

US EPA 분석법 524.2: Agilent 8860/ 5977B GC/MSD를 이용한 성공적인 먹는 물의 POC(Purgeable Organic Compound) 측정

저자

Bruce D. Quimby, Anastasia A.
Andrianova
Agilent Technologies, Inc.

개요

Teledyne Tekmar Lumin 퍼지앤토랩(P&T) 농축기 및 AQUATek 액상 바이알 자동 시료 주입기(LVA)와 결합한 Agilent 8860/5977B GC/MSD 시스템을 미국 EPA 분석법 524.2에 따른 휘발성 유기 화합물(VOC) 분석에 성공적으로 사용했습니다. 이 분석법 또는 유사 분석법에 준한 수질의 VOC 분석은 먹는 물 공급 안전 보장의 일환으로 전 세계적으로 널리 사용되고 있습니다.

서론

US EPA 분석법 524.2는 GC/MS를 이용한 수질 VOC에 대한 정량 절차 및 요건을 제공합니다¹. 이 분석법의 과제는 권장하는 4분의 분석 트랩 탈착 시간으로 인해, GC/MS 시스템에 많은 양의 수증기가 전달될 수 있다는 것입니다. GC 주입구, 컬럼 및 MSD는 수분에 민감할 수 있어, 분석 과정에서 성능이 저하될 수 있습니다.

본 응용 자료에서는 P&T를 사용한 VOC 분석에서 EPA 분석법 524.2의 요건에 성공적으로 부합 및 초과할 수 있는 아래를 포함한 구성에 대해 다룹니다:

- Drawout 렌즈, 라이너 및 컬럼을 포함한 권장 GC 및 MS 소모품과 필요한 성능을 위해 애질런트 테크놀로지스가 제공하는 분석법 및 기타 재료
- 4-bromofluorobenzene(BFB)에 대한 EPA 튜닝 요건의 확실한 만족 및 감도 향상을 위한 자동 튜닝 접근법
- 탈착 시 애질런트 GC/MSD로 전달되는 수분의 양을 줄이기 위해 특별히 설계된 혁신적인 수분 제어 시스템(MCS)을 갖춘 Teledyne Tekmar Lumin P&T
- 믿을 수 있고 정밀한 시료 전처리 및 처리를 가능하게 하는 Teledyne Tekmar Lumin P&T 농축기의 P&T 파라미터와 AQUATek LVA

- 화합물 식별을 위한 Unknowns Analysis, 사용자 정의 라이브러리 생성을 위한 Library Editor, 라이브러리 검색으로 수집한 데이터의 정량 분석법 작성을 위한 Quantitative Analysis를 비롯한 Agilent MassHunter 10과 함께 제공되는 소프트웨어 도구

본 응용 자료에 포함된 VOC 데이터는 직선성과 동적 작업 범위와 관련하여 초기 검량(ICAL) 및 분석법 검출 한계(MDL) 연구에 필요한 성능을 입증합니다.

실험

Agilent 5977B 질량 분석기(MS)는 Teledyne Tekmar Lumin P&T 농축기 및 AQUATek LVA와 연결되고 분할/비분할(SSL) 주입구를 갖춘 Agilent 8860 GC와 함께 사용하였습니다. MSD는 자동 BFB 튜닝 알고리즘으로 자동 훈련하였습니다. 이 분석법은 Agilent Ultra Inert straight-through 1.0mm GC inlet 라이너(p/n 5190-4047) 및 DB-624 UI, 20m × 0.18mm, 1µm 컬럼 (p/n 121-1324UI)을 사용하였습니다. Teledyne Tekmar Lumin P&T를 GC 제어 기체역학 장치와 GC 주입구 포트 사이의 GC 운반 가스 주입구 라인에 연결하였습니다. 분할비는 150:1로 설정하였습니다. 스테인리스 강 이온화원(p/n G3870-67750)에는 직경 6mm의 drawout 렌즈 (p/n G3163-20530)를 장착하였습니다.

센텀이 있는 40ml 바이알의 물 시료에 해당 원액 10µL를 스파이킹하여 0.25~50µg/L 범위의 검량 농도 7개를 제조했습니다. 가장 상단(또는 테두리)까지 가득 채운 40ml 바이알의 물을 300 µL 제거한 후, 효과적인 혼합을 위해 직경 5~6mm를 초과하지 않는 공기 방울을 형성하는 원액을 스파이크합니다. 스파이크 원액은 60 및 24종 화합물 표준 혼합물로 제조했습니다(각각 AccuStandard M-502-10X와 M-524R-B). 메탄올 5µg/mL에 fluorobenzene(내부 표준물질), 1,2-dichlorobenzene-d₄(대체 표준물질) 및 BFB(대체 표준물질)를 포함한 첨가 용액을 화합물 3종 혼합물 (AccuStandard M-524-FS)로 제조했습니다. 첨가 용액의 분취액 5µL를 Lumin P&T 농축기의 물 시료 5mL에 자동 첨가하여, 5µg/L ISTD 및 대체 표준물질을 만들었습니다. MassHunter Workstation 소프트웨어를 데이터 수집 및 처리에 사용했습니다. 그림 1은 사용한 시스템 구성입니다. 표 1은 애질런트 GC/MSD 운영 파라미터입니다. 표 2는 Lumin P&T 농축기 및 AQUATek LVA 기기 운영 조건입니다. 표 3은 표적 VOC 및 권장 정량 이온의 요약입니다.

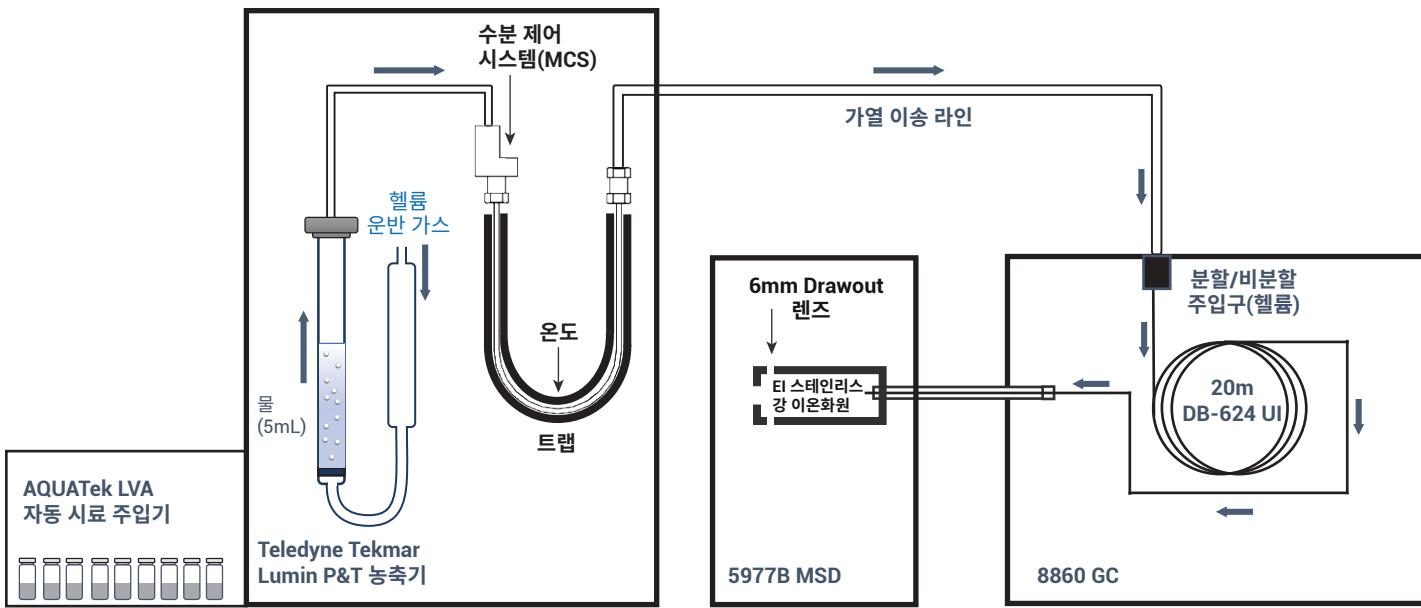


그림 1. 기기 구성

표 1. VOC 분석을 위한 GC/MS 조건

8860 GC		제어 모드		일정 유속	
주입구	분할/비분할(SSL)	유속		0.663mL/분	
모드	분할	주입구 연결		분할/비분할 주입구(SSL)	
분할비	150:1	배출구 연결		MSD	
총 유속	100.07mL/분	모델	5977B		
운반 가스	헬륨	이온화원	스테인리스 강 이온화원		
주입구 라이너	Straight-through 1.0 mm UI 라이너	진공 펌프	고성능 터보		
주입구 라이너 품목 번호	5190-4047	튠 파일	BFB_Atune.u		
주입원	외부 장비	모드	스캔		
오븐		용매 자연 시간	1.05분		
초기 오븐 온도	35°C	EM 전압 개인 모드	5		
초기 오븐 유지 시간	4분	극미량 이온 검출	켜짐		
승온 속도 1	15°C/분	사중극자 온도	200°C		
최종 온도 1	240°C	이온화원 온도	250°C		
최종 유지 시간 1	0.3333분	이송 라인 온도	250°C		
총 분석 시간	18분	스캔 파라미터			
평형 시간	0분	낮은 질량	35		
컬럼		높은 질량	260		
종류	DB-624 UI	임계값	0		
품목 번호	121-1324UI	시료	2		
길이	20m			A/D 시료: 4	
직경	0.18mm				
필름 두께	1μm				

