응용 자료

Agilent
Trusted Answers

Agilent 7000E QQQ GC/MS를 이용한 US EPA 8270E를 통한 준휘발성 유기 화합물 분석

저자

Eric Fausett, Rachael Ciotti,
Dale Walker
Agilent Technologies, Inc.

개요

이 응용 자료는 Agilent 7000E QQQ GC/MS 시스템(GC/TQ)으로 준휘발성 유기 화합물(SVOC)을 분석하는 데 사용되는 고감도 분석법을 보여줍니다. SVOC 분석에 GC/TQ 기기를 사용하면 상당한 이점을 얻을 수 있습니다. 다중 반응 모니터링(MRM) 모드로 제공되는 높은 선택성으로 인해 매트릭스 간섭이 제거되어 배치 검토가 더 빨라지고 신뢰도가 높아집니다. 이러한 간섭은 SIM(선택 이온 모니터링) 또는 스캔 수집 모드를 사용할 때 종종 발생합니다. 감도가 높아지면 추출 부피가 줄어들어 지속 가능성이 향상되고 폐기물이 줄어들며 시료 전처리, 용매 사용량 및 폐기물 처리와 관련된 비용이 절감됩니다. 이 연구의 주요 목표는 우수한 측정 범위를 유지하면서 이러한 실험실 요구를 충족하기 위해 낮은 수준에서 SVOC를 검출하는 GC/TQ의 성능을 입증하는 것이었습니다.

서론

염기, 중성 및 산을 포함하는 매우 다양한 표적 분석물질이 있기 때문에 SVOC의 분석은 까다로울 수 있습니다. 이러한 분석물질은 광범위한 분자량과 비점을 포괄합니다. 미국 환경보호청(US EPA)은 GC/TQ를 이용한 이 분석물질의 분석을 위해 분석법 8270E에 규정 및 지침을 발표했습니다. SVOC를 위해 분석되는 일반적인 시료에는 고체 시료뿐만 아니라 지표수 또는 지하수가 포함됩니다. 그리고 분석하기 전에 이 시료를 추출합니다. 분석법 감도를 개선할 수 있는 경우, 시료 및 추출 부피를 줄여 비용을 절감하고 실험실의 지속 가능성을 높일 수 있습니다. 바람직한 분석 방법은 또한 광범위한 측정 범위를 입증할 수 있어 시료 희석 및 재분석의 필요성을 줄일 수 있습니다.

실험

시료 전처리

SVOC의 2,000µg/mL 원액 표준물질은 애질런트에서 제공 받았습니다(제품 번호 US201-1). 초기 검량선 표준물질은 디클로로메탄에 원액과 작업 표준물질을 희석하여 제조했습니다. 11가지 검량 수준은 다음 농도로 제조했습니다: 0.005, 0.01, 0.025, 0.05, 0.1, 0.25, 0.5, 1, 2.5, 5, 및 10µg/mL. 2,000µg/mL 내부 표준물질(ISTD) 용액 또한 애질런트에서 제공 받았습니다(제품 번호 ISM-560-1). 이 용액에는 다음과 같은 6가지 내부 표준물질이 포함되어 있습니다: 1,4-dichlorobenzene-d4, acenaphthene-d10, chrysene-d12, naphthalene-d8, phenanthrene-d10, and perylene-d12. 이 ISTD 용액을 희석하여 4µg/mL의 농도로 검량 바이알에 첨가했습니다.

기기 분석법

시료 주입에는 Agilent 8890 GC 시스템과 7693A 자동 액체 시료 주입기(ALS)가 사용되었습니다. 8890 GC는 분할/비분할(SSL) 주입구로 구성되었습니다. Agilent 7000E QQQ 질량 분석기(TQ/MS)가 검출기로 사용되었습니다.

초기 분석법 파라미터는 두 개의 애질런트 응용 자료에서 얻었습니다.[1,2] GC 및 MS 분석법 설정은 다음 표에 나와 있습니다.

아래의 주요 기술이 사용되어 분석법의 성공률을 높였습니다:

- GC/TQ의 사용은 낮은 수준의 분석에 대한 감도가 향상되고 선택성이 향상되어 데이터 감소를 단순화합니다
- 분할비가 5:1인 펄스 분할 주입은 분할 주입의 장점을 보존하면서 뛰어난 감도를 제공했습니다
- 9mm extractor 렌즈는 직선성을 높이고 까다로운 분석물질을 위한 전반적인 성능을 향상시켰습니다
- 머무름 시간 고정은 컬럼 트리밍 후 MRM 분석 범위 밖으로 벗어날 수 있는 피크 손실을 방지합니다
- 다이나믹 MRM(dMRM) 분석 모드는 모니터링되는 동시 전이의 수를 줄이고 분석물질의 추가 및 제거 프로세스를 단순화합니다

GC 설정	
분석 컬럼	Agilent J&W DB-8270D UI, 30m × 0.25mm, 0.25µm(p/n 122-9732)
주입량	1µL
주입구 온도	280°C 등온
주입 모드	펄스 분할
분할비	5:1
주입 펄스 압력	0.6분까지 30psi
라이너	Ultra Inert, 분할, 낮은 압력 강하, 유리솜(p/n 5190-2295)
오븐 온도 프로그램	40°C, 0.5분 유지 25°C/분으로 260°C까지 승온, 0분 유지 5°C/분으로 280°C까지 승온, 0분 유지 25°C/분으로 320°C까지 승온, 2분 유지
분석 시간	16.9분
평형 시간	1분
운반 가스	헬륨, 일정 유속 1.55mL/min(RT 고정으로 조정됨)
이송 라인 온도	320°C

MS 설정	
이온화원	9mm 렌즈의 Extractor
이온화원 온도	300°C
사중극자 온도	150°C
충돌 가스	질소, 1.5mL/min
퀜칭 가스	헬륨, 2.25mL/min
이온화 모드	EI
용매 지연	1.7분
EMV 모드	게인 계수
게인 계수	3
스캔 유형	다이나믹 MRM

펄스 주입을 사용하거나 사용하지 않는 분할 및 비분할 모드를 포함한 여러 주입 기술이 평가되었습니다. 분할 주입의 장점을 보존하면서 뛰어난 감도를 제공하므로 분할비가 5:1인 펄스 분할 주입을 선택했습니다. 분할 주입을 통해 주입구에서 컬럼으로 시료를 더 빠르게 이송할 수 있습니다. 이러한 빠른 이송은 분석물질이 고온의 GC 주입구에서 더 적은 시간을 보내기 때문에 열에 민감한 분석물질의 성능을 향상시킬 수 있습니다. 분할 주입은 또한 GC 컬럼의 헤드에서 비휘발성 물질의 침전을 감소시킵니다.

