

5977 Inert Plus GC/MSD의 가장 넓은 검량 범위에 재최적화된 EPA 8270

저자

Melissa Churley,
Mike Szelewski 및
Bruce Quimby
Agilent Technologies, Inc.

서론

GC/MS를 이용한 준휘발성 유기 화합물의 분석과 관련해 미국 EPA Method 8270에 설명된 방법은 전 세계 다른 지역에도 적용됩니다. 이 분석법은 넓은 농도 범위에서 다양한 종류의 화합물을 동시에 측정해야 하므로 몇 가지 분석상의 난제가 제기됩니다. 5977A 및 B Inert Plus GC/MSD는 단일 주입(1회 검량)을 사용하여 0.2~160ppm의 작업 범위에서 Method 8270D/E의 성능 요건을 충족합니다. 초기 검량 결과는 연속 검량에 소요되는 시간을 보여주며, 작업자의 개입 없이 시료를 분석하여 절감할 수 있는 운영 비용을 추정할 수 있습니다. 이 방법으로 더 넓은 검량 범위와 낮은 화합물 %RSD를 얻었습니다.

분석법

Agilent 5977A 또는 B Inert Plus GC/MSD에 결합된 Agilent 7890B GC에는 SSL 주입구, 낮은 압력 강하(LPD)의 GC 주입구 라이너(p/n 5190-2295) 및 최상의 분리를 위한 30m × 0.25mm, 0.25μm 5% phenyl(polysiloxane) 컬럼(p/n DB-UI 8270D)이 장착되었습니다. 이온화원에는 9mm 직경의 draw out 렌즈(p/n G3870-20449)가 장착되었습니다. 평가한 다른 조건에는 단일 테이퍼 유리 솜(STGW) UI 라이너(p/n 5190-2293) 및 표준 3mm 및 6mm draw out 렌즈 사용이 포함됩니다. USEPA EPA(8270D 및 E)에 규정된 DFTPP 기준을 사용하여 Atune을 평가했습니다. 펄스 분할 모드에서 주입 부피는 1μL였습니다. 77종 화합물 혼합물 및 6가지의 ISTD를 사용하여 0.05~160ppm 범위에서 10가지 검량 농도를 제조했습니다. ISTD 농도는 중간점에 있었습니다. Agilent MassHunter Workstation 소프트웨어는 데이터 수집 및 처리에 사용했습니다.

시스템 최적화

주입 시료의 양과 검출기 게인을 최적화하면 측정 범위가 최대화됩니다. 최고 농도의 검량 표준물질(160ppm)을 사용하여 benzo [b 및 k]fluoranthene 이성질체 분리능 요구 사항을 충족하고 상부가 둥근 넓은 피크가 생기지 않도록 분할비를 조정했습니다. 이 비는 일반적으로 1:10 미만이었습니다. 직선성을 최대화하기 위해 검출기 게인을 조정했는데, 이 작업은 분석에 매우 중요합니다. MSD의 경우, 사용된 최고 농도의 검량 표준물질에 대한 기본 피크 크로마토그램(BPC)에서 가장 높은 피크가 $3-5 \times 10^6$ 카운트 범위에 있도록 게인을 설정했습니다.

통과 기준

다중점 검량을 실행하여, 각 검량 농도에서 각 성분에 대한 상대 감응 계수를 확인했습니다. 그런 다음 상대 표준 편차 (RSD)와 함께 각 화합물의 검량선에 대한 평균 상대 감응 계수에 걸쳐 평균 감응 계수를 계산했습니다. 통과 기준은 평균 감응 계수 %RSD가 ≤ 20 이어야 한다는 것입니다 (기본 통과 기준으로 바람직함). 그렇지 않은 경우 선형 곡선 피팅에 $R^2 \geq 0.990$ 이 필요합니다. 마지막으로, 2차 피팅이 사용될 수 있습니다. 가장 낮은 데이터 포인트의 정확도는 $\pm 30\%$ 여야 하며 곡선 피팅을 사용하는 경우 6개 포인트가 필요합니다.

