



고정 헤드스페이스, Agilent 5977B GC/MSD 및 고효율 이온화원을 이용한 휘발성 물질 분석 성능 향상

응용 자료

환경

저자

Peter Gautschi & Harry Prest
Senior Application Scientist &
Senior R&D Scientist
Agilent Technologies, Inc.

소개

Agilent 7697A 헤드스페이스 샘플러, Agilent 7890B GC 및 고효율 이온화원 (HES)을 탑재한 Agilent 5977B GC/MSD 시스템을 이용한 고정 헤드스페이스 분석으로 물속 환경 휘발성 물질에 대한 예비 평가를 수행하였습니다. HES의 혁신적인 설계는 많은 화합물에 대해 더 높은 이온 흐름을 끌어내어(감도 향상), 검출 한계를 낮추고 시료 사이즈를 줄이며 분석 시간을 단축시키는 등 시료 분석에 유연성을 제공합니다.

고정 헤드스페이스를 이용한 휘발성 유기물 분석(VOA)은 널리 활용되는 기법이나, 많은 잠재적인 분석물질의 감응계수가 많이 다르기 때문에 사용이 어려운 기술이기도 합니다. 본 응용 자료에서는 위 접근법을 통해 5977B GC/MSD로 얻을 수 있는 결과의 지표로 사용되는, 환경적 관점에서 선택된 화합물에 대한 연구를 다룹니다.

역삼투(RO) 처리된 물(검량 범위 0.02–20 µg/L)에 VOA 화합물을 첨가하여 얻은 혼합물을 SIM(Selected Ion Monitoring) 모드로 분석하였습니다. 분석법 검출 한계(MDL)를 평가하기 위해 0.04µg/L에서 시료를 반복 주입하였습니다. 일부 자연적으로 존재하는 화합물의 장기적 안정성을 보여주기 위해 지역 수돗물을 반복 분석하였습니다.



Agilent Technologies

재료 및 방법

시료 전처리

각 바이알에 물 10mL를 첨가합니다. 표준물질 원액 (methanol로 전처리) 분주액과 내부표준물질 원액 (methanol로 전처리) 분주액을 용액에 첨가 후 바이알을 밀봉합니다. 0.02, 0.05, 0.1, 0.2, 0.5, 1, 10, 20µg/L의 표준물질을 준비합니다.

표 1은 기기 수집 조건을 요약해 보여줍니다.

표 1. 헤드스페이스 조건 및 MS 조건

헤드스페이스 파라미터	Agilent 7697A 헤드스페이스 샘플러	GC 파라미터	Agilent 7890B GC
기기 설정		주입구	
루프 크기	1mL	주입구 타입	분할/비분할 주입구(SSL)
이송 라인 타입	Fused Silica, 비활성(p/n160-2535-5)	모드	분할
이송 라인 직경	0.53mm	주입구 라이너	직선형, 2mm id, 250µL (p/n 5181-8818)
HSS-GC 연결	이송 라인 인터페이스(G3520A)	가열 장치	125°C
운반 제어	GC 기기	컬럼에 가스유량	1.5mL/분, 일정 유량
가압 기체	헬륨	총 유량	25mL/분
바이알 대기 유량	20mL/분	셉텀 퍼지 유량	1.0mL/분
설정 온도		Gas saver	OFF
오븐 온도	75°C	분할비	15:1
루프 온도	75°C	분할 유량	22.5mL/분
이송 라인 온도	110°C	오븐	
이송 라인 인터페이스(Aux1)	115°C	컬럼	Agilent VF-624 MS
타이밍 설정		컬럼 크기	60m × 0.25mm, 1.4µm
바이알 평형화 시간	12분	평형화 시간	0.25분
주입 시간	0.3분	온도 프로그램	32°C(2분), 12°C/분으로 220°C까지 승온(5 분)
GC 주기 시간	30분	질량 분석기(Mass Selective Detector) Agilent 5977B	
바이알 및 루프 설정		타입	고효율 이온화원(HES EI)
바이알 사이즈	20mL	이온화원 온도	300°C
바이알 shaking	Level 7	Quad 온도	150°C
채우기 압력	10psi	이송 라인 온도	280°C
채우기 시간	0.2분	Tune file	HES Auto Tune (HES_Atune.u)
루프 경사율	20psi/분	수집 타입	SIM(표 2 참조)
루프 최종 압력	7psi	용매 지연	3.95분
루프 평형화 시간	0.01분	게인 계수	3
주입 후 퍼지	2분간 100mL/분 유지		
누출 점검	기본 설정, 0.2mL/분		
모드	Single Extraction		

결과 및 토의

표 2는 0.04µg/L에서 9회 반복 분석된 MDL 연구의 결과를 보여줍니다. 30ppt 이하의 MDL을 보인 두 화합물을 제외한 모든 화합물은 0.025µg/L(또는 25ppt) 미만의 MDL을 나타냈습니다. 상대적으로 낮은 감응을 가진 일부 화합물을 포함한 대부분의 화합물은 0.015µg/L 이하의 MDL을 나타냈습니다.