이 분석법은 또한 MS 소스에 직경 9mm extractor 렌즈(제품 번호 G3870-20449)를 사용했습니다. 9mm 렌즈는 Anderson 등에 의해 다환 방향족 탄화수소 및 2,4-dinitrophenol과 같은 다른 많은 까다로운 분석물질에 대한 분석법 성능을 크게 향상시키는 것으로 나타났습니다.[3]

머무름 시간 고정(RTL) 구현은 반복된 주입구 유지보수 및 컬럼 트리밍 후에도 정확한 머무름 시간 정확성을 보장하는 데 매우 중요했습니다. 유지보수 중 컬럼 트리밍 후 GC/MS 시스템용 Agilent MassHunter Acquisition 소프트웨어가 GC 흐름을 조금 조정할 수 있도록 단일 주입이 수행되었습니다. 이 조정은 모든 분석물질 머무름 시간을 재정렬했습니다. 이 분석법은 7.08분으로 acenaphthene-d10에 고정된 머무름 시간이었습니다. 이 기술은 컬럼 유지보수 후 dMRM 분석 범위 밖으로 벗어날 수 있는 피크 손실을 방지합니다.

이 분석법은 또한 dMRM 수집 모드를 사용했습니다. 이 접근법은 모든 분석물질 전이에 대해 그룹 세그먼트를 개별 시간 범위로 대체함으로써 다량의 화합물 배치에 대한 시간 세그먼트 분석법의 한계를 해결합니다. 또한 각 MS 스캔 중에 모니터링되는 개별 MRM 전이의 수도 크게 줄어듭니다.[4] 다이나믹 MRM 모드는 관심 분석물질의 추가 및 제거를 단순화합니다. dMRM 모드는 짧은 용리 범위에서 분석물질의 존재비를 표적으로 하는 시간 세그먼트 분석법과 관련된 많은 문제를 극복합니다.

초기 분석법 실험에서 40~320°C에는 25°C 의 오븐 승온을 사용했습니다. 260~280°C의 오븐 승온은 오븐 승온 속도를 분당 5°C로 감소하도록 변경하였습니다. 오븐 승온을 최적화함으로써, benzo[b]fluoranthene 및 benzo[k]fluoranthene에 대해 개선된 크로마토그래피 분리능이 달성되었습니다. 두 이성질체 피크 사이의 골(valley) 높이가 두 피크 높이 평균의 50% 미만일 경우 이성질체는 분리된 것으로 간주됩니다.[5] 그림 1과 같이 2.0µg/mL의 농도에서 88.6%의 분리능이 달성되었습니다. Indeno[1,2,3-cd]pyrene 및 dibenz[a,h] anthracene 또한 그림 2와 같이 62.6% 분리능에서 허용될 정도로 분리되었습니다.

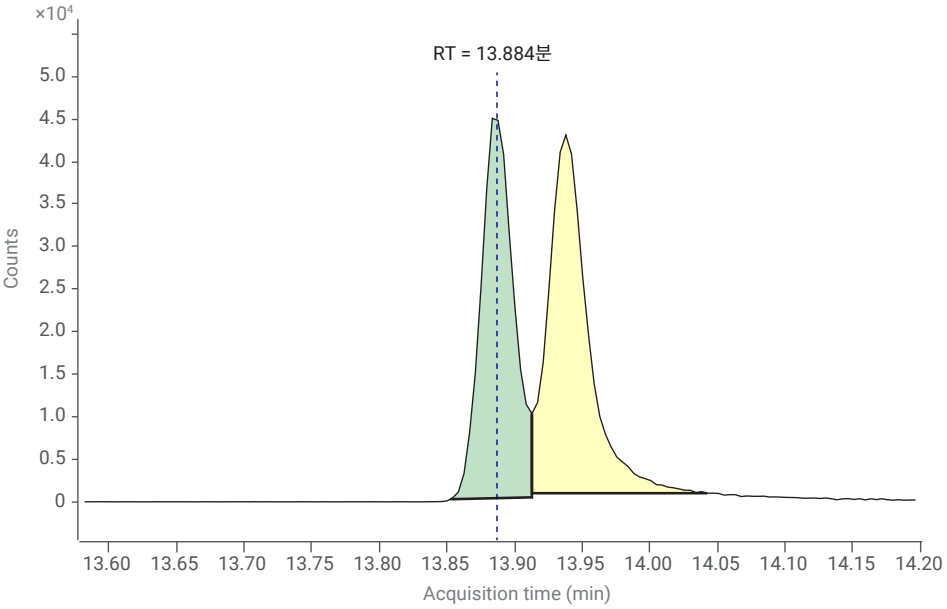

그림 1. Benzo(b)fluoranthene 및 benzo(k)fluoranthene, 2.0µg/mL(88.6% 분리능).

결과 및 토의

제조업체 권장 튜

SQ MS의 경우 기기는 질량 정확도와 분리능을 검증하기 위해 DFTPP(decafluorotriphenylphosphine) 용액을 사용하여 문제를 제기합니다. DFTPP 튜 점검은 MRM을 이용한 탠덤 MS 분석에 적합하지 않습니다. 하지만 실험실은 초기 검량 전에 MS 시스템이 perfluorotributylamine(PFTBA) 내부 검량 용액 또는 기타 적절한 화학물질에 대해 기기 제조업체에서 지정한 질량 정확도와 질량 분리능 기준을 달성했음을 입증해야 합니다.[5] MS 튜은 GC/TQ에 대한 애질런트 제조업체 권장 튜 프로토콜을 사용하여 검증되었습니다. 그림 4는 애질런트 제조업체 권장 튜의 체크 튜 보고서의 예시입니다. 이 절차는 MS 시스템의 작동성을 신속하게 평가하고 기록하기 위해 튜 평가 테스트 및 보고서를 생성하여 분석가가 GC/TQ를 사용하는 데 도와줍니다.

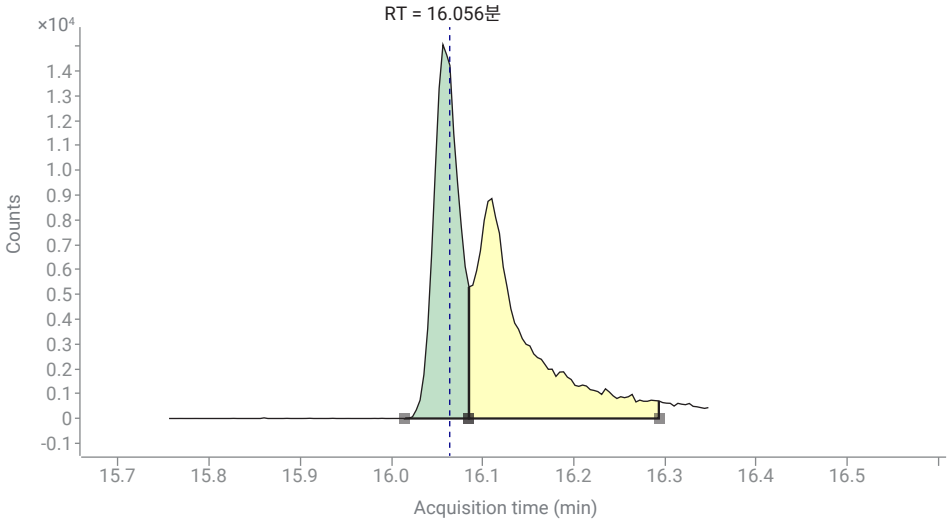

그림 2. Indeno[1,2,3-cd]pyrene 및 dibenz[a,h]anthracene, 2.0 µg/mL(62.6% 분리능).

