

Agilent 8860 GC 및 7697A 헤드스페이스 샘플러를 이용한 먹는 물 분석

저자

Ian Eisele
Agilent Technologies, Inc.
Wilmington, DE, USA

Youjuan Zhang
Agilent Technologies
(Shanghai) Co. Ltd.
Shanghai, P. R. China

개요

본 응용 자료에서는 여러 유형의 검출 및 시료 주입을 적용한 분석을 통해 Agilent 8860 GC의 유연성을 입증했습니다. FID 및 ECD의 검출을 위해 수중의 휘발성 할로겐화 및 방향족 탄화수소를 헤드스페이스로 샘플링하고 유기인계 농약을 FPD로 검출했습니다. 단일 8860 GC에서 두 분석 모드를 실행하도록 구성할 수 있습니다.

서론

휘발성 할로겐화 탄화수소 및 방향족 탄화수소는 다양한 원천을 통해 지하수층에 유입될 수 있습니다. 예를 들어, 벤젠은 석유 생산 현장과 저장소에서 지하수로 침출될 수 있습니다. 헤드스페이스 샘플링은 최소한의 시료 전처리만 필요하기 때문에 수중에 존재하는 이러한 오염물질을 검출하기에 매우 적합합니다.

유기인계 농약은 높은 효능과 짧은 잔류기간의 이점을 가지고 있어 가장 널리 이용되는 농약입니다. 하지만 수중 유기인계 농약으로 인한 오염에 점차 관심이 주목되고 있습니다. 유기인계 농약 검출은 수질 연구에서 중요한 부분을 차지합니다. GC는 높은 효율성과 정확도 및 감도를 갖추고 있어 유기인계 잔류 농약 분석에 널리 이용됩니다.

실험

기기

Agilent 7697A 헤드스페이스 샘플러를 이용해 휘발성 할로겐화 탄화수소 및 방향족 탄화수소 분석을 수행했습니다. 이 분석법으로 물 시료를 직접 분석할 수 있습니다(그림 1). 헤드스페이스 이송라인을 Agilent 8860 GC의 분할/비분할 주입구에 설치하였습니다. 두 컬럼 사이에서 시료를 분할하기 위해 비퍼지 Capillary Flow Technology(CFT) 분배기를 사용했습니다. 방향족 탄화수소를 검출하기 위해 Agilent J&W DB-624 Ultra Inert 컬럼 1을 불꽃 이온화 검출기(FID)에 연결했습니다. 할로겐화 탄화수소 검출을 위해 Agilent HP-5ms Ultra Inert 컬럼 2를 전자 포획 검출기(ECD)에 연결했습니다. 표 1은 기기 조건입니다.

Agilent J&W DB-1701 컬럼과 불꽃 광도 검출기(FPD)를 장착한 8860 GC를 이용해 유기인계 농약을 분석하였습니다. 시료 주입은 Agilent 7693A 50-바일 자동 시료 주입기, 5μL 시린지 및 분할/비분할 주입포트를 이용해 이루어졌습니다. 표 2는 기기 조건입니다.

화학물질 및 표준물질

순수 용매(순도 > 99.99%, Sigma-Aldrich)를 99.9% 메탄올에 용해하여 3가지 할로겐화 탄화수소 및 5가지 방향족 탄화수소 표준물질 분취액을 만들었습니다. 원액 표준물질을 5mL 물에 첨가하여 헤드스페이스 바이알에 6가지 검량 농도를 만들었습니다. 최종 농도는 방향족 탄화수소의 경우 대략 250, 1,000, 1,500, 2,000, 5,000 및 10,000μg/L이었고 할로겐화 탄화수소의 경우 20, 50, 100, 200, 500 및 1,000μg/L이었습니다.