표 2. VOC 분석을 위한 Teledyne Tekmar Lumin P&T/AQUATek LVA 조건

기기 종류: Tekmar Lumin P&T/AQUATek LVA	
대기	
밸브 오븐 온도	125°C
이송 라인 온도	125°C
시료 마운트 온도	40°C
대기 유속	10mL/분
퍼지 준비 온도	45°C
MCS 퍼지 온도	20°C
퍼지	
퍼지 온도	20°C
퍼지 시간	11.00분
퍼지 유속	40mL/분
드라이 퍼지 온도	20°C
드라이 퍼지 시간	2.00분
드라이 퍼지 유속	100mL/분
시료 온도	40°C
사전 퍼지 시간	0.50분
사전 퍰지 유속	40mL/분
예열 시간	1.00분
시료 가열기 활성	끔
탈착	
탈착 예열 온도	245°C
탈착 온도	250°C
탈착 시간	4.00분
배출 유속	400mL/분
GC 시작 신호	탈착 시작
베이크	
베이크 시간	6.00분
베이크 온도	260°C
MCS 베이크 온도	200°C
베이크 유속	200mL/분
AQUATek LVA	
시료 루프 시간	0.50분
시료 이송 시간	0.50분
헹굼 루프 시간	0.25분
Sweep 니들 시간	0.30분
Presweep 시간	0.25분
수온	80°C
베이크 행굼 주기	3
베이크 행굼 배출 시간	0.25분

표 3. 머무름 시간 및 권장 정량 이온을 포함한 VOC 리스트

화합물	머무름 시간 (분)	표적 <i>m/z</i>	정량 이온 1 <i>m/z</i>	정량 이온 2 <i>m/z</i>	정량 이온 3 <i>m/z</i>
Fluorobenzene(ISTD)	6.613	96.0	77.0		
Dichlorodifluoromethane	1.207	85.0	87.0		
Chloromethane	1.362	50.0	52.0		
Chloroethene	1.462	62.0	64.0		
Bromomethane	1.752	94.0	96.0		
Ethyl Chloride	1.858	64.0	66.0	49.0	
Trichloromonofluoromethane	2.120	101.0	103.0		
Ethyl Ether	2.466	74.0	59.0	45.0	
1,1-Dichloroethene	2.683	61.0	96.0	98.0	63.0
Acetone	2.793	58.0	43.0		
Iodomethane	2.841	142.0	127.0		
Carbon Disulfide	2.907	76.0			
Allyl Chloride	3.145	76.0	41.0	39.0	
Methylene Chloride	3.310	84.0	49.0	86.0	47.0
Acrylonitrile	3.696	52.0	53.0	51.0	
<i>trans</i> -1,2-Dichloroethylene	3.709	61.0	96.0	98.0	63.0
Methyl <i>tert</i> -butyl Ether	3.787	73.0	57.0	43.0	
1,1-Dichloroethane	4.370	63.0	65.0		
2,2-Dichloropropane	5.192	77.0	79.0	97.0	
<i>cis</i> -1,2-Dichloroethylene	5.202	61.0	96.0	98.0	63.0
2-Butanone	5.296	72.0	43.0		
Propanenitrile	5.346	54.0	52.0		
Methyl Acrylate	5.424	55.0	85.0	42.0	
Bromochloromethane	5.503	130.0	128.0	49.0	132.0
Methylacrylonitrile	5.535	67.0	52.0	66.0	
Tetrahydrofuran	5.615	72.0	71.0		
Trichloromethane	5.640	83.0	85.0	47.0	
1,1,1-Trichloroethane	5.831	97.0	99.0	61.0	
1-Chlorobutane	5.985	56.0	49.0		
Carbon Tetrachloride	6.029	117.0	119.0	47.0	121.0
1,1-Dichloropropene	6.038	75.0	110.0	112.0	77.0
Benzene	6.274	78.0	77.0		
1,2-Dichloroethane	6.308	62.0	49.0	64.0	
Trichloroethylene	7.023	130.0	132.0	95.0	97.0
1,2-Dichloropropane	7.261	63.0	62.0	76.0	65.0
Dibromomethane	7.379	174.0	172.0	176.0	93.0
Methyl Methacrylate	7.453	100.0	69.0	99	
Bromodichloromethane	7.568	83.0	85.0		
2-Nitropropane	7.820	43.0	41.0		
<i>cis</i> -1,3-Dichloropropene	8.044	75.0	110.0	77.0	
2,2-Dimethoxybutane	8.105	89.0	87.0	55.0	
Methyl Isobutyl Ketone (MIBK)	8.237	58.0	43.0	41.0	

표 3. 머무름 시간 및 권장 정량 이온을 포함한 VOC 리스트(계속)

화합물	머무름 시간 (분)	표적 <i>m/z</i>	정량 이온 1 <i>m/z</i>	정량 이온 2 <i>m/z</i>	정량 이온 3 <i>m/z</i>
Toluene	8.380	91.0	92.0		
<i>trans</i> -1,3-Dichloropropene	8.619	75.0	110.0	77.0	
Ethyl Methacrylate	8.748	69.0	41.0	39.0	
1,1,2-Trichloroethane	8.797	97.0	99.0	83.0	61.0
Tetrachloroethylene	8.933	164.0	166.0	129.0	168.0
1,3-Dichloropropane	8.961	76.0	78.0		
2-Hexanone	9.082	58.0	43.0	57.0	
Dibromochloromethane	9.181	129.0	127.0	131.0	
1,2-Dibromoethane	9.284	109.0	107.0		
Chlorobenzene	9.787	112.0	114.0	77.0	
1,1,1,2-Tetrachloroethane	9.875	133.0	131.0	117.0	119.0
Ethylbenzene	9.909	91.0	106.0		
<i>m+p</i> -Xylene	10.028	91.0	106.0	105.0	
<i>o</i> -Xylene	10.418	91.0	106.0	105.0	
Styrene	10.431	104.0	103.0	78.0	105.0
Tribromomethane	10.600	173.0	171.0	175.0	79.0
Isopropylbenzene	10.791	105.0	120.0		
<i>p</i> -Bromofluorobenzene(SURR)	10.933	174.0	176.0	95.0	75.0
Bromobenzene	11.074	158.0	156.0	77.0	50.0
1,1,2,2-Tetrachloroethane	11.083	83.0	85.0		
1,2,3-Trichloropropane	11.121	75.0	110.0	112.0	61.0
1,4-Dichlorobut-2-ene	11.142	89.0	88.0	53.0	124.0
Propylbenzene	11.200	91.0	120.0		
2-Chlorotoluene	11.274	91.0	126.0		
Mesitylene(1,3,5-Trimethylbenzene)	11.379	105.0	120.0		
<i>tert</i> -Butylbenzene	11.701	119.0	91.0	134.0	
1,2,4-Trimethylbenzene	11.748	105.0	120.0		
1-Methylpropyl Benzene	11.919	105.0	134.0		
1,3-Dichlorobenzene	12.014	146.0	148.0	111.0	75.0
<i>p</i> -Cymene(4-Isopropyltoluene)	12.067	119.0	134.0	91.0	
1,4-Dichlorobenzene	12.102	146.0	148.0	111.0	75.0
1,2-Dichlorobenzene-d ₄ (SURR)	12.452	152.0	150.0	115.0	
1,2-Dichlorobenzene	12.470	146.0	148.0	111.0	75.0
<i>n</i> -Butylbenzene	12.473	91.0	92.0	134.0	
Hexachloroethane	12.727	166.0	164.0	201.0	203.0
1,2-Dibromo-3-chloropropane	13.241	155.0	75.0	157.0	159.0
Nitrobenzene	13.446	93.0	123.0	77.0	51.0
1,2,4-Trichlorobenzene	14.072	180.0	182.0	145.0	184.0
1,1,2,3,4,4-Hexachlorobuta-1,3-diene	14.256	225.0	227.0	262.0	260.0
Naphthalene	14.311	128.0	127.0	129.0	
1,2,3-Trichlorobenzene	14.554	180.0	182.0	145.0	184.0

BFB Autotune으로 BFB 이온 존재비 기준 충족

MSD 튜닝

Agilent MSD 시스템의 BFB Autotune 과정은 VOC 분석을 위한 하드웨어 구성의 지원을 위해 설계되고, EPA가 설정한 BFB 스펙트럼 이온 비를 유지하면서 최고의 시스템 성능을 제공합니다. MSD 하드웨어 구성은 직경 6mm의 drawout 렌즈 (p/n G3163-20530)를 갖춘 스테인레스 강 이온화원(p/n G3870-67750)을 포함합니다. 최적의 운용을 위해, 이온화원 및 사중극자 온도를 각각 250°C와 200°C로 설정하였습니다.

BFB Autotune(BFB_Atune.U)은 Tune and Vacuum Control 뷰의 Tune 드롭다운 메뉴, MassHunter Acquisition에서 제공합니다. 그림 2는 BFB_ATUNE.U 파일 보고서의 예시입니다.