검량

초기 검량에는 74개의 분석물질이 포함되어 있습니다. 3- 및 4-methyl phenol 이성질체는 분리되지 않았으며 결합된 결과로 보고되었습니다. 초기 검량은 0.005~10µg/mL 범위에서 세자리 수 이상의 범위에 걸쳐 11가지 서로 다른 검량 용액을 주입하여 수행되었습니다. 각 분석물질은 최소 두 가지 MRM 전이를 사용하여 모니터링되었으며, 그 중 하나는 결과를 정량하기 위해 선택되었고 두 번째는 정성용으로 사용되었습니다. 일부 검량선 범위는 분석법 기준에 맞게 작업 범위의 상단 및/또는 하단에서 트리밍되었습니다.

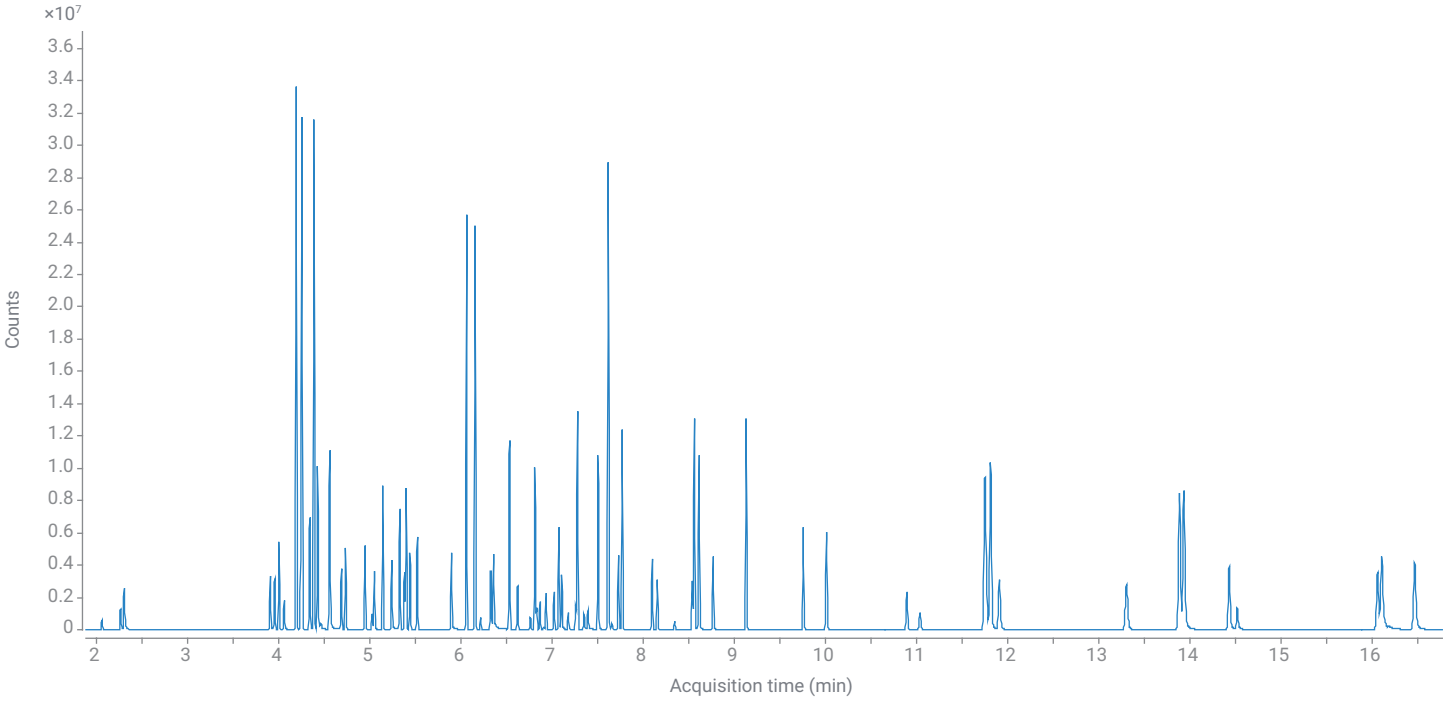

그림 3. 16.9분 만에 분리를 보여주는 모든 dMRM 전이 화합물의 총 이온 크로마토그램.

QQQ GC/MS 체크튠 보고서

Agilent | Trusted Answers

기기 정보	Extractor가 포함된 EI 이온화원 – 고감도 튠		
MS 모델	G7000E	튠 타임스탬프	2022-03-30 오전 11:30:51-04:00
기기 명칭		저장 타임스탬프	2022-03-30 오전 11:30:56-04:00
SW/FW 버전		튠 파일	first.eiex
		튠 레벨	완전한 오토튠

기기 실제값

방출(μA)	35.1	러프 진공(mTorr)	1.04E+2	컬럼 1(mL/min)	1.550
소스 온도 (°C)	300	고진공(Torr)	7.64E-5	컬럼 2(mL/min)	0.000
MS1 사중극자 온도 (°C)	150	터보 1 속도(%)	100.0	충돌 셀(mL/min)	1.500
MS2 사중극자 온도 (°C)	150	터보 1 출력(W)	0.0	퀜치 유량(mL/min)	2.250
이송 라인(°C)	320				

MS1/MS2 사중극자 체크튠 결과

표적 질량	실제 질량(m/z)		MS1 존재비			MS2 존재비		
(m/z)	MS1	MS2	존재비	비율 %	허용 가능 %	존재비	비율 %	허용 가능 %
69.0	69.0	69.0	11,924,296	100.00	50.0 - 110.0	39,580,079	100.00	50.0 - 110.0
219.0	219.0	219.0	10,837,233	90.88	70.0 - 110.0	15,324,358	38.72	10.0 - 40.0
264.0	264.0	264.0	3,749,068	31.44	10.0 - 80.0	12,500,412	31.58	10.0 - 60.0
414.0	414.0	414.0	952,894	7.99	0.1 - 40.0	3,333,806	8.42	0.1 - 20.0
502.0	502.0	502.0	560,982	4.70	0.1 - 40.0	964,475	2.44	0.1 - 12.0

동위원소 M+1	MS1 존재비			MS2 존재비		
(m/z)	동위원소 M+1 존재비	동위원소 M+1 비율 %	허용 가능 %	동위원소 M+1 존재비	동위원소 M+1 비율 %	허용 가능 %
70.0	137,009	1.15	0.63 - 1.72	545,237	1.38	0.63 - 1.72
220.0	471,869	4.35	2.94 - 6.42	687,613	4.49	2.94 - 6.42
265.0	213,584	5.70	4.09 - 8.37	731,141	5.85	4.09 - 8.37
415.0	84,401	8.86	7.29 - 12.08	294,690	8.84	7.29 - 12.08
503.0	55,587	9.91	8.75 - 12.88	94,539	9.80	8.75 - 12.88

검출기 체크튠 결과

검출기 체크튠 결과	값	권장 한계
EMV(V)	1158	≤ 2,900
최대 게인 계수	100	≥ 100

공기 및 물 체크튠 결과

공기/물	절대 존재비	상대 존재비(%)	권장 한계
PFTBA(69)	11,357,567	100	---
물	21,511	0.19	≤ 20
산소	22,816	0.20	≤ 2.5
질소*	85,036	0.75	≤ 10

* 질소 값은 산소 존재비로 계산됩니다

1/1페이지

보고서 생성: 2022-03-30 11:31:05-04:00

그림 4. 제조업체 권장 튜에 대한 검토 튜 보고서 예시.