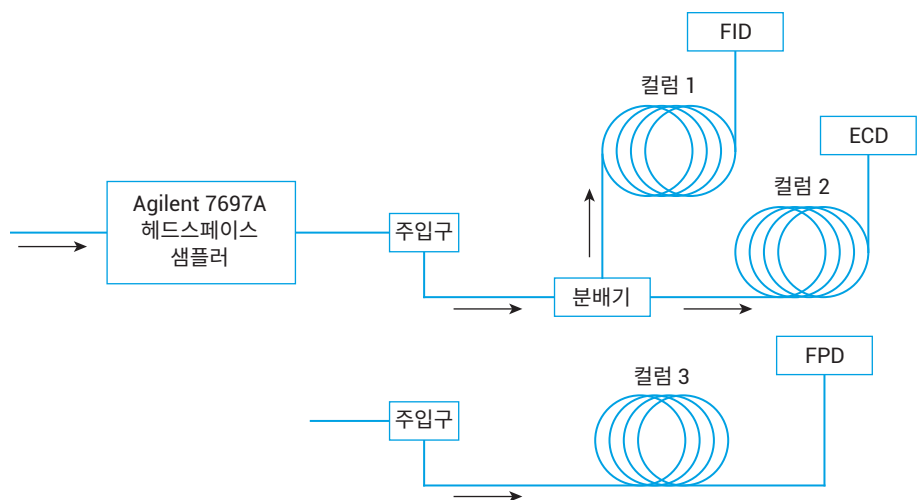


그림 1. Agilent 7697A 헤드스페이스 샘플러를 장착한 Agilent 8860 GC 구성도

표 1. 휘발성 할로겐화 탄화수소 및 방향족 탄화수소 분석법 조건

헤드스페이스	
오븐	70°C
루프	70°C
이송 라인	100°C
바이알 평형화	40.00분
주입 시간	0.50분
바이알 진탕	레벨 1
바이알 채우기 모드	기본값
바이알 채우기 압력	15psi
루프 채우기 모드	기본값
주입구(SSL)	
모드	분할
히터	켜짐, 250°C
압력	10.795psi
운반 가스	질소
분할비	50:1
분할 유속	50mL/분
샘플 퍼지	3mL/분
라이너	Split, Straight, 2mm id, Ultra Inert(p/n 5190-6168)
컬럼	
컬럼 1	Agilent DB-624 UI(p/n 122-1334UI)
규격	30m × 250μm, 1.40μm
컬럼 2	Agilent HP-5ms UI(p/n 19091S-433UI)
규격	30m × 250μm, 0.25μm
유속	1mL/분, 일정 유속
머무름 간격	0.2m × 250μm
CFT 장치	2-way Tee, p/n G3184-60065
오븐	
초기	40°C, 2분 유지
	<div>속도(°C/분)</div> <div>6</div> <div>값(°C)</div> <div>120</div> <div>유지 시간(분)</div> <div>4</div>
컬럼 1 검출기(FID)	
히터	250°C
공기	400mL/분
H ₂	30mL/분
보충 가스	25mL/분, N ₂
컬럼 2 검출기(ECD)	
히터	300°C
보충 가스	60mL/분, N ₂

표 2. 유기인계 농약 분석법 조건

주입구(SSL)	
모드	비분할
히터	켜짐, 230°C
압력	13.5
운반 가스	질소
퍼지 시간	0.75분
퍼지 유속	60mL/분
샘플 퍼지	꺼짐
라이너	비분할(p/n 5190-2293)
주입 부피	1μL
컬럼	
컬럼 3	Agilent DB-1701(p/n 122-0732)
규격	30m × 250μm, 0.25μm
유속	1mL/분, 일정 유속
오븐	
초기	100°C, 0분 유지
	<div>속도(°C/분)</div> <div>25</div> <div>값(°C)</div> <div>170</div> <div>유지 시간(분)</div> <div>0</div> <div>15</div> <div>210</div> <div>1</div> <div>10</div> <div>220</div> <div>0</div> <div>15</div> <div>240</div> <div>5</div>
컬럼 1 검출기(FPD+)	
이송 라인	270°C
방출 블록	150°C
공기	60mL/분
H ₂	60mL/분
보충 가스	60mL/분, N ₂

6가지 유기인계 농약 표준물질은 ANPEL Scientific Instrument Co. Ltd. (Shanghai, China)에서 구입했습니다. 각 성분의 농도는 100µg/mL였습니다. 6가지 화합물 원액을 methylene chloride로 전처리하여 최종 농도가 1,000µg/L가 되게 하였습니다. 각 검량 농도에 6개 바이알을 준비하며, 다양한 양의 원액을 스파이킹하여 원하는 검량 농도를 얻습니다. 검량 표준물질은 표준 농도 20, 50, 100, 200, 500 및 1,000µg/L로 제조했습니다.