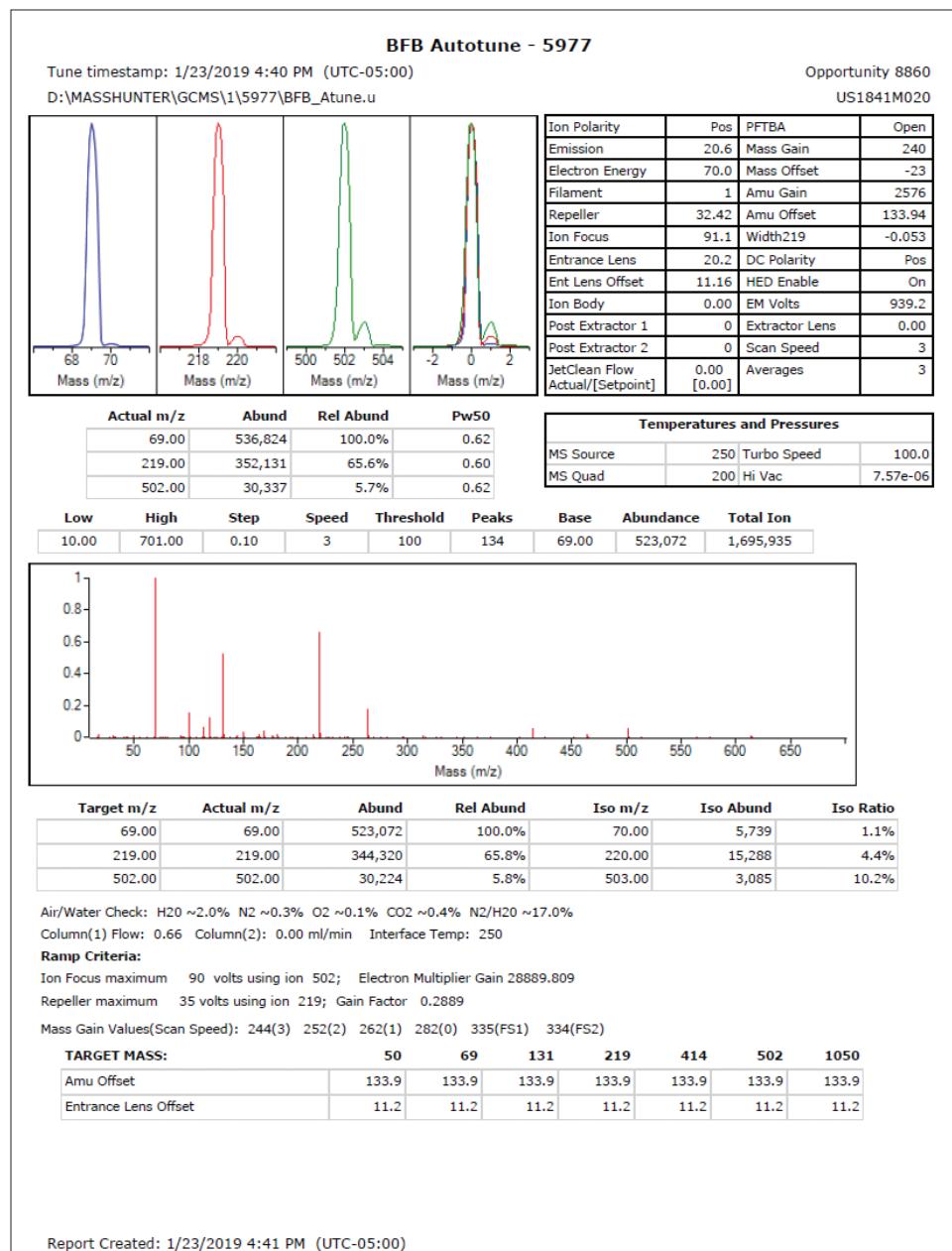


그림 2. BFB Autotune 보고서

BFB 스펙트럼 평가

분석법 524.2는 퍼지 또는 직접 주입(섹션 6.3.1 및 10.2.2)으로 BFB 25ng 또는 그 이하를 온컬럼에 주입하고 EPA 524.2 분석법에 따라 시험할 것을 요구합니다. Agilent MassHunter Quantitative Analysis Package에서 Tune Evaluation 도구를 제공하며, 기본적으로 BFB 스펙트럼 평가 분석법을 포함합니다. 그림 3은 Tune Evaluation 보고서입니다. BFB Autotune 및 툰 평가를 포함한 튜닝 루틴은 시스템 성능 검사가 가능한 키워드 요청으로 시퀀스에서 불러낼 수 있습니다.

결과 및 토의

초기 검량(ICAL)

성공적인 BFB 주입 및 스펙트럼 평가 후, ICAL은 일반적으로 지정한 작업 범위인 0.5~50 μ g/L에서 수행합니다. 그림 4는 이 분석에서 규정된 GC, MSD 및 P&T 파라미터를 사용한 일반적인 총 이온 크로마토그램(TIC)을 보여줍니다.

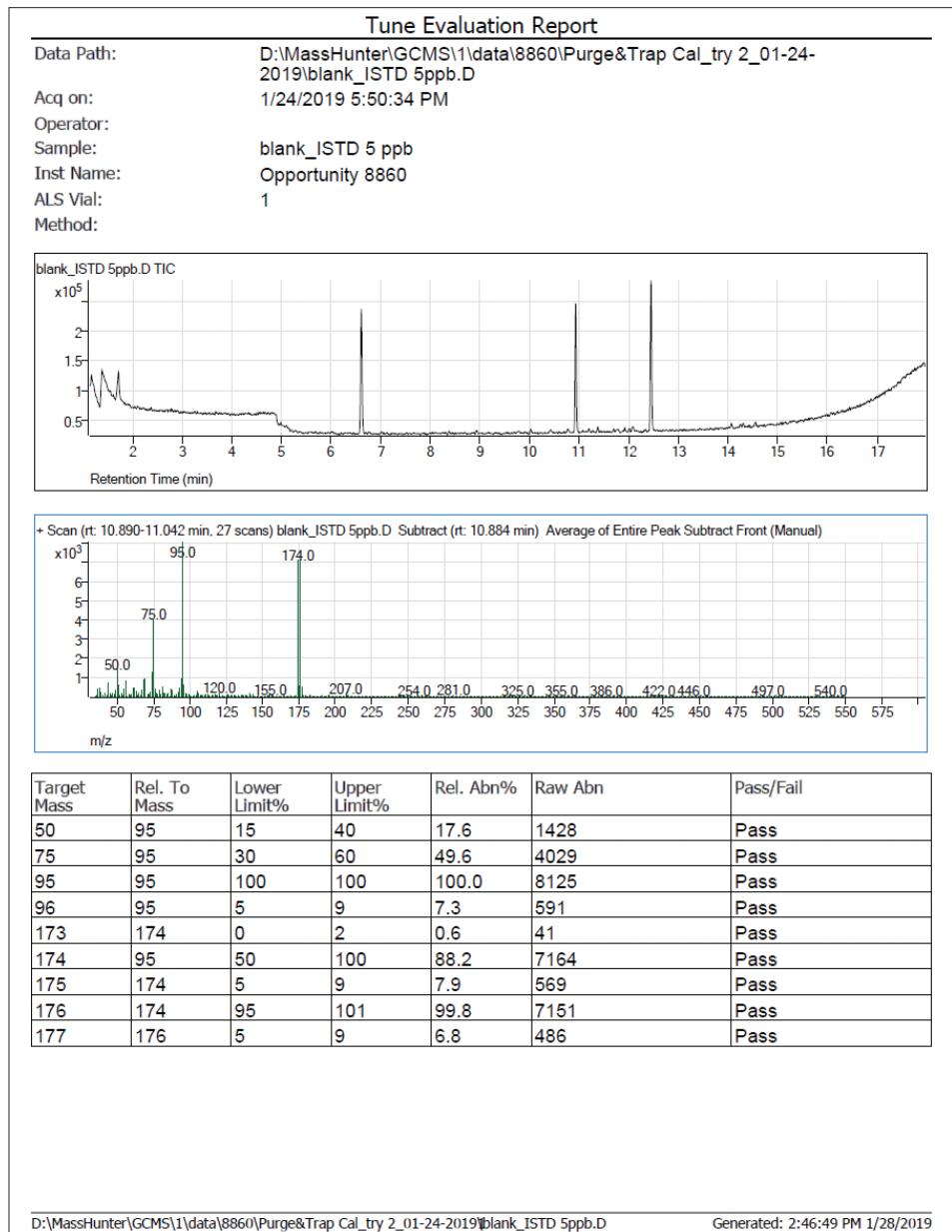
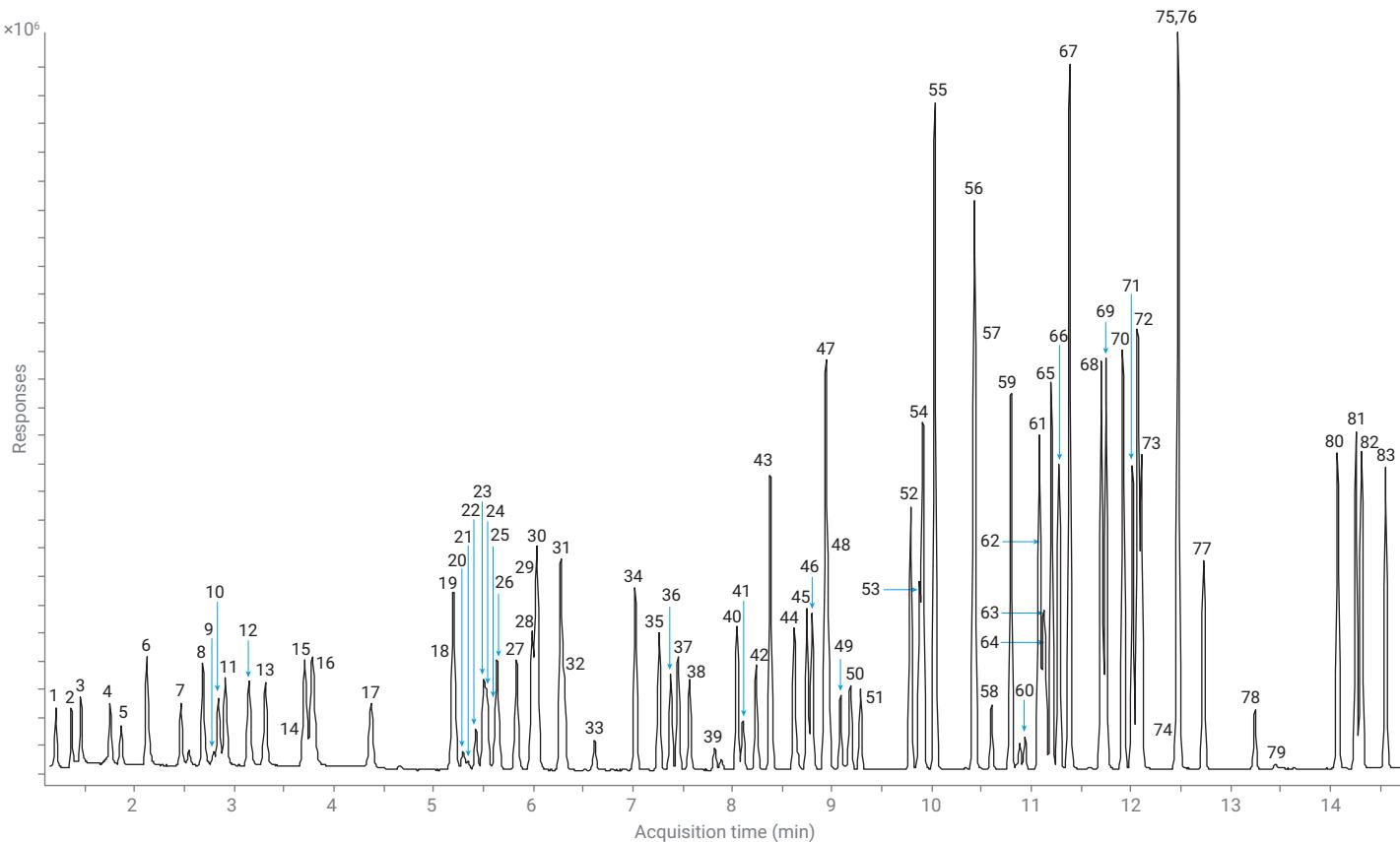