표 1. 평균 RF %RSD 및 실제 작업 범위

평균 RF %RSD <20의 화합물 수	77종 화합물에 대한 평균 RF %RSD (3개 배치의 평균)	실제 작업 범위 (ppm)	검량 배치 수
66	12	0.2-160	3

검량 결과

각각 다른 날짜에 여러 기기에서 얻은 검량 결과가 허용 가능한지 평가했습니다. 검량 범위의 하한 및 상한(각각 0.05ppm 및 160ppm)에서 각 화합물에 대한 데이터 포인트를 삭제하여 분석법 기준을 충족시켰습니다. 실제 작업 범위 및 해당 범위에 대한 화합물 예외 수(허용 가능한 범위지만 작업 범위보다 좁은 범위에 있음)를 확인했습니다. 분석법의 실제 범위는 화합물 예외 수가 표적 목록에 있는 화합물의 10%보다 작은 경우 유용한 농도 범위인 것으로 정의했습니다(표 1).

표 1은 1:3 분할비, LPD 라이너 및 9mm 직경의 draw out 렌즈를 사용한 분석법의 결과를 보여줍니다. 값은 처음 세 개의 검량 배치로 얻은 결과에 기반한 평균값입니다. 평균 RF %RSD 기준을 통과한 화합물은 77종에서 66종이었습니다. 선형 피팅은 평균적으로, 10종의 화합물에 사용되었습니다. Benzidine은 예외로 일반적으로 2차 피팅이 필요하며 이 조건 하에서 항상 기준을 통과하지는 않았습니다. 각 배치에서 77종의 화합물에 대한 평균 RF %RSD를 계산했으며, 세 개의 검량 배치에서 평균값은 12%(benzidine 포함)였습니다. 단일 테이퍼 유리솜(STGW) UI 라이너를 사용할 때의 결과도 비슷했습니다. 그러나, 3mm 또는 6mm와 비교할 때 9mm 직경의 draw out 렌즈를 사용하는 것이 가장 까다로운 화합물 종을 회수하는 측면에서 확실히 유리했고, 분석에서 가장 넓은 전체 검량 범위를 얻을 수 있었습니다.

아주 엄격한 기준을 적용하는 경우, 이 범위에 대한 화합물 예외 수가 6종 이하로 유지될 때 분석의 실제 작업 범위는 0.2~160ppm입니다. 그러나 최대 10개의 예외가 있는 경우, 전체 범위는 0.05~160ppm까지 될 수 있습니다. Benzoic acid 및 benzidine과 같이 보다 좁은 분석 범위를 갖는 화합물은 일반적으로 GC 기술 측면에서 분석이 가장 어려운 것으로 알려져 있습니다.

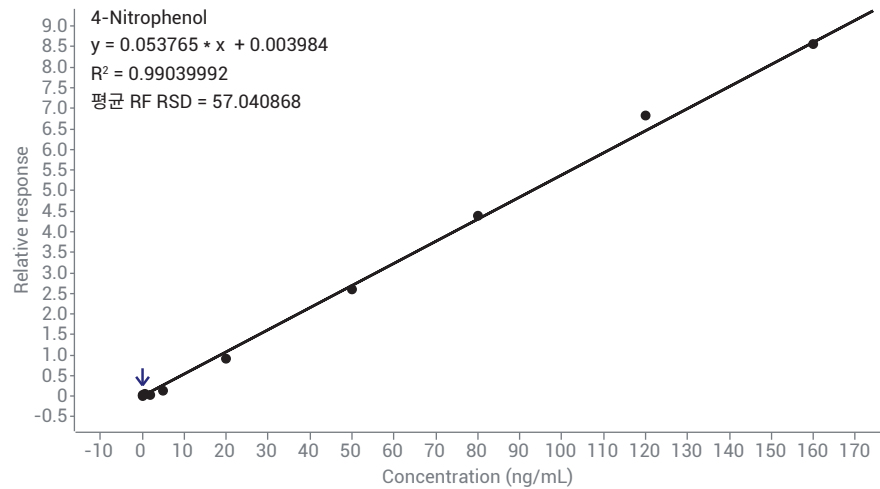


그림 1. 까다로운 화합물인 4-nitrophenol에 대한 검량 결과 예시. 1:3 분할비, LPD 라이너 및 9mm 직경 draw out 렌즈 조건에서 허용 분석 범위는 0.05~160ppm($R^2 = 0.9904$, 선형 피팅)입니다.

