



준 휘발성 화합물에 대한 Agilent 5977B GC/MSD와 고효율 이온화원 (High Efficiency Source, HES)의 낮은 검출 한계

응용 자료

저자

Dale Walker, Melissa Churley,
Harry Prest

개요

Agilent 5977B GC/MSD의 고효율 이온화원(HES)이 생성하는 향상된 신호는 분석 접근법에 유연성을 제공합니다. 본 응용 자료는 준 휘발성 유기 화합물 분석 계획에 대한 예상 설정을 돕기 위해 다양한 관심 분석 물질에 대한 초기 기기 검출 한계를 제시합니다. 결과는 다양한 화합물에 대해 스캔 모드에서 picogram 또는 picogram 이하 검출이 가능하다는 것을 보여 줍니다.



Agilent Technologies

소개

준 휘발성 유기 화합물(SVOCs)은 전 세계적 관심사인 주요 환경 오염물질 군입니다. 이러한 화합물은 USEPA 8270 및 525 분석법과 기타 유사한 분석법과 같은 GC/MS 분석법의 다양한 타겟 분석 물질 목록에 포함되어 있습니다. 타겟 물질은 GC/MS 분석의 선택 이온 모니터링(Selected Ion Monitoring, SIM)이 적합하지만, GC/MS 스캔으로 시료를 확인하는 것은 화합물 식별을 위한 전체 스캔 스펙트럼과 SIM으로 놓칠 수 있는 시료의 예상치 못한 미지 화합물을 잠정적으로 식별할 수 있는 장점을 제공합니다. 과거에는 스캔 감도가 SIM 또는 요구되는 검출 한계와 비교하였을 때 비슷하거나 그에 미치지 못했습니다. Agilent 5977B GC/MSD의 고효율 이온화원(HES)은 과거에는 SIM에서만 가능하였던 SVOC 검출 한계를 스캔 검출 한계로 만드는데 이용할 수 있는 매우 향상된 감도를 가진 이온화원의 혁명입니다. 본 응용 자료는 일반 화합물 중 극미량 SVOC에 대한 기기 검출 한계(Instrument Detection Limits, IDL)에 대한 초기 분석 결과를 제공합니다.

실험

SVOC분석을 위해 다양한 구성과 접근법이 사용되지만, 일반적으로 주입량에 따라 적절한 필름 두께를 가진 다섯 개 고정상(5-phase)의 컬럼을 사용합니다. 화합물 조사와 초기 연구이므로, 이 분석에서는 일반적으로 사용되는 Agilent J&W DB-UI 8270D Ultra Inert GC 컬럼 (0.25 mm × 30m, 0.5µm)을 사용하였습니다. 데이터에서는 더 나은 접근법은 더 얇은 필름 두께에 기초한다고 제안하지만, 여기서는 필름 두께가 두꺼운 컬럼을 선택하였습니다. 표준 물질은 dichloromethane으로 준비하였고 pressure-pulsed splitless 모드에서 double-taper 라이너에 5µL 시린지를 이용하여 0.5µL를 주입합니다. 각각의 화합물에 대한 IDL을 확인하기 위해 5 ng/mL 표준 물질을 반복 주입합니다. Agilent 7890B GC와 5977B HES를 이용하여 50~550u(샘플링 = 4)의 스캔 모드와 원하는 분석 농도 범위를 얻기 위해 적절한 매우 낮은 게인 계수 (0.1)로 분석 하였습니다. 이것은 가능한 IDL을 측정하기 위한 기존 모드에서 사용하는 표준 구성입니다.

결과 및 토의

12회 주입 중 8회 연속 주입을 기초로 한 스캔 데이터의 예상 IDL은 외부 표준물질 분석법으로 연산하였습니다. 5개 IDL 측정값의 평균을 IDL로 리포트합니다. 표 1에서 볼 수 있듯이, 대부분의 화합물은 picogram 이하의 스캔 검출 한계를 보이며, 일부 화합물은 주로 낮은 화합물 타겟 이온 감응으로 인해 picogram 수준의 스캔 검출 한계를 나타냅니다. 화합물 크로마토그래피 또한 일부 경우에서 도움이 되었습니다(예를 들어 benzo[b]- 및 [k]fluoranthene 등).