그림 3. BFB 툰 점검 보고서



1	Dichlorodifluoromethane	22	Methyl Acrylate	43	Toluene	64	1,4-Dichlorobut-2-ene
2	Chloromethane	23	Bromochloromethane	44	<i>trans</i> -1,3-Dichloropropene	65	Propylbenzene
3	Chloroethene	24	Methylacrylonitrile	45	Ethyl Methacrylate	66	2-Chlorotoluene
4	Bromomethane	25	Tetrahydrofuran	46	1,1,2-Trichloroethane	67	Mesitylene(1,3,5-Trimethylbenzene)
5	Ethyl Chloride	26	Trichloromethane	47	Tetrachloroethylene	68	<i>tert</i> -Butylbenzene
6	Trichloromonofluoromethane	27	1,1,1-Trichloroethane	48	1,3-Dichloropropane	69	1,2,4-Trimethylbenzene
7	Ethyl Ether	28	1-Chlorobutane	49	2-Hexanone	70	1-Methylpropyl Benzene
8	1,1-Dichloroethene	29	Carbon Tetrachloride	50	Dibromochloromethane	71	1,3-Dichlorobenzene
9	Acetone	30	1,1-Dichloropropene	51	1,2-Dibromoethane	72	<i>p</i> -Cymene(4-Isopropyltoluene)
10	Iodomethane	31	Benzene	52	Chlorobenzene	73	1,4-Dichlorobenzene
11	Carbon Disulfide	32	1,2-Dichloroethane	53	1,1,1,2-Tetrachloroethane	74	1,2-Dichlorobenzene-d ₄ (SURR)
12	Allyl Chloride	33	Fluorobenzene(ISTD)	54	Ethylbenzene	75	1,2-Dichlorobenzene
13	Methylene Chloride	34	Trichloroethylene	55	<i>m+p</i> -Xylene	76	<i>n</i> -Butylbenzene
14	Acrylonitrile	35	1,2-Dichloropropene	56	<i>o</i> -Xylene	77	Hexachloroethane
15	<i>trans</i> -1,2-Dichloroethylene	36	Dibromomethane	57	Styrene	78	1,2-Dibromo-3-chloropropane
16	Methyl <i>tert</i> -butyl Ether	37	Methyl Methacrylate	58	Tribromomethane	79	Nitrobenzene
17	1,1-Dichloroethane	38	Bromodichloromethane	59	Isopropylbenzene	80	1,2,4-Trichlorobenzene
18	2,2-Dichloropropane	39	2-Nitropropane	60	<i>p</i> -Bromofluorobenzene(SURR)	81	1,1,2,3,4,4-Hexachlorobuta-1,3-diene
19	<i>cis</i> -1,2-Dichloroethylene	40	<i>cis</i> -1,3-Dichloropropene	61	Bromobenzene	82	Naphthalene
20	2-Butanone	41	2,2-Dimethoxybutane	62	1,1,2,2-Tetrachloroethane	83	1,2,3-Trichlorobenzene
21	Propanenitrile	42	MIBK	63	1,2,3-Trichloropropane		

그림 4. EPA 분석법 524.2의 TIC: 50μg/L 표준물질, ISTD 및 대체 표준물질(5μg/L)

표 4는 농도 범위 0.25~50 $\mu\text{g}/\text{L}$ 에서의 일반적인 ICAL 결과입니다. 분석법 524.2는 모든 화합물에 대한 평균 상대 감응 계수를 이용한 정량 적용을 위해 20% 미만의 %RSD 값을 가져야만 한다고 명시합니다. 그렇지 않으면, 화합물은 선형 또는 이차 곡선의 검량선 맞춤 루틴을 사용해야 합니다.

표 4의 결과는 화합물 79종에 대한 검량이 20% 미만의 %RSD 기준을 충족한다는 것을 보여줍니다. 알려진 안정성 문제로 직선성에 문제가 있는 iodomethane은 %RSD가 20% 이상이므로, 이 분석법에서 권장하는 대로 이차 맞춤을 적용하였습니다. AQUATek LVA로 주입한 내부 표준물질 및 대체 표준물질의 %RSD는 <5%이었습니다. 이러한 결과는 Agilent GC/MSD 및 Teledyne Tekmar

P&T 기기를 이용하여 높은 수준의 정밀도를 실현할 수 있음을 입증합니다.

대부분의 화합물에 대한 일반적인 보고 한계는 0.25 또는 0.50 $\mu\text{g}/\text{L}$ 입니다. 그러나, 보다 높은 보고 한계를 갖는 화합물도 있습니다. 예를 들어, acetone 및 2-butanone과 같은 케톤의 보고 한계는 5.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 입니다.

표 4. 분석법 524.2에 대한 ICAL, 0.25~50 $\mu\text{g}/\text{L}$

화합물	RT(분)	0.25 $\mu\text{g}/\text{L}$		0.5 $\mu\text{g}/\text{L}$		1 $\mu\text{g}/\text{L}$		5 $\mu\text{g}/\text{L}$		10 $\mu\text{g}/\text{L}$		25 $\mu\text{g}/\text{L}$		50 $\mu\text{g}/\text{L}$		평균 RRF	%RSD
		RRF	RRF	RRF	RRF	RRF	RRF	RRF	RRF	RRF	RRF	RRF	RRF	RRF	RRF		
Fluorobenzene(ISTD)	6.613	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	0.6
Dichlorodifluoromethane	1.207	0.087	0.150	0.178	0.136	0.157	0.153	0.153	0.153	0.153	0.153	0.153	0.153	0.153	0.153	0.145	19.6
Chloromethane	1.362	0.148	0.178	0.143	0.159	0.170	0.162	0.161	0.161	0.160	0.160	0.160	0.160	0.160	0.160	0.160	7.5
Chloroethene	1.462	0.244	0.182	0.212	0.180	0.191	0.183	0.184	0.184	0.196	0.196	0.196	0.196	0.196	0.196	0.196	12.0
Bromomethane	1.752				0.149	0.145	0.119	0.117	0.117	0.132	0.132	0.132	0.132	0.132	0.132	0.132	12.8
Ethyl Chloride	1.858	0.066	0.118	0.104	0.099	0.115	0.113	0.112	0.112	0.104	0.104	0.104	0.104	0.104	0.104	0.104	17.2
Trichloromonofluoromethane	2.120	0.299	0.353	0.342	0.337	0.334	0.337	0.336	0.336	0.334	0.334	0.334	0.334	0.334	0.334	0.334	5.0
Ethyl Ether	2.466	0.062	0.096	0.115	0.099	0.105	0.105	0.106	0.106	0.098	0.098	0.098	0.098	0.098	0.098	0.098	17.4
1,1-Dichloroethene	2.683	0.223	0.280	0.274	0.262	0.252	0.255	0.250	0.250	0.257	0.257	0.257	0.257	0.257	0.257	0.257	7.3
Acetone	2.793				0.021	0.022	0.020	0.020	0.020	0.021	0.021	0.021	0.021	0.021	0.021	0.021	5.1
Iodomethane	2.841	0.186	0.160	0.177	0.171	0.209	0.275	0.297	0.297	0.211	0.211	0.211	0.211	0.211	0.211	0.211	0.9963*
Carbon Disulfide	2.907	0.603	0.515	0.516	0.477	0.489	0.483	0.489	0.489	0.510	0.510	0.510	0.510	0.510	0.510	0.510	8.5
Allyl Chloride	3.145	0.074	0.089	0.071	0.091	0.099	0.089	0.089	0.089	0.086	0.086	0.086	0.086	0.086	0.086	0.086	11.8
Methylene Chloride	3.310	0.225	0.182	0.178	0.179	0.174	0.171	0.171	0.171	0.183	0.183	0.183	0.183	0.183	0.183	0.183	10.5
Acrylonitrile	3.696		0.071	0.094	0.060	0.061	0.067	0.064	0.064	0.070	0.070	0.070	0.070	0.070	0.070	0.070	18.2
trans-1,2-Dichloroethylene	3.709	0.245	0.252	0.251	0.239	0.228	0.231	0.228	0.228	0.239	0.239	0.239	0.239	0.239	0.239	0.239	4.3
Methyl tert-butyl Ether	3.787	0.658	0.564	0.657	0.575	0.564	0.567	0.566	0.566	0.593	0.593	0.593	0.593	0.593	0.593	0.593	7.5
1,1-Dichloroethane	4.370	0.253	0.269	0.296	0.303	0.307	0.306	0.294	0.294	0.290	0.290	0.290	0.290	0.290	0.290	0.290	7.1
2,2-Dichloropropane	5.192	0.236	0.282	0.258	0.257	0.278	0.244	0.239	0.256	0.229	0.229	0.229	0.229	0.229	0.229	0.229	7.2
cis-1,2-Dichloroethylene	5.202	0.371	0.298	0.314	0.287	0.287	0.284	0.279	0.303	0.106	0.106	0.106	0.106	0.106	0.106	0.106	10.6
2-Butanone	5.296				0.026	0.026	0.023	0.023	0.023	0.024	0.024	0.024	0.024	0.024	0.024	0.024	7.8
Propanenitrile	5.346		0.023	0.027	0.030	0.031	0.030	0.032	0.032	0.029	0.029	0.029	0.029	0.029	0.029	0.029	11.6
Methyl Acrylate	5.424	0.128	0.190	0.170	0.187	0.174	0.182	0.182	0.182	0.173	0.173	0.173	0.173	0.173	0.173	0.173	12.3
Bromochloromethane	5.503	0.126	0.070	0.125	0.123	0.130	0.128	0.128	0.118	0.118	0.118	0.118	0.118	0.118	0.118	0.118	18.2
Methylacrylonitrile	5.535		0.108	0.104	0.094	0.088	0.092	0.089	0.096	0.096	0.096	0.096	0.096	0.096	0.096	0.096	8.8
Tetrahydrofuran	5.615		0.035	0.032	0.036	0.029	0.031	0.032	0.033	0.033	0.033	0.033	0.033	0.033	0.033	0.033	7.6
Trichloromethane	5.640	0.232	0.293	0.297	0.321	0.322	0.327	0.320	0.302	0.295	0.295	0.295	0.295	0.295	0.295	0.295	11.0
1,1,1-Trichloroethane	5.831	0.364	0.271	0.277	0.287	0.280	0.292	0.292	0.295	0.295	0.295	0.295	0.295	0.295	0.295	0.295	10.7
1-Chlorobutane	5.985	0.294	0.360	0.284	0.340	0.354	0.345	0.348	0.332	0.332	0.332	0.332	0.332	0.332	0.332	0.332	9.1