8270 목록에 있는 일부 분석물질은 검량이 어려운 경향이 있습니다. 이러한 분석물질은 특히 낮은 농도에서 GC 주입구에서 불안정하거나 반응성이 클 수 있습니다. 이는 분석물질 농도와 관련된 감응 계수의 변화로 나타날 수 있습니다. 8270 분석법[5]의 섹션 1.4.7에는 이러한 분석물질이 나열되어 있으며, 불규칙한 크로마토그래피 거동의 대상이 될 수 있습니다. 2,4-Dinitrophenol은 이 목록에서 가장 까다로운 것 중 하나이며 이 검량은 그림 5에 나와 있습니다. 감응 계수는 농도에 따라 알맞게 증가하지만, 평균 감응 계수(avg RF) 상대 표준 편차가 18.07%로 요구 사항인 20%보다 작으므로 분석법 요구 사항이 충족되었습니다. 분석법 8270은 측정 계수(R^2)가 0.99보다 크면 이 어려움을 완화할 수 있도록 일부 분석물질의 곡선 피팅을 허용합니다. 2-4-dinitrophenol에 대한 대체 2차 곡선 피팅은 R^2가 0.9979인 그림 6에 나와 있습니다. Pentachlorophenol은 이러한 잠재적으로 까다로운 분석물질 중 하나이며 그 검량선은 그림 8에 나와 있습니다. 이 경우 R^2 값이 0.9966으로 2차 곡선 피팅이 선택되었습니다. 이러한 검량선은 낮은 농도의 까다로운 분석물질에서도 검량 기준이 충족될 수 있음을 보여줍니다. NDMA에 대한 보다 이상적인 검량선의 예시는 그림 9에 나와 있습니다. 초기 용리로 인해 크로마토그래피 조건이 최적화되지 않고 용매로부터 완전한 분리가 어려울 수 있는 경우 NDMA 자체는 어려운 분석물질이 될 수 있습니다. 이 예시에서 NDMA는 평균 RF 상대 표준 편차가 5.71%이며 검량된 범위에 걸쳐 모범적인 직선성을 보여줍니다.

표 1. 검량 결과.

화합물	곡선 피팅	% RSE	R^2	저농도 표준물질 (ppm)	고농도 표준물질 (ppm)
				(기본값, 0.005~10ppm)	
1,2,4-Trichlorobenzene	평균 RF	5.7			
1,2-Dichlorobenzene	평균 RF	5.3			
1,3-Dichlorobenzene	평균 RF	4.5			
1,3-Dinitrobenzene	평균 RF	16.4		0.025	5
1,4-Dichlorobenzene	평균 RF	7.8			
1,4-Dinitrobenzene	평균 RF	11.8		0.025	
1-Methylnaphthalene	평균 RF	6.8			
2,2'-oxybis[1-chloropropane]	평균 RF	4.3		0.050	
2,3,4,6-Tetrachlorophenol	평균 RF	14.1			
2,3,5,6-Tetrachlorophenol	평균 RF	9.6		0.025	
2,4,5-Trichlorophenol	평균 RF	8.2			
2,4,6-Trichlorophenol	평균 RF	5.2			
2,4-Dichlorophenol	평균 RF	4.2			
2,4-Dimethylphenol	평균 RF	3.4		0.010	
2,4-Dinitrophenol	평균 RF	18.1		0.050	5
2,4-Dinitrotoluene	2차	5.4	0.9967	0.025	
2,6-Dinitrotoluene	2차	8.3	0.9937	0.010	
2-Chloronaphthalene	평균 RF	3.5			
2-Chlorophenol	평균 RF	6.5			
2-methyl-4,6-dinitrophenol	평균 RF	13.0		0.025	5
2-Methylnaphthalene	평균 RF	4.1			
2-Methylphenol	평균 RF	6.7		0.010	
2-Nitroaniline	평균 RF	10.4			
2-Nitrophenol	평균 RF	7.8			
3+4-Methylphenol	평균 RF	3.5			
3-Nitroaniline	평균 RF	14.7			5
4-bromophenyl phenyl ether	평균 RF	3.9			
4-chloro-3-methylphenol	평균 RF	4.9			
4-Chloroaniline	평균 RF	3.0			
4-Chlorophenyl phenyl ether	평균 RF	2.1			
4-Nitroaniline	2차	7.0	0.9954		
4-Nitrophenol	평균 RF	11.9			5
Acenaphthene	평균 RF	9.8		0.010	
Acenaphthylene	평균 RF	4.3		0.010	
Aniline	평균 RF	7.6		0.010	
Anthracene	평균 RF	5.2			
Azobenzene	평균 RF	3.9			
Benz[a]anthracene	평균 RF	6.7			
Benzo[a]pyrene	평균 RF	7.9			
Benzo[b]fluoranthene	평균 RF	7.2			
Benzo[g,h,i]perylene	평균 RF	8.0			
Benzo[k]fluoranthene	평균 RF	8.7			
Benzyl alcohol	평균 RF	2.7		0.010	
bis(2-Chloroethoxy)methane	평균 RF	3.2			

화합물	곡선 피팅	% RSE	R^2	저농도 표준물질 (ppm)	고농도 표준물질 (ppm)
				(기본값, 0.005~10ppm)	
bis(2-Chloroethyl)ether	평균 RF	7.1			
Bis(2-ethylhexyl) phthalate	평균 RF	14.3		0.025	
Butyl benzyl phthalate	평균 RF	10.3			
Carbazole	평균 RF	5.0			
Chrysene	평균 RF	5.7			
Dibenz[a,h]anthracene	평균 RF	14.4			5
Dibenzofuran	평균 RF	5.0			
Diethyl phthalate	평균 RF	7.6		0.100	
Dimethyl phthalate	평균 RF	4.1			
Di-*n*-butyl phthalate	평균 RF	3.2		0.025	
Di-*n*-octyl phthalate	2차	6.2	0.9960		
Diphenylamine	평균 RF	4.9		0.025	
Fluoranthene	평균 RF	3.9			
Fluorene	평균 RF	3.0			
Hexachlorobenzene	평균 RF	7.1			
Hexachlorobutadiene	평균 RF	3.7			
Hexachlorocyclopentadiene	평균 RF	14.4		0.010	
Hexachloroethane	평균 RF	2.6		0.010	
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	평균 RF	7.9			5
Isophorone	평균 RF	5.6			
Naphthalene	평균 RF	6.8			
NDMA	평균 RF	5.7		0.010	
Nitrobenzene	평균 RF	10.9		0.010	
N-Nitrosodi-*n*-propylamine	평균 RF	3.4		0.050	
Pentachlorophenol	2차	6.7	0.9966	0.010	
Phenanthrene	평균 RF	5.7			
Phenol	평균 RF	5.7			
Pyrene	평균 RF	3.6			
Pyridine	평균 RF	5.2		0.025	
	평균 = 7.0				

이 데이터 세트에서 74개의 분석물질 중 69개는 상대 표준 편차가 20% 이하인 평균 RF 피팅을 사용하여 검량되었습니다. 나머지 5개의 분석물질(2,4-dinitrotoluene, 2,6-dinitrotoluene, 4-nitroaniline, di-*n*-octyl phthalate, pentachlorophenol)은 R^2 값이 0.99 이상인 2차 피팅을 통해 가중 최소 제곱 회귀(weighted least squares regression)를 사용하여 검량되었습니다.