결과 및 토의

휘발성 할로겐화 탄화수소 및 방향족 탄화수소

휘발성 할로겐화 탄화수소 및 방향족 탄화수소는 각각의 채널에서 잘 분리되었습니다(그림 2). 이 구성에서 탁월한 면적 및 머무름 시간 재현성이 얻어졌습니다. 10가지 스파이킹한 물 시료에 대해 모든 화합물의 면적 %RSD는 2.46% 미만이었고 머무름 시간 %RSD는 0.017% 미만이었습니다(표 3). 각 성분의 상관 계수 (R^2)는 0.9994 이상이었습니다.

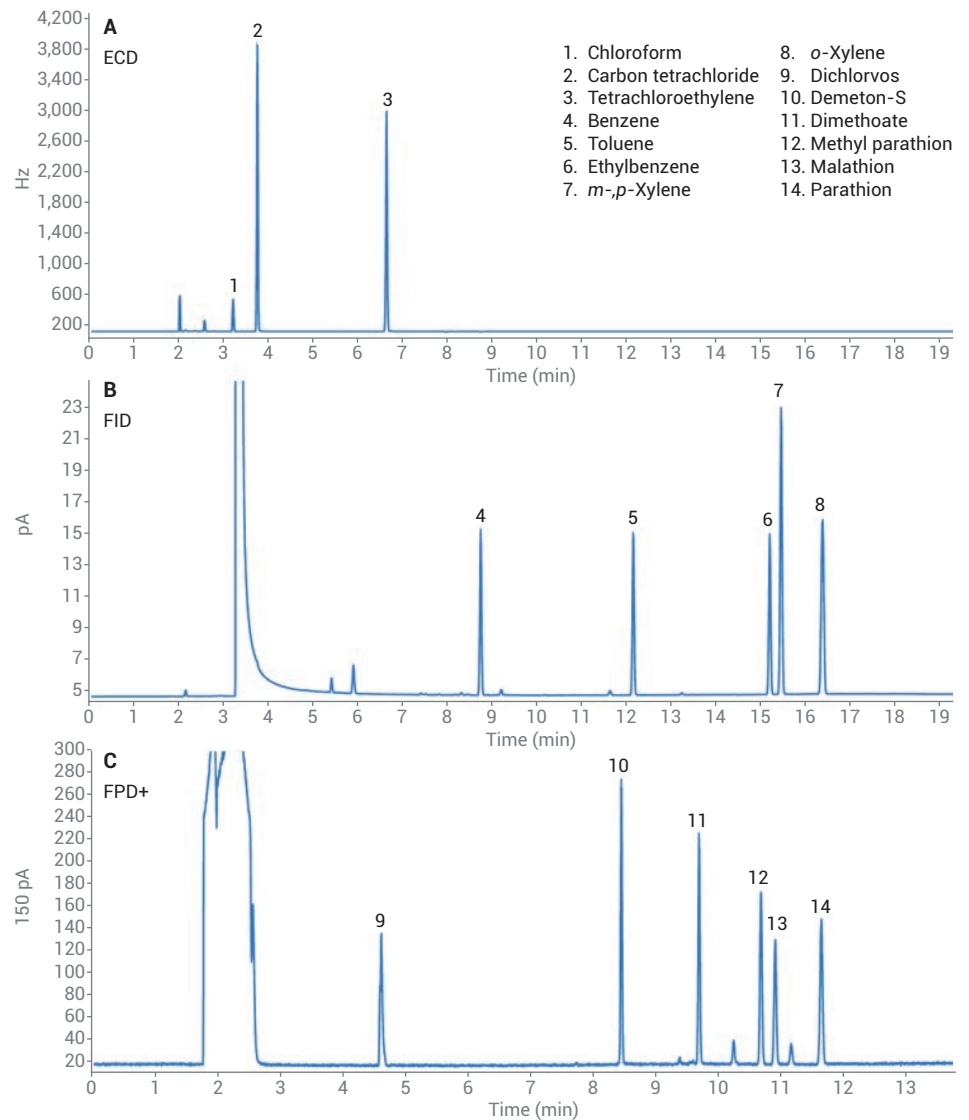


그림 2. 물에 스파이킹한 휘발성 할로겐화 탄화수소 및 방향족 탄화수소의 ECD(A) 및 FID(B) 크로마토그램. 유기인계 농약 표준물질의 (C) FPD+ 크로마토그램

유기인계 농약

그림 2는 100µg/L 농도에서 6가지 유기인계 농약의 크로마토그램 예시를 보여줍니다. 8860 GC 시스템은 이러한 화합물에 대해 양호한 피크 모양과 분리를 보여주어 주입구에서 검출기까지의 유동 경로의 비활성이 높음을 나타내었습니다. 표 4는 이러한 모든 화합물의 상관 계수가 0.9995 이상임을 보여줍니다. 100µg/L의 표준물질 혼합물을 6회 주입하여 재현성을 테스트했습니다. 표 4는 머무름 시간과 면적 재현성이 상당히 훌륭함을 보여줍니다. 모든 화합물에 대해 머무름 시간 %RSD는 0.019% 미만이고 면적 %RSD는 1.83%보다 상당히 낮은 수준이었습니다.

결론

Agilent 8860 GC는 유연성이 높아 단일 시스템에서 여러 샘플링 기법과 3가지 검출기를 구성할 수 있습니다. 이 시스템은 다양한 종류의 분석물질에서 탁월한 결과를 제공했습니다. 이 시스템에 Agilent 7697A 헤드스페이스 샘플러를 결합시키면 먹는 물 분석을 위한 다용도 도구로 이용할 수 있습니다.

표 3. 휘발성 할로겐화 탄화수소 및 방향족 탄화수소 재현성 및 검량 성능

화합물	면적 %RSD(n = 10)	머무름 시간 %RSD(n = 10)	검량 R ²
Chloroform	1.54	0.017	0.9999
Carbon Tetrachloride	2.46	0.014	0.9995