표 2. 수집된 선택 화합물 요약표. 9회 반복 분석(0.04µg/L)을 통해 계산된 머무름 시간(분), 표적 정량 이온(Target Quantitation Ion, SIM) 및 MDL 표시

화합물	RT	정량 이온	MDL	화합물	RT	정량 이온	MDL
Vinyl chloride	4.934	62	0.004	1,2-Dibromoethane	13.427	106.9	0.006
Bromomethane	5.611	93.9	0.003	Chlorobenzene	13.969	112	0.015
Chloroethane	5.806	64	0.003	Ethylbenzene	14.03	91	0.014
1,1-Dichloroethene	7.007	95.9	0.008	1,1,1,2-Tetrachloroethane	14.049	130.9	0.005
trans-1,2-Dichloroethene	8.007	95.9	0.009	o-Xylene	14.664	91	0.018
1,1-Dichloroethane	8.554	63	0.004	Styrene	14.683	104	0.015
cis-1,2-Dichloroethene	9.19	95.9	0.011	Bromoform	14.975	170.8	0.006
2,2-Dichloropropane	9.208	77	0.013	1,1,2,2-Tetrachloroethane	15.45	82.9	0.041
Bromochloromethane	9.47	127.8	0.004	1,2,3-Trichloropropane	15.567	110	0.007
1,1,1-Trichloroethane	9.769	96.9	0.005	Bromobenzene	15.573	155.9	0.017
1,1-Dichloro-1-propene	9.921	75	0.012	n-Propylbenzene	15.63	91	0.017
Carbon tetrachloride	9.94	116.9	0.003	2-Chlorotoluene	15.768	91	0.016
Benzene * (blank issue)	10.165	78	0.009	1,3,5-Trimethylbenzene	15.84	105	0.018
1,2-Dichloroethane	10.202	62	0.006	4-Chlorotoluene	15.914	91	0.018
Trichloroethene	10.848	129.9	0.009	tert-Butylbenzene	16.225	134	0.017
1,2-Dichloropropane	11.165	63	0.005	sec-Butylbenzene	16.499	105	0.016
Dibromomethane	11.275	173.8	0.006	4-Isopropyltoluene	16.67	119	0.017
Bromodichloromethane	11.421	82.9	0.005	1,3-Dichlorobenzene	16.719	145.9	0.020
cis-1,3-Dichloropropene	11.89	75	0.014	1,4-Dichlorobenzene	16.841	145.9	0.023
trans-1,3-Dichloropropene	12.506	75	0.013	n-Butylbenzene	17.194	134	0.020
1,1,2-Trichloroethane	12.762	96.9	0.011	1,2-Dichlorobenzene	17.316	145.9	0.021
Tetrachloroethene	12.884	163.8	0.009	1,2-Dibromo-3-chloropropane	18.334	154.9	0.010
1,3-Dichloropropane	12.963	76	0.009	1,2,4-Trichlorobenzene	19.493	179.9	0.028
Dibromochloromethane	13.238	126.8	0.004	Hexachlorobutadiene	19.651	224.8	0.006

*블랭크 부분은 benzene의 저농도 오염물을 보여줍니다.

그림 1은 여러 전형적인 화합물을 0.02-20µg/L 농도 범위에서 분석했을 때 얻은 직선성의 예를 보여줍니다. 그림 2와 3은 몇몇 대상 화합물에 대한 시스템 안정성을 보여줍니다. 이와 같은 예비 분석결과는 분석의 모든 부분을 개선시킬 것으로 기대할 수 있는 내부표준물질 보정(그리고 외부표준물질 보정도 아님)을 통한 결과가 아니라는 점에 유념할 필요가 있습니다.

결론

이 예비 결과는 Agilent 5977B GC/MSD의 HES를 통해 VOA 응용의 검출 한계를 현저하게 향상시키는 것이 가능하다는 것을 나타냅니다. 이 실험에서 신호는 간섭물질의 영향을 받지 않고 향상된 결과를 보였으며 검출 결과가 명확히 개선되었습니다.