각 분석물질에 대해 상대 표준 오차가 계산되었으며 각 검량선에 대해 20% 미만 또는 동일한 것으로 확인되었습니다. 모든 분석물질에 대한 평균 상대 표준 오차는 6.96%였습니다. 또한 사용된 모든 검량 포인트의 정확성은 각 농도에 대한 이론적 값의 ±30% 이내였습니다. 각 검량선에 최소 6개의 데이터 포인트가 사용되었습니다.

더 높은 농도를 다루는 검량 작업 범위가 필요한 경우 시료를 희석하거나 펄스 분할 주입 비율을 높일 것을 권장합니다. 이러한 변경은 컬럼과 검출기에 도달하는 매트릭스를 감소시키는 추가적인 이점을 가지며 유지보수 빈도를 감소시킬 수 있습니다.

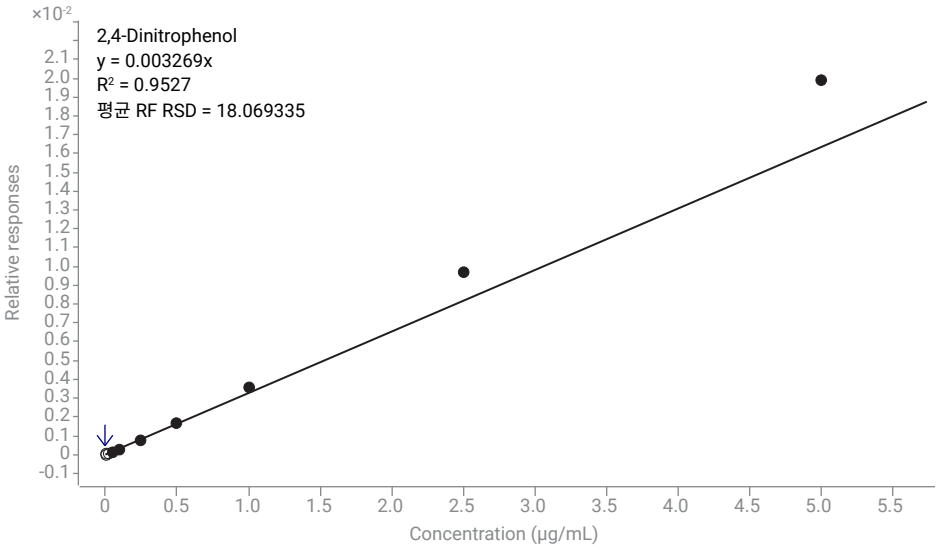

그림 5. 까다로운 분석물질 2,4-dinitrophenol 0.05~5µg/mL에 대한 평균 RF 검량선. 평균 RF RSD = 18.07. 검량 포인트 1, 2, 3, 11은 제외됩니다.

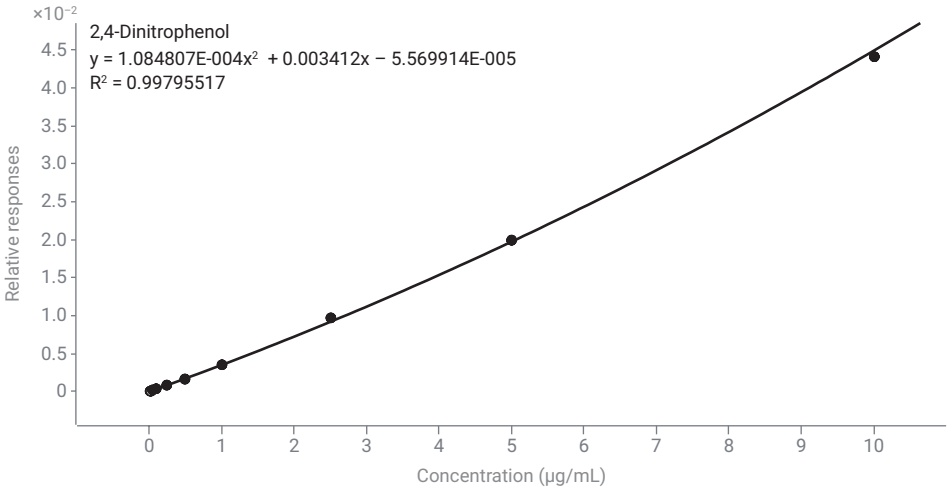

그림 6. 2차 곡선 피팅이 0.05~5µg/mL인 2,4-dinitrophenol에 대한 대체 검량선. R^2 = 0.9979. 검량 포인트 1, 2, 3, 11은 제외됩니다.

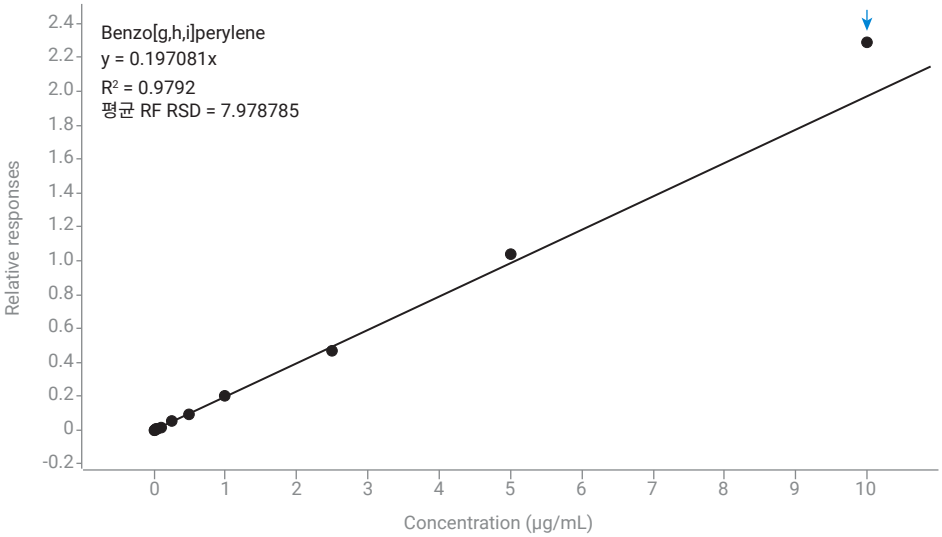

그림 7. benzo[g,h,i]perylene 0.005~10µg/mL에 대한 평균 RF 검량선. 평균 RF RSD = 7.98.