* 화합물은 이차 회귀되었습니다.

표 4. 분석법 524.2에 대한 ICAL, 0.25~50μg/L(계속)

화합물	RT(분)	0.25μg/L		0.5μg/L		1μg/L		5μg/L		10μg/L		25μg/L		50μg/L		평균 RRF	%RSD
		RRF	RRF	RRF	RRF	RRF	RRF	RRF	RRF	RRF	RRF	RRF	RRF	RRF	RRF		
Carbon Tetrachloride	6.029	0.209	0.200	0.208	0.226	0.231	0.217	0.232	0.218	0.232	0.217	0.232	0.218	0.218	0.218	5.7	
1,1-Dichloropropene	6.038	0.293	0.255	0.265	0.260	0.252	0.259	0.255	0.263	0.255	0.263	0.255	0.263	0.263	0.263	5.3	
Benzene	6.274	0.857	0.695	0.749	0.710	0.717	0.707	0.700	0.734	0.700	0.734	0.700	0.734	0.734	0.734	7.8	
1,2-Dichloroethane	6.308	0.304	0.253	0.266	0.263	0.258	0.263	0.263	0.267	0.263	0.267	0.263	0.267	0.267	0.267	6.2	
Trichloroethylene	7.023	0.299	0.156	0.221	0.233	0.224	0.227	0.230	0.227	0.230	0.227	0.230	0.227	0.227	0.227	18.4	
1,2-Dichloropropane	7.261	0.245	0.189	0.196	0.185	0.179	0.183	0.183	0.194	0.183	0.194	0.183	0.194	0.194	0.194	11.8	
Dibromomethane	7.379	0.118	0.098	0.117	0.135	0.141	0.142	0.144	0.128	0.142	0.128	0.144	0.128	0.128	0.128	13.6	
Methyl Methacrylate	7.453		0.063	0.073	0.056	0.058	0.061	0.060	0.062	0.061	0.060	0.062	0.062	0.062	0.062	9.8	
Bromodichloromethane	7.568	0.249	0.209	0.192	0.197	0.210	0.205	0.215	0.211	0.210	0.211	0.215	0.211	0.211	0.211	8.7	
2-Nitropropane	7.820			0.021	0.026	0.029	0.025	0.027	0.026	0.027	0.026	0.027	0.026	0.026	0.026	11.9	
cis-1,3-Dichloropropene	8.044	0.308	0.331	0.290	0.281	0.275	0.284	0.284	0.293	0.284	0.293	0.284	0.293	0.293	0.293	6.7	
2,2-Dimethoxybutane	8.105			0.078	0.079	0.050	0.068	0.066	0.068	0.066	0.068	0.066	0.068	0.068	0.068	17.0	
MIBK	8.237	0.111	0.097	0.083	0.083	0.081	0.086	0.086	0.090	0.086	0.090	0.086	0.090	0.090	0.090	12.1	
Toluene	8.380	0.903	0.821	0.809	0.828	0.801	0.811	0.806	0.826	0.806	0.826	0.806	0.826	0.826	0.826	4.3	
trans-1,3-Dichloropropene	8.619	0.303	0.237	0.259	0.239	0.257	0.265	0.262	0.260	0.265	0.262	0.260	0.262	0.262	0.262	8.5	
Ethyl Methacrylate	8.748	0.286	0.288	0.293	0.282	0.273	0.284	0.287	0.285	0.284	0.287	0.285	0.285	0.285	0.285	2.2	
1,1,2-Trichloroethane	8.797	0.159	0.153	0.174	0.169	0.172	0.177	0.175	0.168	0.172	0.175	0.175	0.168	0.168	0.168	5.4	
Tetrachloroethylene	8.933	0.359	0.342	0.273	0.333	0.267	0.302	0.336	0.316	0.303	0.319	0.316	0.316	0.316	0.316	11.3	
1,3-Dichloropropane	8.961	0.382	0.292	0.329	0.312	0.307	0.307	0.303	0.319	0.307	0.319	0.303	0.319	0.319	0.319	9.4	
2-Hexanone	9.082	0.077	0.078	0.080	0.087	0.086	0.086	0.090	0.084	0.086	0.090	0.084	0.084	0.084	0.084	6.0	
Dibromochloromethane	9.181	0.147	0.140	0.143	0.140	0.146	0.148	0.154	0.146	0.148	0.154	0.146	0.146	0.146	0.146	3.5	
1,2-Dibromoethane	9.284	0.187	0.162	0.179	0.172	0.172	0.176	0.182	0.176	0.172	0.176	0.182	0.176	0.176	0.176	4.6	
Chlorobenzene	9.787	0.558	0.520	0.556	0.526	0.519	0.529	0.531	0.534	0.519	0.531	0.534	0.531	0.534	0.534	3.0	
1,1,1,2-Tetrachloroethane	9.875	0.160	0.163	0.143	0.147	0.157	0.158	0.166	0.156	0.160	0.166	0.156	0.160	0.160	0.160	5.3	
Ethylbenzene	9.909	0.985	0.950	0.950	0.929	0.915	0.925	0.918	0.939	0.915	0.925	0.918	0.939	0.939	0.939	2.6	
m+p-Xylene	10.028	0.851	0.748	0.730	0.710	0.702	0.712	0.715	0.738	0.710	0.715	0.715	0.715	0.715	0.715	7.1	
o-Xylene	10.418	0.885	0.706	0.733	0.720	0.718	0.727	0.740	0.747	0.720	0.727	0.740	0.747	0.747	0.747	8.3	
Styrene	10.431	0.640	0.631	0.542	0.610	0.581	0.597	0.610	0.601	0.581	0.597	0.610	0.601	0.601	0.601	5.5	
Tribromomethane	10.600	0.076	0.078	0.097	0.093	0.099	0.101	0.110	0.094	0.093	0.101	0.110	0.094	0.094	0.094	13.3	
Isopropylbenzene	10.791	0.961	0.989	0.954	0.910	0.914	0.919	0.944	0.942	0.910	0.914	0.944	0.942	0.942	0.942	3.1	
p-Bromofluorobenzene(SURR)	10.933	0.326	0.342	0.343	0.324	0.351	0.330	0.359	0.339	0.324	0.351	0.330	0.359	0.359	0.359	3.9	
Bromobenzene	11.074	0.304	0.260	0.232	0.243	0.241	0.246	0.248	0.254	0.232	0.241	0.246	0.248	0.248	0.248	9.4	
1,1,2,2-Tetrachloroethane	11.083	0.178	0.207	0.241	0.217	0.234	0.236	0.221	0.221	0.217	0.234	0.236	0.221	0.221	0.221	10.1	
1,2,3-Trichloropropane	11.121	0.230	0.254	0.252	0.258	0.285	0.278	0.306	0.266	0.252	0.285	0.278	0.266	0.266	0.266	9.5	
1,4-Dichlorobut-2-ene	11.142		0.027	0.032	0.030	0.039	0.041	0.043	0.035	0.027	0.039	0.041	0.043	0.043	0.043	18.3	
Propylbenzene	11.200	1.207	1.059	1.096	1.078	1.097	1.094	1.110	1.106	1.071	1.094	1.110	1.106	1.106	1.106	4.3	
2-Chlorotoluene	11.274	0.695	0.596	0.594	0.609	0.606	0.618	0.637	0.622	0.695	0.606	0.618	0.637	0.622	0.622	5.7	
Mesitylene(1,3,5-Trimethylbenzene)	11.379	0.825	0.774	0.789	0.777	0.772	0.790	0.827	0.793	0.825	0.774	0.827	0.793	0.793	0.793	2.9	
tert-Butylbenzene	11.701	0.978	0.807	0.871	0.707	0.762	0.718	0.738	0.797	0.707	0.762	0.718	0.797	0.797	0.797	12.3	
1,2,4-Trimethylbenzene	11.748	0.896	0.869	0.845	0.786	0.805	0.810	0.852	0.838	0.845	0.786	0.810	0.852	0.838	0.838	4.7	
1-Methylpropyl Benzene	11.919	1.202	1.070	1.041	1.037	1.043	1.049	1.090	1.076	1.041	1.037	1.049	1.090	1.076	1.076	5.4	
1,3-Dichlorobenzene	12.014	0.529	0.470	0.464	0.454	0.464	0.464	0.480	0.475	0.464	0.454	0.464	0.480	0.475	0.475	5.3	
p-Cymene(4-Isopropyltoluene)	12.067	0.910	0.876	0.959	0.883	0.906	0.905	0.961	0.914	0.910	0.959	0.906	0.961	0.914	0.914	3.7	