결론

이제 스캔 모드의 화합물 검출은 과거에는 SIM모드에서만 가능하였던 그 수준까지 식별할 수 있게 되었습니다. 이러한 장점으로 여러 분석 전략을 조사하고 적용할 수 있습니다. 분석 회수를 줄이고 더 많은 접근법을 얻을 수 있다는 것은 높은 농도를 유지하여 분석하여야 할 때에도 빠른 분석 시간과 함께 분할(split) 주입을 적용할 수 있다는 것을 의미합니다. 시료 분석 회수를 줄임으로써 라이너, 컬럼 등의 잔류 매트릭스를 줄이고 기술 지원이 필요하기 전에 더 많은 분석을 수행할 수 있습니다. 시료 전처리를 줄이고 자원을 더 많이 절약하는 접근법은 적은 시료량을 처리 한다는 것을 의미합니다. 이를 통해 수집 및 이동뿐 아니라 용매 사용과 폐기에도 시간과 비용이 절약됩니다. 이처럼 크게 낮아진 스캔 IDL은 SIM IDL도 향상될 것임을 시사하며, 따라서 두 전략의 조합은 최대한의 시간 및 비용 효율적인 분석을 가능하게 합니다.

표 1. SVOC에 대한 Agilent 5977B 스캔 모드의 기기 검출 한계(IDL)

화합물	스캔 IDL (pg)	화합물	스캔 IDL (pg)
Dimethyl phthalate	0.4	o-Cresol	2.5
Diethyl phthalate	1.1	p-Cresol	2.6
Di-n-butyl phthalate	0.9	2,4-Dimethylphenol	0.5
Butyl benzyl phthalate	5.7	2,4-Dichlorophenol	0.5
Bis(2-ethylhexyl) phthalate	0.5	4-Chloro-3-methylphenol	1.6
Di-n-octyl phthalate	2.1	2,4,6-Trichlorophenol	9.1
1,3-Dichlorobenzene	0.3	2,4,5-Trichlorophenol	3.4
1,4-Dichlorobenzene	0.3	Naphthalene	0.2
Benzyl alcohol	3.1	2-Methylnaphthalene	0.4
1,2-Dichlorobenzene	0.3	2-Chloronaphthalene	0.3
1,2,4-Trichlorobenzene	0.3	Acenaphthylene	0.4
Azobenzene	0.6	Acenaphthene	0.8
Hexachlorobenzene	2.1	Dibenzofuran	0.3
Bis(2-chloroethyl) ether	1.4	Fluorene	0.4
Bis(2-chloro-1-methylethyl) ether	0.6	Phenanthrene	0.2
Aniline	0.4	Anthracene	0.3
N Nitroso-di-n-propylamine	2.2	Fluoranthene	0.8
Nitrobenzene	0.4	Pyrene	0.8
4-Chloroaniline	0.9	Benz[a]anthracene	0.4
2-Nitroaniline	1.3	Chrysene	0.3
2,6-Dinitrotoluene	1	Benzo[b]fluoranthene	0.7
3-Nitroaniline	2.8	Benzo[k]fluoranthene	0.7
2,4-Dinitrotoluene	1.4	Benzo[a]pyrene	0.9
4-Nitroaniline	3.8	Indeno[1,2,3-cd]pyrene	0.7
Diphenylamine	0.6	Dibenz[a,h]anthracene	1.3
Phenol	0.60	Benzo[g,h,i]perylene	0.6
2-Chlorophenol	0.5		

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 21일

한국에서 인쇄

5991-6612KO

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



Agilent Technologies