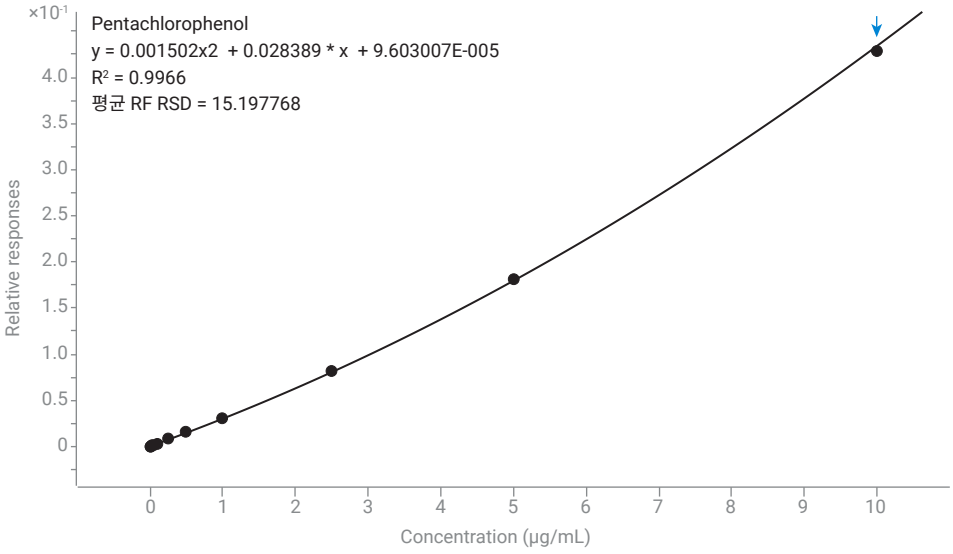

그림 8. pentachlorophenol 0.01~10µg/mL에 대한 검량선. R^2 = 0.9966. 검량 포인트 1은 제외됩니다.

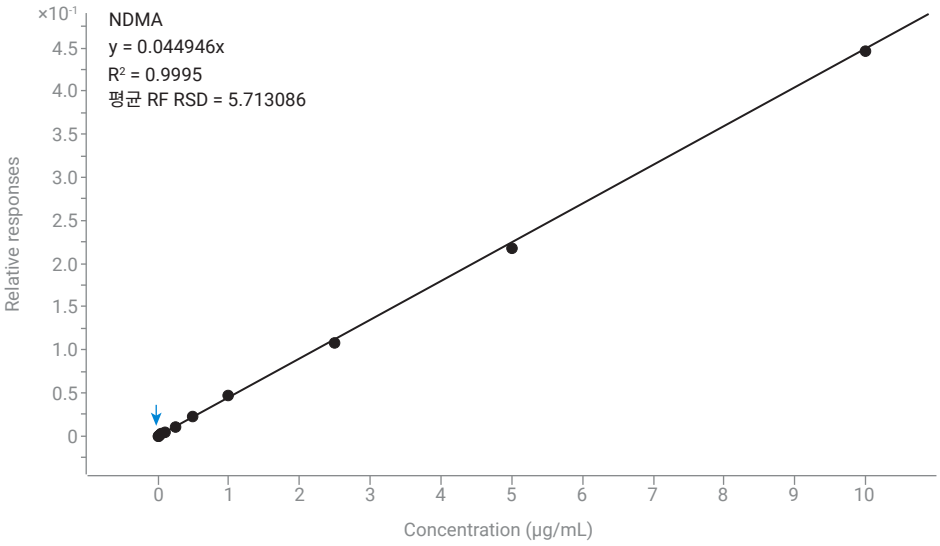

그림 9. NDMA에 대한 검량선. 0.01~10µg/mL. 평균 RF RSD = 5.71. 검량 포인트 1은 제외됩니다.

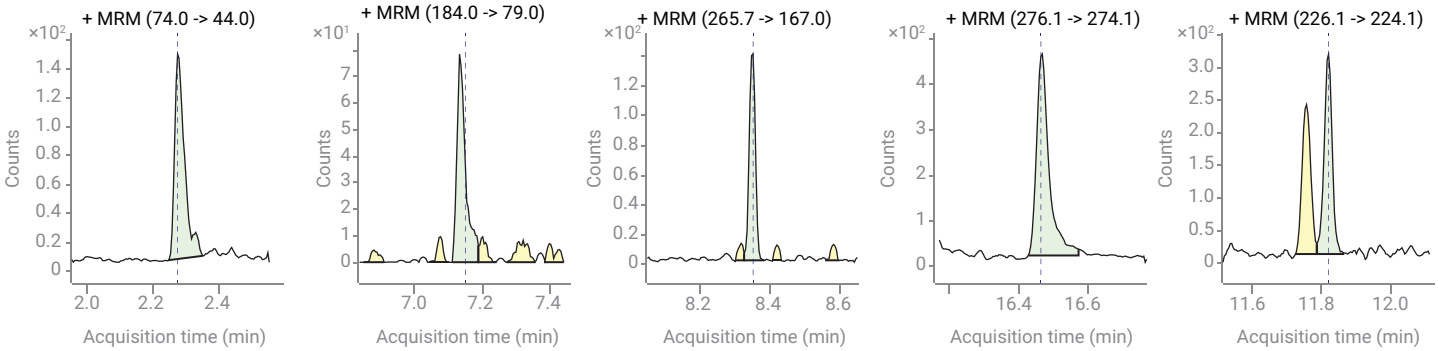

그림 10. NDMA 0.01µg/mL, 2,4-dinitrophenol 0.05µg/mL, PCP 0.01µg/mL, benzo[g,h,i]perylene 0.005µg/mL, chrysene 0.005µg/mL.

결론

확장된 측정 범위를 입증하는 SVOC의 고감도의 분석 방법이 개발되었습니다. 많은 분석물질이 0.005~10µg/mL의 세 자릿수 이상의 넓은 작업 검량 범위를 갖는 것으로 나타났습니다. 수집된 데이터는 EPA 8270E에 서술된 품질 기준으로 평가되었습니다.

GC/TQ는 SVOC 분석에서 SQ GC/MSD 시스템에 비해 다음과 같은 상당한 이점을 제공합니다:

- 높은 선택성으로 매트릭스 간섭을 제거하여 데이터의 복잡성을 줄임으로써 배치 검토가 더 빨라집니다
- 감도가 높아지면 시료 크기가 줄어들고 추출 부피가 작아질 수 있어 다음과 같은 이점이 있습니다
  - 지속 가능성을 향상시키는 동시에 폐기물 감소
  - 시료, 용매 사용량 및 폐기물 처리와 관련된 비용 절감
- 다이나믹 MRM 모드는 일반적으로 각 MS 스캔 동안 개별 MRM 전이의 수를 줄입니다. 이를 통해 기기 성능이 향상되고 분석물질을 분석법에서 쉽게 추가하거나 제거할 수 있습니다
- 제조업체가 권장한 튠 프로토콜은 GC/TQ에서 튜닝 검증을 단순화합니다

결과를 개선할 수 있는 GC/MS를 이용한 SVOC 분석의 주요 기술은 다음과 같습니다.