표 4. 분석법 524.2에 대한 ICAL, 0.25~50 μ g/L(계속)

화합물	RT(분)	0.25 μ g/L	0.5 μ g/L	1 μ g/L	5 μ g/L	10 μ g/L	25 μ g/L	50 μ g/L	평균 RRF	%RSD
		RRF	RRF	RRF	RRF	RRF	RRF	RRF		
1,4-Dichlorobenzene	12.102	0.503	0.465	0.507	0.462	0.465	0.476	0.503	0.483	4.2
1,2-Dichlorobenzene-d ₄ (SURR)	12.452	0.380	0.394	0.384	0.373	0.390	0.395	0.418	0.391	3.7
1,2-Dichlorobenzene	12.470	0.512	0.441	0.446	0.433	0.434	0.440	0.472	0.454	6.3
n-Butylbenzene	12.473	0.991	0.874	0.917	0.831	0.864	0.868	0.909	0.893	5.8
Hexachloroethane	12.727	0.133	0.107	0.100	0.111	0.111	0.119	0.121	0.115	9.4
1,2-Dibromo-3-chloropropane	13.241	0.030	0.050	0.049	0.045	0.051	0.054	0.061	0.048	20.0
Nitrobenzene	13.446				0.008	0.009	0.009	0.009	0.008	7.7
1,2,4-Trichlorobenzene	14.072	0.488	0.382	0.345	0.346	0.359	0.359	0.377	0.380	13.1
1,1,2,3,4,4-Hexachlorobuta-1,3-diene	14.256	0.318	0.261	0.234	0.236	0.233	0.240	0.251	0.253	11.9
Naphthalene	14.311	1.023	0.862	0.836	0.876	0.865	0.908	0.963	0.905	7.3
1,2,3-Trichlorobenzene	14.554	0.401	0.385	0.348	0.327	0.349	0.349	0.369	0.361	7.0

MDL

평균상대반응 곡선맞춤으로 표적
분석물질에 대한 10E2 이상의 허용
직선성을 입증한 후, MDL 연구를
수행하였습니다(모두 %RSD<20%).
최저 검량 수준인 0.25 μ g/L에서 8회
수행했습니다. 계산된 MDL은 방정식 1에
표기된 공식을 적용하여 구하였습니다.
보고 한계가 더 높은 화합물의 경우, 농도
1 μ g/L로 8회 수행했습니다. 표 5는 이 분석
조건을 사용한 일반적인 VOC 80종에 대한
계산된 MDL입니다.

방정식 1. MDL 계산 공식

$$MDL = S \times t_{(n-1, 1-\alpha)} = S \times 2.998$$

여기에서:

$$t_{(n-1, 1-\alpha)} = t \text{ 값, } 99\% \text{ 신뢰 수준, 자유도 } n-1$$

n = 시험 횟수(8)

S = 8회 시험 표준 편차

표 5. VOC에 대해 계산된 MDL

화합물	RT(분)	시료의 계산된 농도(μ g/L)								평균 농도(μ g/L)	SD	MDL
		스파이크(μ g/L)	시료 1	시료 2	시료 3	시료 4	시료 5	시료 6	시료 7	시료 8		
Fluorobenzene(ISTD)	6.613	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	N/A	N/A
Dichlorodifluoromethane	1.207	0.25	0.23	0.24	0.24	0.24	0.26	0.22	0.24	0.23	0.010	0.031
Chloromethane	1.362	0.25	0.26	0.26	0.25	0.24	0.23	0.29	0.25	0.26	0.017	0.052
Chloroethene	1.462	0.25	0.17	0.17	0.14	0.14	0.18	0.15	0.16	0.19	0.017	0.051
Bromomethane	1.752	1.00	0.88	1.03	0.90	0.91	0.78	0.74	0.75	0.97	0.106	0.316
Ethyl Chloride	1.858	0.25	0.36	0.34	0.29	0.35	0.29	0.38	0.37	0.37	0.035	0.103
Trichloromonofluoromethane	2.120	0.25	0.25	0.24	0.18	0.23	0.18	0.26	0.20	0.21	0.030	0.091
Ethyl Ether	2.466	0.25	0.28	0.21	0.29	0.27	0.33	0.23	0.27	0.30	0.038	0.114
1,1-Dichloroethene	2.683	0.25	0.24	0.24	0.27	0.23	0.24	0.21	0.24	0.25	0.019	0.057
Acetone	2.793	1.00	1.04	1.21	1.51	1.33	1.37	1.25	1.03	1.08	0.173	0.518

표 5. VOC에 대해 계산된 MDL(계속)

화합물	RT(분)	시료의 계산된 농도(µg/L)								평균 농도 (µg/L)	SD	MDL	
		스파이크 (µg/L)	시료 1	시료 2	시료 3	시료 4	시료 5	시료 6	시료 7	시료 8			
Iodomethane	2.841	0.25	0.23	0.17	0.16	0.17	0.19	0.24	0.20	0.21	0.20	0.031	0.092
Carbon Disulfide	2.907	0.25	0.21	0.23	0.23	0.21	0.22	0.20	0.22	0.21	0.21	0.011	0.033
Allyl Chloride	3.145	0.25	0.26	0.30	0.24	0.31	0.40	0.36	0.31	0.27	0.31	0.052	0.156
Methylene Chloride	3.310	0.25	0.25	0.22	0.22	0.29	0.30	0.23	0.24	0.27	0.25	0.029	0.088
Acrylonitrile	3.696	1.00	0.94	0.86	0.90	0.87	0.91	1.19	0.92	0.91	0.94	0.105	0.315
trans-1,2-Dichloroethylene	3.709	0.25	0.19	0.19	0.22	0.24	0.20	0.21	0.20	0.22	0.21	0.018	0.054
Methyl tert-butyl Ether	3.787	0.25	0.29	0.28	0.24	0.27	0.28	0.26	0.27	0.29	0.27	0.015	0.046
1,1-Dichloroethane	4.370	0.25	0.26	0.32	0.32	0.28	0.27	0.29	0.30	0.29	0.29	0.021	0.063
2,2-Dichloropropane	5.192	0.25	0.27	0.27	0.25	0.23	0.26	0.28	0.27	0.27	0.26	0.017	0.050
cis-1,2-Dichloroethylene	5.202	0.25	0.20	0.22	0.24	0.24	0.29	0.22	0.21	0.22	0.23	0.027	0.080
2-Butanone	5.296	1.00	1.02	0.87	1.07	1.13	1.50	1.41	1.44	1.39	1.23	0.234	0.701
Propanenitrile	5.346	1.00	1.18	1.21	1.04	1.21	1.03	1.21	0.83	1.24	1.12	0.143	0.428
Methyl Acrylate	5.424	0.25	0.30	0.29	0.29	0.31	0.31	0.32	0.29	0.28	0.30	0.014	0.042
Bromochloromethane	5.503	0.25	0.33	0.21	0.28	0.34	0.17	0.24	0.32	0.21	0.26	0.064	0.192
Methylacrylonitrile	5.535	0.25	0.24	0.27	0.23	0.22	0.26	0.29	0.26	0.16	0.24	0.038	0.114
Tetrahydrofuran	5.615	1.00	1.01	0.99	1.18	0.77	1.09	1.09	1.23	1.22	1.07	0.152	0.455
Trichloromethane	5.640	0.25	0.30	0.28	0.25	0.27	0.25	0.30	0.31	0.26	0.28	0.024	0.072
1,1,1-Trichloroethane	5.831	0.25	0.22	0.21	0.20	0.27	0.24	0.23	0.26	0.22	0.23	0.023	0.068
1-Chlorobutane	5.985	0.25	0.31	0.31	0.34	0.34	0.28	0.32	0.28	0.29	0.31	0.025	0.074
Carbon Tetrachloride	6.029	0.25	0.26	0.27	0.26	0.25	0.27	0.29	0.29	0.22	0.26	0.023	0.070
1,1-Dichloropropene	6.038	0.25	0.18	0.19	0.22	0.22	0.22	0.23	0.23	0.23	0.21	0.021	0.062
Benzene	6.274	0.25	0.19	0.21	0.20	0.19	0.23	0.24	0.22	0.20	0.21	0.020	0.061
1,2-Dichloroethane	6.308	0.25	0.28	0.26	0.23	0.26	0.29	0.26	0.27	0.22	0.26	0.024	0.073
Trichloroethylene	7.023	0.25	0.22	0.25	0.25	0.31	0.27	0.21	0.19	0.19	0.24	0.040	0.120
1,2-Dichloropropane	7.261	0.25	0.20	0.20	0.22	0.22	0.23	0.24	0.24	0.19	0.22	0.021	0.062
Dibromomethane	7.379	0.25	0.35	0.25	0.22	0.21	0.24	0.27	0.31	0.32	0.27	0.051	0.152
Methyl Methacrylate	7.453	0.25	0.30	0.37	0.20	0.34	0.33	0.19	0.26	0.34	0.29	0.066	0.197
Bromodichloromethane	7.568	0.25	0.26	0.26	0.23	0.26	0.26	0.21	0.25	0.19	0.24	0.028	0.083
2-Nitropropane	7.820	1.00	1.14	1.53	1.23	1.27	1.38	1.35	1.64	1.68	1.40	0.196	0.587
cis-1,3-Dichloropropene	8.044	0.25	0.24	0.23	0.23	0.28	0.22	0.23	0.21	0.25	0.23	0.021	0.062
2,2-Dimethoxybutane	8.105	1.00	1.06	1.03	0.94	0.99	0.99	1.13	1.08	1.11	1.04	0.067	0.202
MIBK	8.237	0.25	0.23	0.27	0.25	0.29	0.27	0.26	0.25	0.24	0.26	0.017	0.051
Toluene	8.380	0.25	0.24	0.26	0.23	0.23	0.22	0.23	0.26	0.20	0.23	0.020	0.060
trans-1,3-Dichloropropene	8.619	0.25	0.28	0.24	0.23	0.22	0.28	0.28	0.25	0.22	0.25	0.027	0.081
Ethyl Methacrylate	8.748	0.25	0.29	0.31	0.24	0.24	0.25	0.23	0.24	0.21	0.25	0.031	0.093
1,1,2-Trichloroethane	8.797	0.25	0.28	0.28	0.24	0.25	0.27	0.30	0.31	0.29	0.28	0.023	0.069
Tetrachloroethylene	8.933	0.25	0.17	0.18	0.20	0.19	0.21	0.19	0.21	0.24	0.20	0.019	0.058
1,3-Dichloropropane	8.961	0.25	0.24	0.22	0.20	0.23	0.26	0.25	0.20	0.19	0.22	0.027	0.081
2-Hexanone	9.082	0.25	0.26	0.30	0.29	0.34	0.36	0.31	0.28	0.28	0.30	0.032	0.097
Dibromochloromethane	9.181	0.25	0.24	0.31	0.31	0.26	0.26	0.25	0.30	0.32	0.28	0.031	0.092
1,2-Dibromoethane	9.284	0.25	0.26	0.25	0.30	0.29	0.27	0.22	0.25	0.27	0.26	0.025	0.074
Chlorobenzene	9.787	0.25	0.25	0.23	0.26	0.26	0.26	0.26	0.24	0.21	0.25	0.018	0.055

