazone	9.15	198	119	161	92
Hexachlorobenzene	7.92	284	286	282	288	DDE-o,p'	9.59	246	248	318	316
Dimethoate	7.95	87	93	125	143	DDE-p,p'	9.84	246	248	318	316
Carbofuran	7.96	164	149	131	123	DDD-o,p'	9.91	235	237	165	212
Atrazine	8.01	200	215	58	173	DDD-p,p'	10.17	235	237	165	212
BHC- <i>beta</i>	8.07	219	181	183	109	DDT-o,p'	10.21	235	237	165	212
Pentachlorophenol	8.11	266	264	268	165	DDT-p,p'	10.47	235	237	165	212
Lindane	8.17	219	183	181	111	Di(2-ethylhexyl)phthalate	10.94	149	167	57	70
Chlorothalonil	8.29	266	264	268	270	Benzo(a)pyrene	12.61	252	253	125	126
BHC- <i>delta</i>	8.39	219	183	181	217	Deltamethrin	13.29	181	253	251	255

RT - 머무름 시간(분)

Q₀ - 정량 이온

Q₁, Q₂, Q₃ - 정량 이온

표 4. SVOC 30종의 검량 계수

표적 화합물	R ²	표적 화합물	R ²
1,3,5-Trichlorobenzene	0.999	Methyl parathion	0.994
1,2,4-Trichlorobenzene	0.999	Heptachlor	0.997
1,2,3-Trichlorobenzene	0.999	Malathion	0.993
Dichlorvos	0.998	Dursban	0.991
2,4,6-Trichlorophenol	0.995	Parathion	0.993
BHC- <i>alpha</i>	0.999	Bentazone**	0.991
Hexachlorobenzene	0.999	DDE-o,p'	0.999
Dimethoate	0.995	DDE-p,p'	0.999
Carbofuran	0.993	DDD-o,p'	0.999
Atrazine	0.994	DDD-p,p'	0.996
BHC- <i>beta</i>	0.999	DDT-o,p'	0.998
Pentachlorophenol*	0.993	DDT-p,p'	0.993
BHC- <i>gamma</i>	0.999	Di(2-Ethylhexyl)phthalate	0.997
Chlorothalonil	0.997	Benzo(a)pyrene	0.998
BHC- <i>delta</i>	0.999	Deltamethrin	0.999

*pentachlorophenol: 20~200 ppb

** bentazone: 50~1,000 ppb

결과 및 토의

직선성

대부분 표적 화합물의 검량선은 5~200ng/mL ppb로 구성되며, 전체 머무름 시간 범위에 걸친 모든 화합물의 적용범위 보장을 위해 3종의 내부 표준물질을 사용하였습니다. 그림 1은 화합물 4종의 곡선이며, 검량 계수(R^2)값은 ≤ 0.997 이었습니다. Pentachlorophenol 검량선은 20~200 ng/mL로, bentazone 검량선은 50~1,000 ng/mL로 구성되었습니다. Pentachlorophenol 및 bentazone의 R^2 값은 0.990보다 컸습니다.