- 머무름 시간 고정은 다음과 같은 컬럼 트리밍 후에도 정확한 머무름 시간 정확도를 보장합니다
  - 유지보수 후 머무름 시간을 수동으로 조정할 필요가 없음
  - 여러 기기 및 여러 실험실에서 데이터 교환 가능
- 펄스 분할 주입은 넓은 측정 범위를 유지하면서 표준 분할 주입 이상으로 감도를 향상시킬 수 있습니다
- 9mm extractor 렌즈는 모든 화합물에 대해 뛰어난 직선성을 제공하는 동시에 많은 어려운 분석물질에 대해 뛰어난 감도를 제공합니다

참고 문헌

1. Churley, M. *et al.* A Fast Method for EPA 8270 in MRM Mode Using the 7000 Series Triple Quadrupole GC/MS. *Agilent Technologies application note*, publication number 5991-0694EN, **2019**.
2. M. Churley, *et al,* EPA 8270 Re-Optimized for Widest Calibration Range on the 5977 Inert Plus GC/MSD. *Agilent Technologies application note*, publication number 5994-0349EN, **2018**.
3. Anderson, Kim A. *et al.* Modified ion source triple quadrupole mass spectrometer gas chromatograph for polycyclic aromatic hydrocarbon analyses. *J. Chromatog. A* **2015**, *1419*, 89–98. doi:10.1016/j.chroma.2015.09.054
4. Stone, P. *et al.* New Dynamic MRM Mode Improves Data Quality and Triple Quad Quantification in Complex Analyses. *Agilent Technologies technical overview*, publication number 5990-3595, **2009**.
5. Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS); Method 8270E Sections 1.4.7, 11.3.1.2, and 11.6.1.4; United Stated Environmental Protection Agency, Revision 4, June **2018**.

면책고지

데이터의 검토를 위해 EPA 문서를 참조하지만, 본 간행물의 내용은 EPA 검토의 대상이 아니며 저자의 의견은 EPA 정책을 반영하지 않습니다.

부록

검량된 화합물 및 전이 목록은 다음 표에 나와있습니다.

화합물 명칭	CAS 번호	머무름 시간(분)	전구 이온	생성 이온	왼쪽 RT 델타	오른쪽 RT 델타	CE
NDMA	62-75-9	2.25	74	44	0.3	0.3	6
NDMA	62-75-9	2.25	74	42	0.3	0.3	14
Pyridine	110-86-1	2.4	79	52	0.3	0.5	25
Pyridine	110-86-1	2.4	79	51	0.3	0.5	25
Phenol	108-95-2	3.92	94	66.1	0.3	0.3	15
Phenol	108-95-2	3.92	94	65.1	0.3	0.3	20
Aniline	62-53-3	3.96	93	66	0.3	0.3	10
Aniline	62-53-3	3.96	92	65	0.3	0.3	10
bis(2-Chloroethyl)ether	111-44-4	4.01	95.1	65	0.3	0.3	5
bis(2-Chloroethyl)ether	111-44-4	4.01	93.1	63	0.3	0.3	0
2-Chlorophenol	95-57-8	4.06	128	64	0.3	0.3	30
2-Chlorophenol	95-57-8	4.06	128	63	0.3	0.3	15
1,3-Dichlorobenzene	541-73-1	4.2	146	111	0.3	0.3	15
1,3-Dichlorobenzene	541-73-1	4.2	146	75	0.3	0.3	30
1,4-Dichlorobenzene-d4	3855-82-1	4.25	150	115	0.2	0.2	15
1,4-Dichlorobenzene-d4	3855-82-1	4.25	150	78	0.2	0.2	30
1,4-Dichlorobenzene	106-46-7	4.27	146	111	0.3	0.3	15
1,4-Dichlorobenzene	106-46-7	4.27	146	75	0.3	0.3	30
Benzyl alcohol	100-51-6	4.35	108	79	0.3	0.3	15
Benzyl alcohol	100-51-6	4.35	107	79	0.3	0.3	5
1,2-Dichlorobenzene	95-50-1	4.39	146	111	0.3	0.3	15
1,2-Dichlorobenzene	95-50-1	4.39	146	75	0.3	0.3	30
2-Methylphenol	95-48-7	4.44	108	107	0.3	0.3	15
2-Methylphenol	95-48-7	4.44	107	77	0.3	0.3	15
2,2'-oxybis[1-chloropropane]	108-60-1	4.47	121	77	0.3	0.3	5
2,2'-oxybis[1-chloropropane]	108-60-1	4.47	121	49	0.3	0.3	30
3+4-Methylphenol	108-39-4	4.57	108	107.1	0.3	0.3	15
3+4-Methylphenol	108-39-4	4.57	108	80	0.3	0.3	0
N-Nitrosodi-*n*-propylamine	621-64-7	4.58	113.1	71	0.3	0.3	10
N-Nitrosodi-*n*-propylamine	621-64-7	4.58	101	70	0.3	0.3	0
Hexachloroethane	67-72-1	4.69	200.9	165.9	0.3	0.3	15
Hexachloroethane	67-72-1	4.69	118.9	83.9	0.3	0.3	35
Nitrobenzene	98-95-3	4.74	123	77	0.3	0.3	10
Nitrobenzene	98-95-3	4.74	77	51	0.3	0.3	15
Isophorone	78-59-1	4.96	138	82	0.3	0.3	5
Isophorone	78-59-1	4.96	82	54	0.3	0.3	5
2-Nitrophenol	88-75-5	5.03	138.9	81	0.3	0.3	15
2-Nitrophenol	88-75-5	5.03	109	81	0.3	0.3	10
2,4-Dimethylphenol	105-67-9	5.06	121	107	0.3	0.3	10
2,4-Dimethylphenol	105-67-9	5.06	107.1	77.1	0.3	0.3	15
bis(2-Chloroethoxy)methane	111-91-1	5.15	95	65	0.3	0.3	5
bis(2-Chloroethoxy)methane	111-91-1	5.15	93	63	0.3	0.3	5
2,4-Dichlorophenol	120-83-2	5.25	163.9	63	0.3	0.3	30