표 5. VOC에 대해 계산된 MDL(계속)

화합물	RT(분)	시료의 계산된 농도(µg/L)								평균 농도 (µg/L)	SD	MDL	
		스파이크 (µg/L)	시료 1	시료 2	시료 3	시료 4	시료 5	시료 6	시료 7	시료 8			
1,1,1,2-Tetrachloroethane	9.875	0.25	0.38	0.30	0.41	0.39	0.37	0.28	0.31	0.32	0.35	0.046	0.138
Ethylbenzene	9.909	0.25	0.25	0.22	0.22	0.25	0.22	0.24	0.25	0.22	0.23	0.015	0.044
m+p-Xylene	10.028	0.25	0.45	0.50	0.48	0.46	0.49	0.49	0.40	0.45	0.46	0.033	0.100
o-Xylene	10.418	0.50	0.26	0.22	0.23	0.21	0.23	0.25	0.26	0.21	0.23	0.020	0.061
Styrene	10.431	0.25	0.22	0.24	0.24	0.24	0.26	0.29	0.25	0.25	0.25	0.019	0.056
Tribromomethane	10.600	0.25	0.38	0.41	0.29	0.35	0.40	0.28	0.35	0.38	0.36	0.049	0.146
Isopropylbenzene	10.791	0.25	0.24	0.28	0.24	0.25	0.27	0.28	0.26	0.23	0.25	0.020	0.059
p-Bromofluorobenzene(SURR)	10.933	5.00	4.95	5.07	4.98	5.03	4.94	4.69	4.91	4.85	4.93	0.117	N/A
Bromobenzene	11.074	0.25	0.22	0.24	0.19	0.18	0.19	0.27	0.22	0.21	0.21	0.032	0.096
1,1,2,2-Tetrachloroethane	11.083	0.25	0.30	0.31	0.27	0.27	0.34	0.30	0.25	0.30	0.29	0.029	0.086
1,2,3-Trichloropropane	11.121	0.25	0.29	0.31	0.33	0.36	0.36	0.33	0.30	0.27	0.32	0.033	0.099
1,4-Dichlorobut-2-ene	11.142	1.00	1.25	1.21	1.10	1.21	1.11	1.03	1.27	0.85	1.13	0.139	0.415
Propylbenzene	11.200	0.25	0.24	0.24	0.24	0.23	0.25	0.23	0.26	0.24	0.24	0.011	0.033
2-Chlorotoluene	11.274	0.25	0.25	0.28	0.26	0.23	0.23	0.28	0.25	0.24	0.25	0.020	0.061
Mesitylene(1,3,5-Trimethylbenzene)	11.379	0.25	0.27	0.26	0.25	0.27	0.23	0.27	0.24	0.24	0.25	0.015	0.044
tert-Butylbenzene	11.701	0.25	0.23	0.20	0.22	0.18	0.22	0.21	0.19	0.20	0.20	0.015	0.045
1,2,4-Trimethylbenzene	11.748	0.25	0.23	0.26	0.25	0.24	0.25	0.25	0.25	0.22	0.24	0.013	0.040
1-Methylpropyl Benzene	11.919	0.25	0.21	0.26	0.23	0.26	0.24	0.27	0.21	0.22	0.24	0.023	0.070
1,3-Dichlorobenzene	12.014	0.25	0.24	0.21	0.29	0.24	0.22	0.28	0.25	0.21	0.24	0.028	0.085
p-Cymene(4-Isopropyltoluene)	12.067	0.25	0.28	0.27	0.29	0.28	0.28	0.28	0.28	0.24	0.28	0.015	0.044
1,4-Dichlorobenzene	12.102	0.25	0.25	0.26	0.26	0.23	0.26	0.30	0.31	0.25	0.26	0.025	0.076
1,2-Dichlorobenzene-d ₄ (SURR)	12.452	5.00	4.95	4.91	5.10	4.97	4.93	4.85	4.92	4.82	4.93	0.085	N/A
1,2-Dichlorobenzene	12.470	0.25	0.25	0.26	0.29	0.26	0.27	0.26	0.24	0.23	0.26	0.019	0.057
n-Butylbenzene	12.473	0.25	0.25	0.27	0.22	0.26	0.24	0.26	0.26	0.22	0.25	0.019	0.058
Hexachloroethane	12.727	0.25	0.28	0.27	0.33	0.24	0.29	0.29	0.24	0.26	0.27	0.033	0.098
1,2-Dibromo-3-chloropropane	13.241	0.25	0.33	0.43	0.47	0.39	0.37	0.40	0.39	0.39	0.40	0.042	0.126
Nitrobenzene	13.446	1.00	1.36	1.60	1.65	1.19	1.95	1.65	1.79	1.95	1.64	0.267	0.800
1,2,4-Trichlorobenzene	14.072	0.25	0.15	0.19	0.23	0.20	0.21	0.23	0.21	0.19	0.20	0.027	0.081
1,1,2,3,4,4-Hexachlorobuta-1,3-diene	14.256	0.25	0.19	0.23	0.20	0.25	0.22	0.13	0.21	0.21	0.21	0.035	0.104
Naphthalene	14.311	0.25	0.27	0.28	0.26	0.31	0.28	0.28	0.24	0.25	0.27	0.022	0.065
1,2,3-Trichlorobenzene	14.554	0.25	0.27	0.21	0.24	0.30	0.25	0.26	0.23	0.21	0.25	0.033	0.098

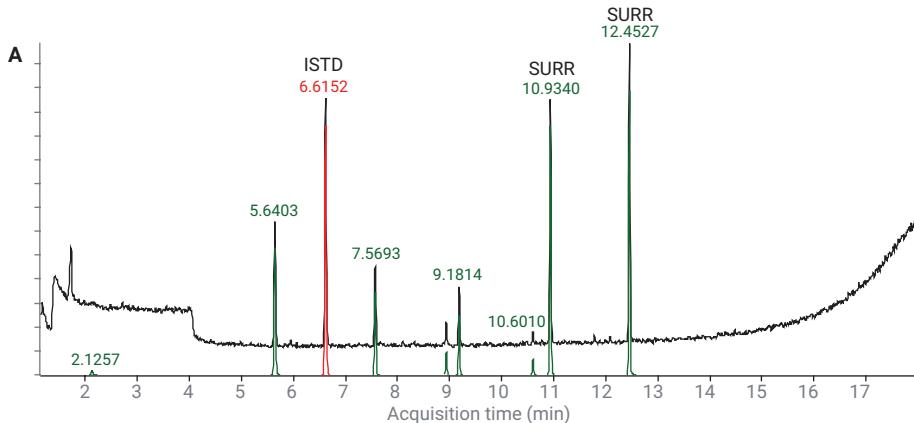
먹는 물에서 발견되는 VOC

실제 시료에 대한 분석법의 적용 가능성을 시험하기 위해, 펜실베니아의 여러 수원의 최종 먹는 물(수돗물)을 분석하였습니다. 머무름 시간 고정 VOC 스펙트럼 라이브러리를 이용한 MassHunter Unknowns Analysis로 수돗물의 여러 VOC를 식별하였습니다(그림 5). MassHunter Quantitative Analysis를 이용하여 VOC 농도를 측정하였습니다. 표 6은 그 결과입니다.

그림 6은 VOC 라이브러리로 수돗물 시료를 분석하고 적중도를 조사(이 경우 trichloromonofluoromethane, tetrachloroethylene 및 tribromomethane) 할 때 Unknowns Analysis에 표시된 정보를 보여줍니다. 왼편 그림은 소프트웨어가 스펙트럼의 일부로 식별한 이온의 EIC를 이용한 성분 프로파일 오버레이입니다. EIC가 유사한 모양 및 RT를 가지는지 확인하기 위해 오버레이를 검사합니다. 각 그림 6 색션의 오른쪽 하단 스펙트럼은 피크의 성분 프로파일에 대한 원시 스펙트럼의 평균입니다. 그것의 목적은 동시 용리 화합물에서 간섭 이온의 정도를 보여주는 것입니다. 오른쪽 상단은 라이브러리 참조 스펙트럼과 비교하여 찾은 성분의 디콘볼루션 스펙트럼입니다. 디콘볼루션 과정으로 간섭 이온을 제거하였으며, 화합물이 MDL 수준의 3 배에서만 존재할 때에도 LMS를 생성하였습니다.