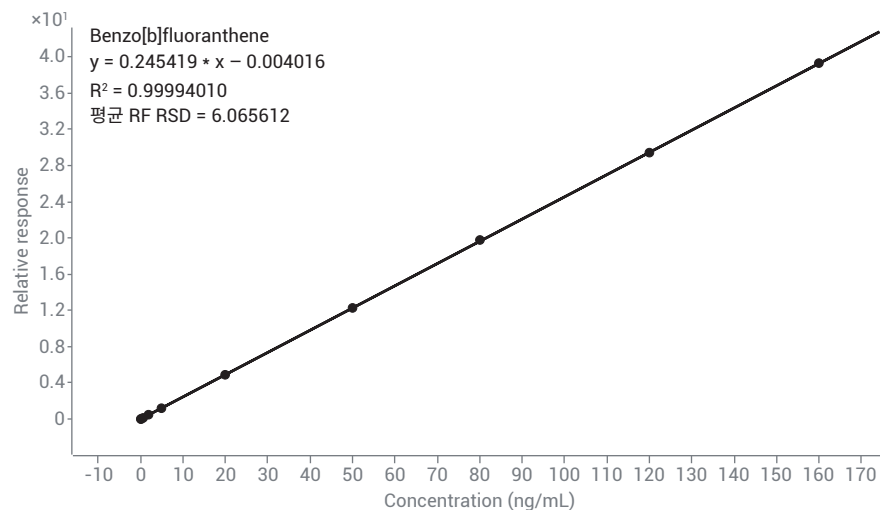


그림 2. Benzo[b]fluoranthene에 대한 검량 결과 예시. 그림 1에 설명한 동일한 조건에서 허용 분석 범위는 0.05~160ppm(평균 RF %RSD = 6.1; $R^2 = 0.9999$; 선형 피팅)입니다.

결론

EPA 8270D는 현재 환경 산업 전반에서 사용되는 기존 분석법 규제이며 첨단 기기에 맞게 재최적화되었습니다. 표준 컬럼 규격으로 77종의 화합물을 최상으로 분리할 수 있습니다. 전반적으로 지원되는 펄스 분할 주입, GC 라이너 선택, 검출기 게인 설정 및 이온화원 draw out 렌즈 직경의 결합을 통해 시료량을 적절하게 조절하여 분석법 성능을 크게 높이고 수동 적분의 필요성을 줄일 수 있습니다. 전체 범위에 걸친 단일 주입 검량과 낮은 분석법 %RSD 덕분에 연속 검량의 시간을 연장하고 실험실 생산성이 향상됩니다.

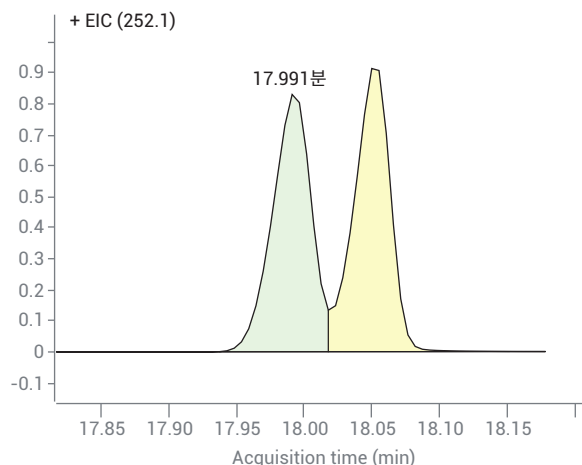


그림 3. Benzo[b & k]fluoranthene 이성질체 분리능, 50ppm(중간점). 분할비 1:3(17ng 주입), LPD 라이너와 9mm 직경 draw out 렌즈. 두 이성질체 피크 사이의 골의 높이가 중간점 농도 수준에서 두 피크의 평균 높이에 50% 미만이라면 충분한 분리능을 달성한 것입니다 (8270D).

www.agilent.com/chem

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2018
2018년 10월 12일 한국에서 인쇄
5994-0350KO

한국에질런트테크놀로지스(주)
대한민국 서울특별시 서초구 강남대로 369,
A+ 에셋타워 9층, 06621
전화: 82-80-004-5090 (고객지원센터)
팩스: 82-2-3452-2451
이메일: korea-inquiry_lsca@agilent.com