

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 $\mu\text{g/L}$)에 VOA 화합물을 첨가하여 얻은 혼합물을 SIM(Selected Ion Monitoring) 모드로 분석하였습니다. 분석법 검출 한계(MDL)를 평가하기 위해 0.04 $\mu\text{g/L}$ 에서 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, 20 μ g/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 | | | |
| 루프 크기 | 1mL | 주입구 | 분할/비분할 주입구(SSL) |
| 이송 라인 타입 | Fused Silica, 비활성(p/n 160-2535-5) | 모드 | 분할 |
| 이송 라인 직경 | 0.53mm | 주입구 라이너 | 직선형, 2mm id, 250 μ L (p/n 5181-8818) |
| HSS-GC 연결 | 이송 라인 인터페이스(G3520A) | 가열 장치 | 125°C |
| 운반 제어 | GC 기기 | 컬럼애 가스유량 | 1.5mL/분, 일정 유량 |
| 가입 기체 | 헬륨 | 총 유량 | 25mL/분 |
| 바이알 대기 유량 | 20mL/분 | 셉텀 퍼지 유량 | 1.0mL/분 |
| 설정 온도 | | | |
| 오븐 온도 | 75°C | Gas saver | OFF |
| 루프 온도 | 75°C | 분할비 | 15:1 |
| 이송 라인 온도 | 110°C | 분할 유량 | 22.5mL/분 |
| 이송 라인 인터페이스(Aux1) | 115°C | 오븐 | |
| 타이밍 설정 | | | |
| 바이알 평형화 시간 | 12분 | 컬럼 | Agilent VF-624 MS |
| 주입 시간 | 0.3분 | 컬럼 크기 | 60m x 0.25mm, 1.4 μ m |
| GC 주기 시간 | 30분 | 평형화 시간 | 0.25분 |
| 바이알 및 루프 설정 | | | |
| 바이알 사이즈 | 20mL | 온도 프로그램 | 32°C(2분), 12°C/분으로 220°C까지 승온(5 분) |
| 바이알 shaking | Level 7 | 질량 분석기(Mass Selective Detector) Agilent 5977B | |
| 채우기 압력 | 10psi | 타입 | 고효율 이온화원(HES EI) |
| 채우기 시간 | 0.2분 | 이온화원 온도 | 300°C |
| 루프 경사율 | 20psi/분 | Quad 온도 | 150°C |
| 루프 최종 압력 | 7psi | 이송 라인 온도 | 280°C |
| 루프 평형화 시간 | 0.01분 | Tune file | HES Auto Tune (HES_Atune.u) |
| 주입 후 퍼지 | 2분간 100mL/분 유지 | 수집 타입 | SIM(표 2 참조) |
| 누출 점검 | 기본 설정, 0.2mL/분 | 용매 지연 | 3.95분 |
| 모드 | Single Extraction | 개인 계수 | 3 |

결과 및 토의

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

표 2. 수집된 선택 화합물 요약표. 9회 반복 분석(0.04 $\mu\text{g}/\text{L}$)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 0.02-20 $\mu\text{g}/\text{L}$ 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.

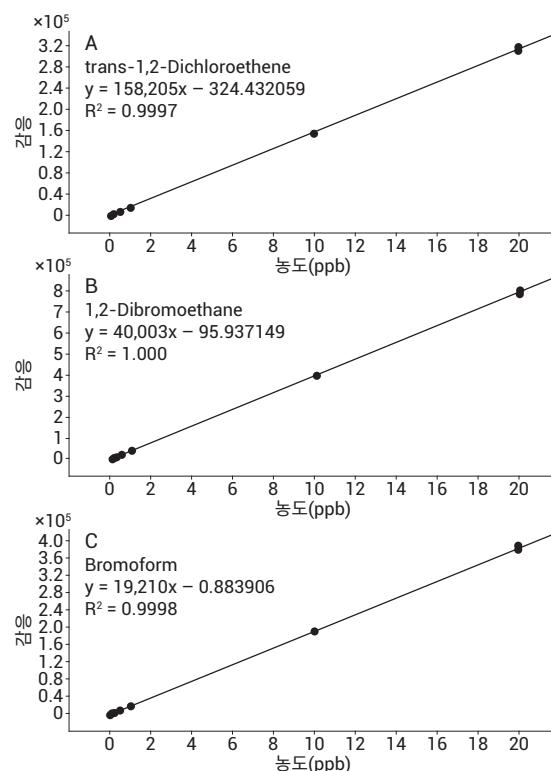


그림 1. 20 $\mu\text{g}/\text{L}$ (외부 표준물질)에서
trans-1,2-dichloroethene(A), 1,2-dibromoethane(B)
*및 bromoform(C)*의 직선성