표 6. 수돗물에서 검출된 VOC

화합물	RT(분)	농도($\mu\text{g/L}$)			
		남부 펜실베니아	동부 펜실베니아	펜실베니아 남동부	필라델피아시
Trichloromonofluoromethane	2.120		0.30		
Trichloromethane(Chloroform)	5.640	1.05	7.15	12.56	14.06
Bromodichloromethane	7.568		5.15	4.81	5.77
Toluene	8.380	0.29			
Tetrachloroethylene	8.933		0.36		
Dibromochloromethane	9.181		4.49	1.03	
Tribromomethane	10.600		1.26		



B Components

Component RT	Compound Name	Match Factor	Best Hit	Formula	Library RT	Delta RT
2.1257	Trichloromonofluoromethane	71.8	<input checked="" type="checkbox"/>	CCl ₃ F	2.1205	-0.0052
5.6403	Trichloromethane	95.2	<input checked="" type="checkbox"/>	CHCl ₃	5.6396	-0.0007
6.6152	Benzene, fluoro-	97.5	<input checked="" type="checkbox"/>	C ₆ H ₅ F	6.6141	-0.0011
7.5693	Methane, bromodichloro-	95.3	<input checked="" type="checkbox"/>	CHBrCl ₂	7.5681	-0.0012
8.9355	Tetrachloroethylene	91.9	<input checked="" type="checkbox"/>	C ₂ Cl ₄	8.9325	-0.0029
9.1814	Methane, dibromo-	94.3	<input checked="" type="checkbox"/>	CHBr ₂ Cl	9.1810	-0.0004
10.6010	Methane, tribromo-	75.5	<input checked="" type="checkbox"/>	CHBr ₃	10.5996	-0.0014
10.9340	p-Bromofluorobenzene	98.3	<input checked="" type="checkbox"/>	C ₆ H ₄ BrF	10.9330	-0.0010
12.4527	1,2-Dichlorobenzene-D ₄	87.0	<input checked="" type="checkbox"/>	C ₆ D ₄ Cl ₂	12.4523	-0.0004

그림 5. 펜실베니아 동부의 수돗물 시료에서 발견된 VOC

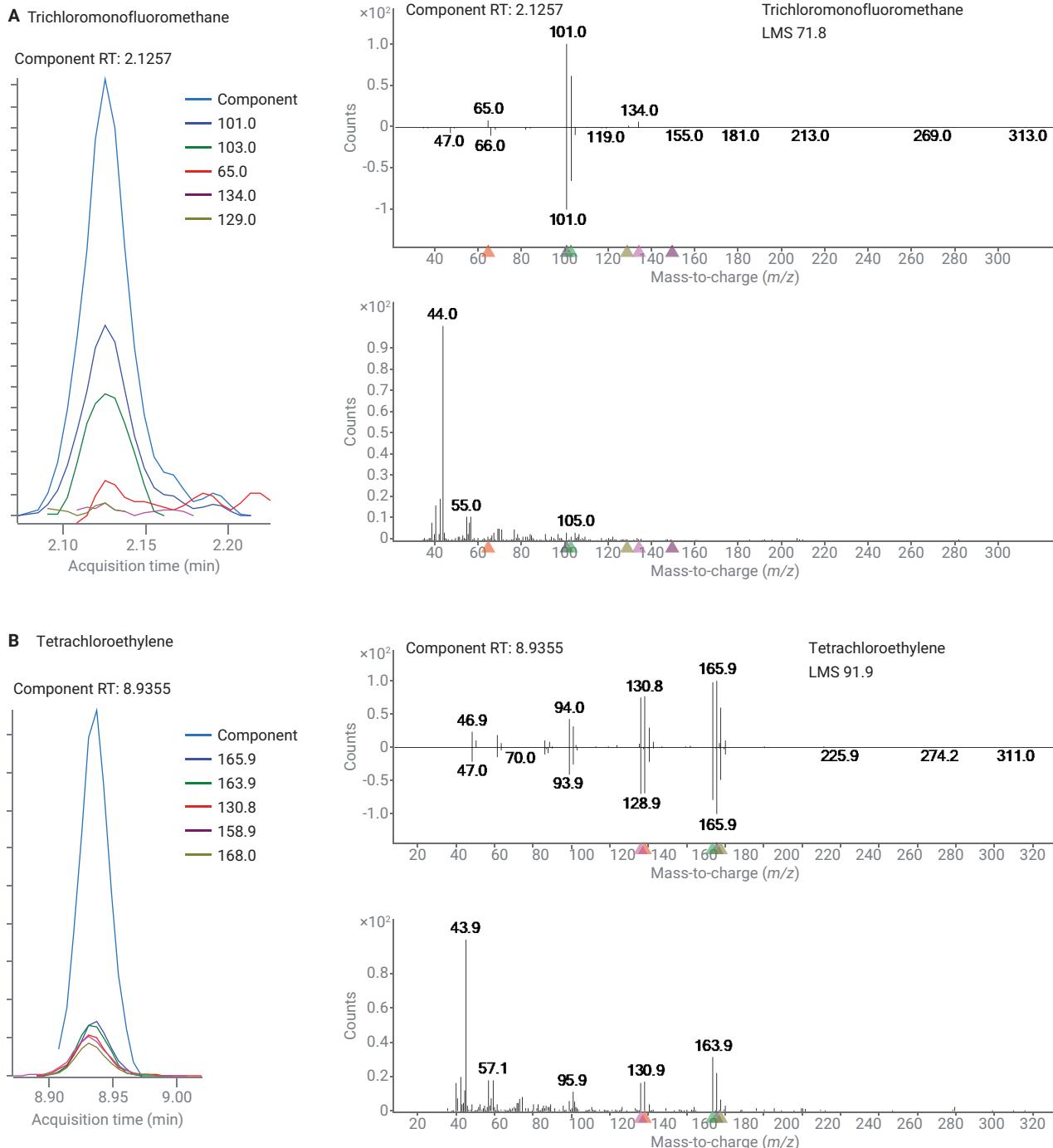


그림 6. 식별: A) Trichloromonofluoromethane, MDLx3 수준 B) Tetrachloroethylene; C) MassHunter Unknowns Analysis를 이용한 펜실베니아 동부, 물 시료의 Tribromomethane(다음 페이지에 계속)

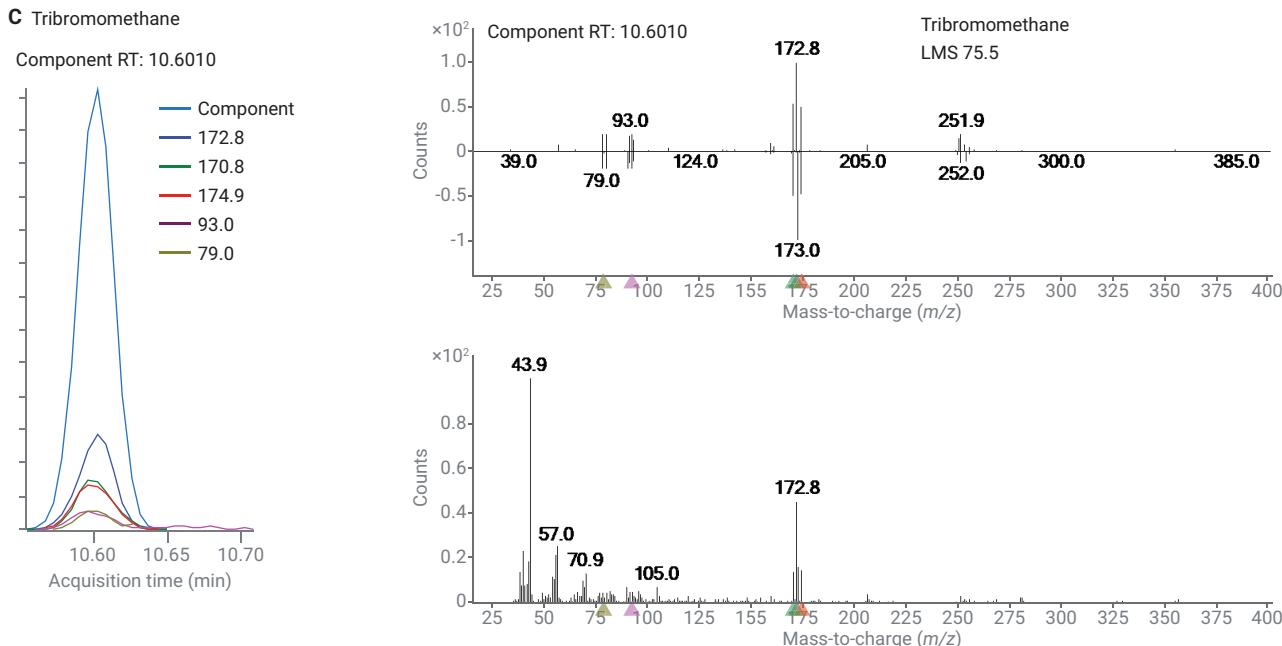


그림 6. 식별: A) Trichloromonofluoromethane, MDLx3 수준 B) Tetrachloroethylene; C) MassHunter Unknowns Analysis를 이용한 펜실베니아 동부, 물 시료의 Tribromomethane(계속)

결론

Teledyne Tekmar Lumin P&T 농축기 및 AQUATek LVA와 결합한 8860/5977B GC/MSD 시스템은 ICAL 범위가 0.25~50 μ g/L인 VOC 분석에 적합한 것으로 입증되었습니다. BFB Autotune은 BFB 스펙트럼에서 필요한 이온 존재비를

유지하는 동시에, 높은 감도와 안정성을 제공합니다. 계산된 MDL은 ppt 수준이며, 이 분석 조건 사용 시의 일반적인 결과입니다. 분석법의 적용 가능성은 0.3~14.1 μ g/L의 다양한 농도에서 몇몇 VOC를 식별 및 정량한 실제 먹는 물 시료로 입증하였으며, 대부분의 경우 지금의 EPA 524.2 MDL보다 훨씬 낮았습니다.

참고 문헌

- Method 524.2. Measurement of Purgeable Organic Compounds in Water by Capillary Column Gas Chromatography/Mass Spectrometry. Revision 4.1. National Exposure Research Laboratory Office of Research and Development, U.S. Environmental Protection Agency, Cincinnati, Ohio 45268.

www.agilent.com/chem

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
2019년 4월 16일, 한국에서 발행
5994-0833KO

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