Tetrachloroethylene	2.15	0.010	0.9998
Benzene	1.85	0.008	0.9997
Toluene	1.88	0.006	0.9996
Ethylbenzene	1.79	0.008	0.9995
<i>m</i> -, <i>p</i> -Xylene	1.75	0.007	0.9995
<i>o</i> -Xylene	1.46	0.009	0.9994

표 4. 유기인계 농약 재현성 및 검량 성능

화합물	면적 %RSD(n = 6)	머무름 시간 %RSD(n = 6)	검량 R ²
Dichlorvos	1.36	0.017	0.9999
Demeton-S	1.44	0.004	0.9998
Dimethoate	1.56	0.009	0.9997
Methyl Parathion	1.48	0.015	0.9996
Malathion	1.34	0.013	0.9999
Parathion	1.83	0.019	0.9996

참고문헌

1. Wang, C. X.; Zhang, J. Q.; Na, S.
Analysis of Volatile Halogenated
and Aromatic Hydrocarbons and
Organophosphorus Pesticides in
Water with a Versatile Agilent 7890B
Gas Chromatography System
and an Agilent 7697A Headspace
Sampler, *Agilent Technologies
Application Note*, publication number
5991-2787EN.
2. Bureau of Environmental Protection
of the People's Republic of China,
Water and Wastewater Monitoring
Methods (Fourth Edition).

www.agilent.com/chem

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
2019년 10월 15일, 한국에서 인쇄
5994-1239KO

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