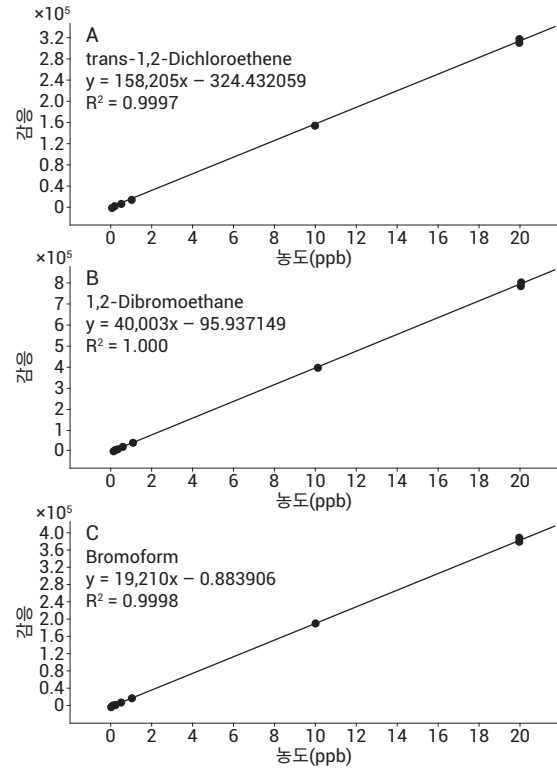


그림 1. 20µg/L(외부 표준물질)에서 trans-1,2-dichloroethene(A), 1,2-dibromoethane(B) 및 bromoform(C)의 직선성

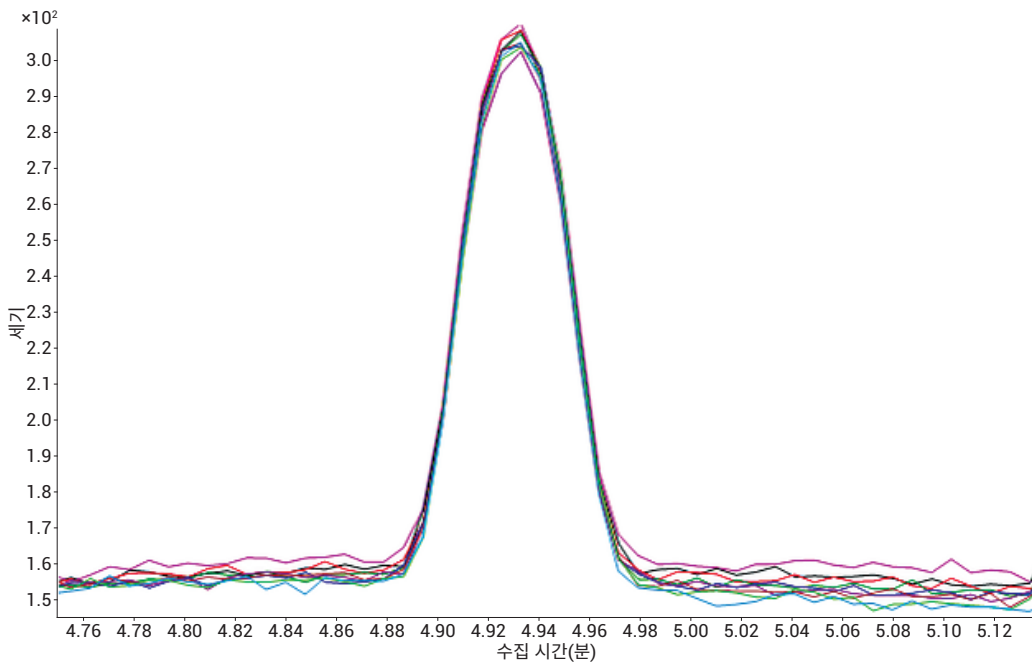


그림 2. 0.04 µg/L vinyl chloride를 9회 반복 주입하여 얻은 EIC 오버레이

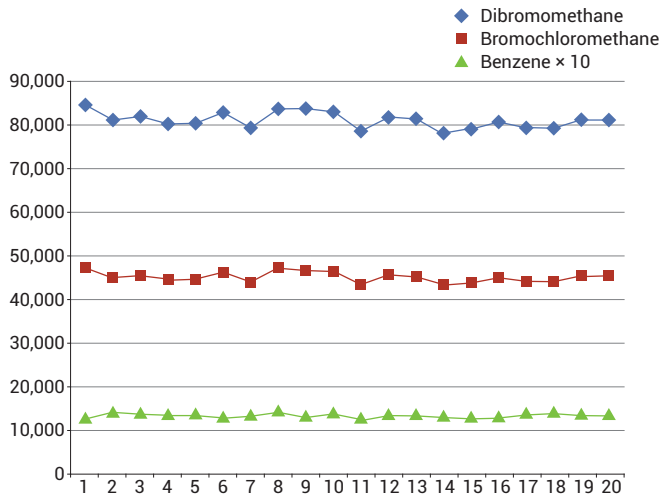


그림 3. 실시간 시스템 안정성을 보여주는 선택된 화합물의 감응(20회 반복 주입, 피크 면적으로 표시): benzene ~0.01ppb, dibromomethane 1.5ppb, bromochloromethane 0.8ppb

자세한 정보

이러한 데이터는 일반적인 결과를 나타냅니다.
애질런트 제품에 대한 더 자세한 정보를 알아보시려면
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., 2016
2016년 1월 7일,
한국에서 인쇄
5991-6539KO

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



Agilent Technologies