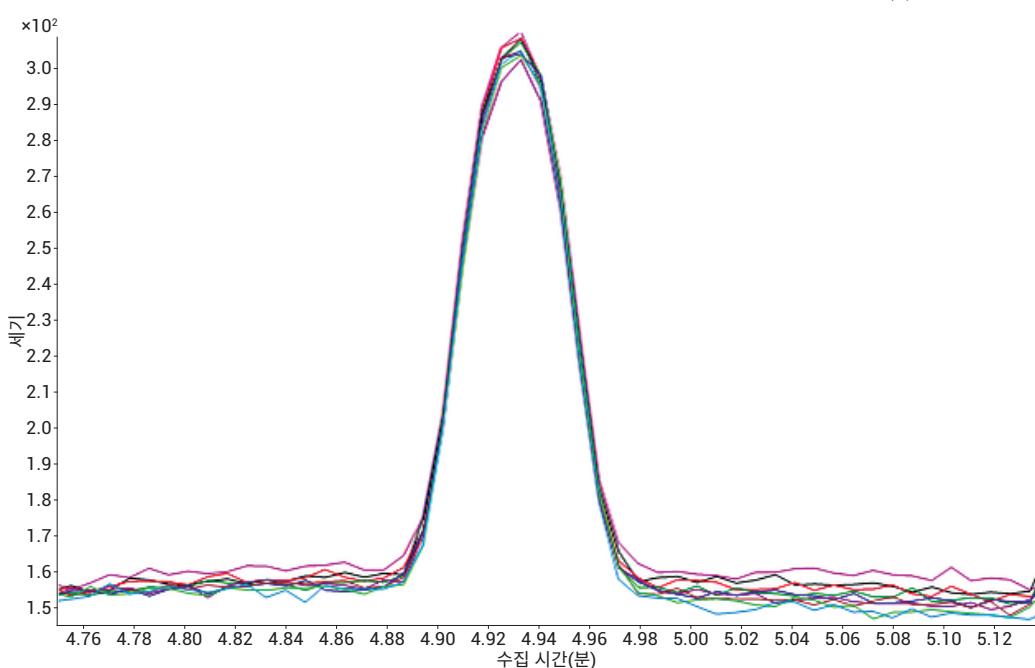


그림 2. 0.04 $\mu\text{g}/\text{L}$ vinyl chloride를 9회 반복 주입하여 얻은 EIC 오버레이

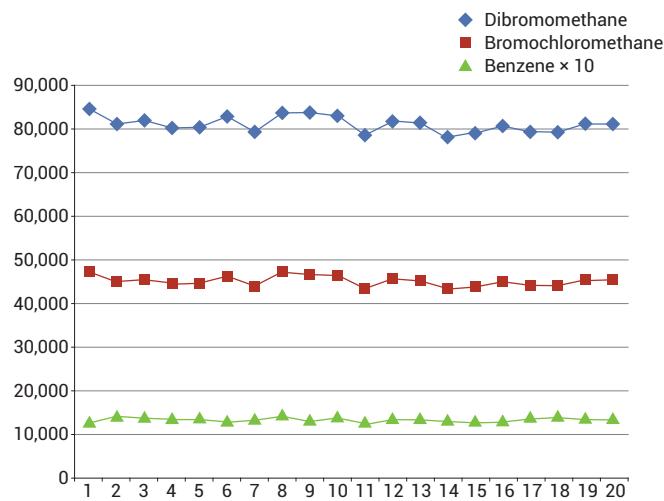


그림 3. 실시간 시스템 안정성을 보여주는 선택된 화합물의 감응(20회 반복 주입, 피크 면적으로 표시): benzene $\sim 0.01\text{ppb}$, dibromomethane 1.5ppb , bromochloromethane 0.8ppb

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