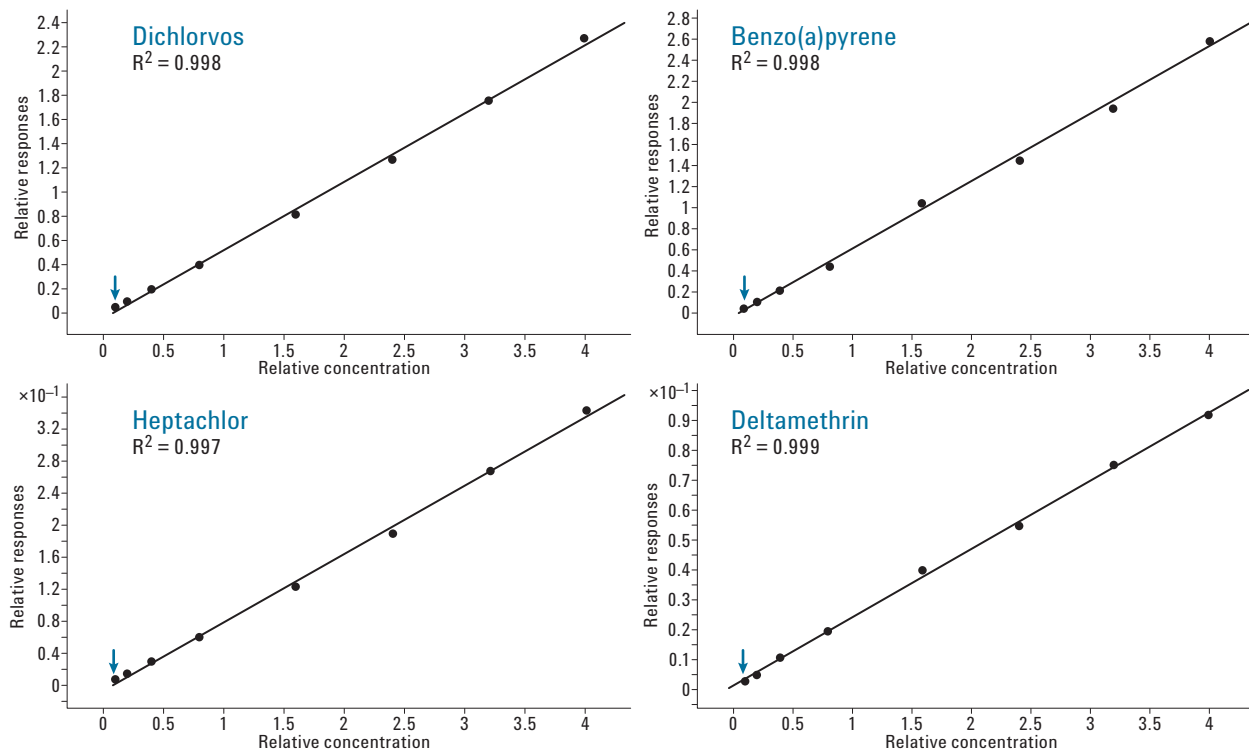


그림 1. 5~200ng/mL, SVOC 4종의 검량선 예시

재현성

표 5는 5977A 시리즈 GC/MSD로 탁월한 정량 재현성을 얻을 수 있음을 보여줍니다. Etune 설정으로 SVOC 화합물 30종 모두는 가장 낮은 RSD를 보이며, 그 중 대부분이 8회 주입에서 $\leq 3.1\%$ 이며, 7종은 1% 미만이었습니다.

표 5. 표준물질 혼합물 시료 40ppb의 재현성(RSD)*

표적 화합물	평균 농도 (ppb)	RSD(%)	표적 화합물	평균 농도 (ppb)	RSD(%)
1,3,5-Trichlorobenzene	40.5	0.7	Methyl parathion	39.9	1.5
1,2,4-Trichlorobenzene	40.5	0.5	Heptachlor	37.7	0.8
1,2,3-Trichlorobenzene	40.5	0.7	Malathion	36.6	1.2
Dichlorvos	38.8	4.6	Dursban	36.4	1.4
2,4,6-Trichlorophenol	38.9	1.7	Parathion	35.0	2.2
BHC- <i>alpha</i>	38.3	1.1	Bentazone	173.0	2.7
Hexachlorobenzene	40.6	1.0	DDE-o,p'	37.7	0.6
Dimethoate	35.5	3.7	DDE-p,p'	37.4	1.0
Carbofuran	32.8	3.5	DDD-o,p'	36.4	0.9
Atrazine	35.9	1.0	DDD-p,p'	35.0	1.4
BHC- <i>beta</i>	38.1	0.7	DDT-o,p'	34.4	1.2
Pentachlorophenol	41.2	3.1	DDT-p,p'	37.1	4.4
BHC- <i>gamma</i>	37.8	1.2	Di(2-ethylhexyl)phthalate	37.5	3.1
Chlorothalonil	34.9	1.5	Benzo(a)pyrene	33.5	2.3
BHC- <i>delta</i>	38.3	1.5	Deltamethrin	37.5	2.0

* 8회 연속 주입으로 RSD를 계산했습니다. Bentazone 농도는 200ppb였습니다.

Etune 설정으로 보다 우수한 감도 실현

Extractor 이온화원 및 튜닝 프로토콜(Etune)은 5977A 시리즈 GC/MSD의 감도를 향상했습니다. 예를 들어, SVOC 표준물질 혼합물 40ppb를 이용한 Etune 대비 Atune은 혼합물의 모든 화합물에서 최소 2배의 높은 피크 높이를 제공합니다(그림 2).

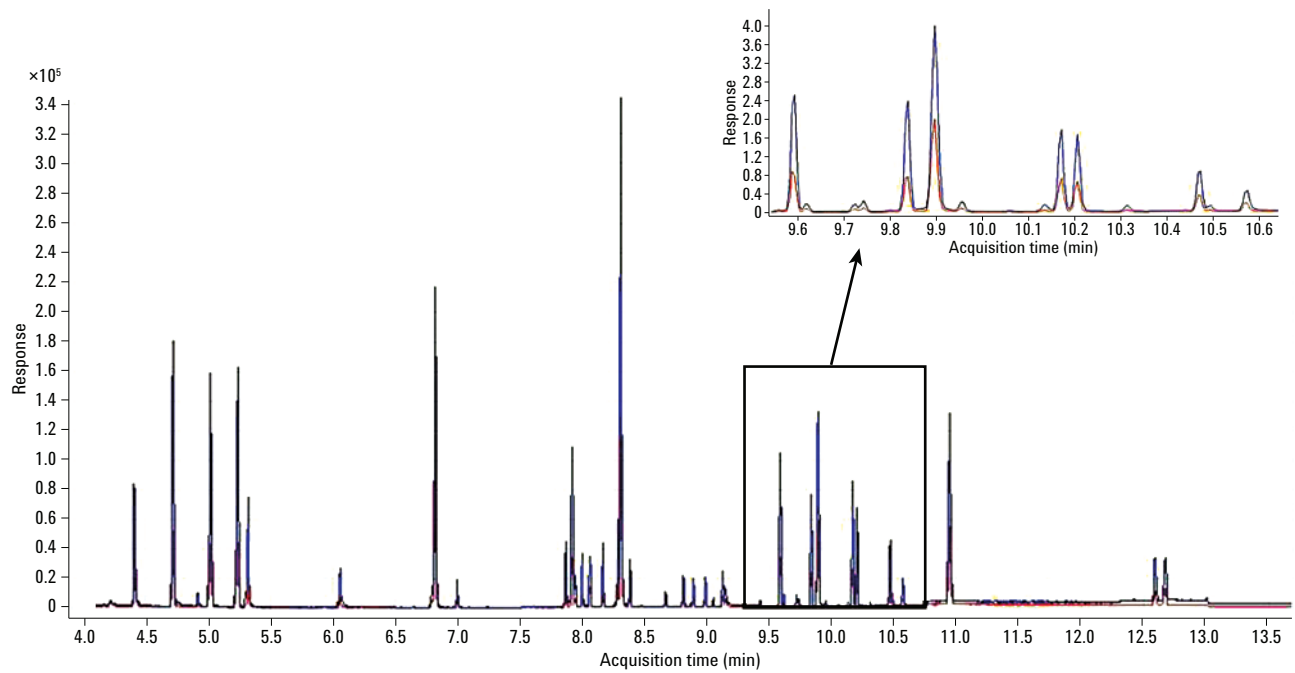


그림 2. Atune(빨간색) 또는 Etune(파란색) 튜닝 프로토콜을 이용한 표준물질 혼합 용액 40ppb의 추출 이온 크로마토그램, 피크 높이 차이 확인을 위한 구역을 확대하였습니다.

결론

Agilent 5977A 시리즈 GC/MSD는 먹는 물 SVOC의 높은 감도와 정확하고 재현성 있는 분석을 위한 안정적인 플랫폼으로 중국 규제에 부합합니다. Etune 튜닝 프로토콜로 최고의 재현성 및 감도를 얻을 수 있습니다. 또한, 표준물질 제조를 위한 Agilent 7696A Sample Prep WorkBench와 같은 자동화 도구는 재현 가능한 검량(R^2) 계수를 제공합니다.

자세한 정보

이러한 데이터는 일반적인 결과를 나타냅니다. 애질런트 제품과 서비스에 대한 보다 자세한 정보는 www.agilent.com/chem을 방문하십시오.

www.agilent.com/chem

애질런트는 이 문서에 포함된 오류나 이 문서의 제공, 이행 또는 사용과 관련하여 발생한 부수적인 또는 결과적인 손해에 대해 책임을 지지 않습니다.

이 발행물의 정보, 설명 및 사양은 사전 공지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc., 2013
2013년 4월 3일
한국에서 인쇄
5991-2127KO

서울시 용산구 한남대로 98, 일신빌딩 4층 우)04418
한국애질런트테크놀로지스(주) 생명과학/화학분석 사업부
고객지원센터 080-004-5090 www.agilent.co.kr



Agilent Technologies