화합물 명칭	CAS 번호	머무름 시간(분)	전구 이온	생성 이온	왼쪽 RT 델타	오른쪽 RT 델타	CE
2,4-Dichlorophenol	120-83-2	5.25	162	63	0.3	0.3	30
1,2,4-Trichlorobenzene	120-82-1	5.34	179.9	145	0.3	0.3	15
1,2,4-Trichlorobenzene	120-82-1	5.34	179.9	109	0.3	0.3	30
Naphthalene-d8	1146-65-2	5.39	136.1	108.1	0.2	0.2	20
Naphthalene-d8	1146-65-2	5.39	136.1	84.1	0.2	0.2	25
Naphthalene	91-20-3	5.41	128.1	102.1	0.3	0.3	20
Naphthalene	91-20-3	5.41	128.1	78.1	0.3	0.3	20
4-Chloroaniline	106-47-8	5.46	127	92	0.3	0.3	15
4-Chloroaniline	106-47-8	5.46	127	65	0.3	0.3	20
Hexachloro-1,3-butadiene	87-68-3	5.53	226.8	191.9	0.3	0.3	15
Hexachloro-1,3-butadiene	87-68-3	5.53	224.7	189.9	0.3	0.3	15
4-chloro-3-methylphenol	59-50-7	5.91	142	107	0.3	0.3	15
4-chloro-3-methylphenol	59-50-7	5.91	107	77	0.3	0.3	15
2-Methylnaphthalene	91-57-6	6.07	142	141	0.3	0.3	15
2-Methylnaphthalene	91-57-6	6.07	141	114.9	0.3	0.3	15
1-Methylnaphthalene	90-12-0	6.16	142	114.9	0.3	0.3	30
1-Methylnaphthalene	90-12-0	6.16	114.9	89	0.3	0.3	20
Hexachlorocyclopentadiene	77-47-4	6.22	236.7	143	0.3	0.3	20
Hexachlorocyclopentadiene	77-47-4	6.22	236.7	119	0.3	0.3	20
2,4,6-Trichlorophenol	88-06-2	6.34	197.8	97	0.3	0.3	25
2,4,6-Trichlorophenol	88-06-2	6.34	195.8	97	0.3	0.3	25
2,4,5-Trichlorophenol	95-95-4	6.37	197.8	97	0.3	0.3	30
2,4,5-Trichlorophenol	95-95-4	6.37	195.8	97	0.3	0.3	25
2-Chloronaphthalene	91-58-7	6.54	162	126.9	0.3	0.3	20
2-Chloronaphthalene	91-58-7	6.54	162	77	0.3	0.3	35
2-Nitroaniline	88-74-4	6.63	138	92	0.3	0.3	15
2-Nitroaniline	88-74-4	6.63	138	65	0.3	0.3	25
1,4-Dinitrobenzene	100-25-4	6.77	168	75	0.2	0.2	20
1,4-Dinitrobenzene	100-25-4	6.77	122	92	0.2	0.2	5
Dimethyl phthalate	131-11-3	6.82	163	92	0.3	0.3	30
Dimethyl phthalate	131-11-3	6.82	163	77	0.3	0.3	20
1,3-Dinitrobenzene	99-65-0	6.84	168	75	0.3	0.3	20
1,3-Dinitrobenzene	99-65-0	6.84	122	92	0.3	0.3	5
2,6-Dinitrotoluene	606-20-2	6.87	165	90.1	0.3	0.3	15
2,6-Dinitrotoluene	606-20-2	6.87	165	63	0.3	0.3	25
Acenaphthylene	208-96-8	6.94	151.9	102	0.3	0.3	30
Acenaphthylene	208-96-8	6.94	150.9	77	0.3	0.3	25
1,2-Dinitrobenzene	528-29-0	6.95	168	78	0.3	0.3	5
1,2-Dinitrobenzene	528-29-0	6.95	168	63	0.3	0.3	35
3-Nitroaniline	99-09-2	7.03	138	92	0.3	0.3	15
3-Nitroaniline	99-09-2	7.03	138	80	0.3	0.3	5
Acenaphthene-d10	15067-26-2	7.08	164.1	162.1	0.5	0.5	15
Acenaphthene-d10	15067-26-2	7.08	162.1	160.1	0.5	0.5	20
Acenaphthene	83-32-9	7.11	153.9	127	0.3	0.3	40
Acenaphthene	83-32-9	7.11	152.9	77	0.3	0.3	45
2,4-Dinitrophenol	51-28-5	7.14	184	107	0.3	0.3	25
2,4-Dinitrophenol	51-28-5	7.14	184	79	0.3	0.3	25

화합물 명칭	CAS 번호	머무름 시간(분)	전구 이온	생성 이온	왼쪽 RT 델타	오른쪽 RT 델타	CE
4-Nitrophenol	100-02-7	7.19	138.9	109	0.3	0.3	5
4-Nitrophenol	100-02-7	7.19	109	81	0.3	0.3	10
2,4-Dinitrotoluene	121-14-2	7.27	165	119	0.3	0.3	5
2,4-Dinitrotoluene	121-14-2	7.27	165	63	0.3	0.3	45
Dibenzofuran	132-64-9	7.29	167.9	139.1	0.3	0.3	25
Dibenzofuran	132-64-9	7.29	138.9	63	0.3	0.3	35
2,3,5,6-Tetrachlorophenol	935-95-5	7.36	232	167.9	0.2	0.2	15
2,3,5,6-Tetrachlorophenol	935-95-5	7.36	230	165.9	0.2	0.2	15
2,3,4,6-Tetrachlorophenol	58-90-2	7.4	231.9	167.9	0.3	0.3	15
2,3,4,6-Tetrachlorophenol	58-90-2	7.4	230	165.9	0.3	0.3	15
Diethyl phthalate	84-66-2	7.51	149	93	0.3	0.3	15
Diethyl phthalate	84-66-2	7.51	149	65	0.3	0.3	20
4-Chlorodiphenyl ether	7005-72-3	7.62	204	77	0.3	0.3	30
4-Chlorodiphenyl ether	7005-72-3	7.62	141.1	115.1	0.3	0.3	20
Fluorene	86-73-7	7.62	166	165.1	0.3	0.3	15
Fluorene	86-73-7	7.62	164.9	163.1	0.3	0.3	35
4-Nitroaniline	100-01-6	7.64	138	108.1	0.3	0.3	5
4-Nitroaniline	100-01-6	7.64	108	80	0.3	0.3	15
4,6-dinitro-*o*-cresol	534-52-1	7.66	198	167.9	0.3	0.3	5
4,6-dinitro-*o*-cresol	534-52-1	7.66	198	121	0.3	0.3	10
Diphenylamine	122-39-4	7.75	170	169.2	0.3	0.3	15
Diphenylamine	122-39-4	7.75	167	166.2	0.3	0.3	20
Azobenzene	103-33-3	7.79	105	77.1	0.3	0.3	5
Azobenzene	103-33-3	7.79	77	51	0.3	0.3	15
4-bromophenyl phenyl ether	101-55-3	8.1	250	141	0.3	0.3	20
4-bromophenyl phenyl ether	101-55-3	8.1	248	141	0.3	0.3	20
Hexachlorobenzene	118-74-1	8.16	283.7	213.8	0.3	0.3	30
Hexachlorobenzene	118-74-1	8.16	248.7	214	0.3	0.3	15
Pentachlorophenol	87-86-5	8.35	265.7	167	0.3	0.3	25
Pentachlorophenol	87-86-5	8.35	165	130	0.3	0.3	25
Phenanthrene-d10	1517-22-2	8.54	188.3	160.2	0.2	0.2	20
Phenanthrene-d10	1517-22-2	8.54	188.3	158.2	0.2	0.2	35
Phenanthrene	85-01-8	8.57	177.9	152	0.3	0.3	25
Phenanthrene	85-01-8	8.57	175.9	149.9	0.3	0.3	25
Anthracene	120-12-7	8.62	178.1	151	0.3	0.3	30
Anthracene	120-12-7	8.62	177.9	152	0.3	0.3	25
Carbazole	86-74-8	8.77	167	139	0.3	0.3	45
Carbazole	86-74-8	8.77	167	89	0.3	0.3	60
Di-*n*-butyl phthalate	84-74-2	9.13	149	121	0.3	0.3	15
Di-*n*-butyl phthalate	84-74-2	9.13	149	65	0.3	0.3	25
Fluoranthene	206-44-0	9.76	201.9	151.9	0.3	0.3	30
Fluoranthene	206-44-0	9.76	200.9	199.9	0.3	0.3	15
Pyrene	129-00-0	10.02	202.1	151	0.3	0.3	45
Pyrene	129-00-0	10.02	201.1	200	0.3	0.3	15
Butyl benzyl phthalate	85-68-7	10.9	149	65	0.3	0.3	25
Butyl benzyl phthalate	85-68-7	10.9	91	65	0.3	0.3	15

화합물 명칭	CAS 번호	머무름 시간(분)	전구 이온	생성 이온	왼쪽 RT 델타	오른쪽 RT 델타	CE
Benz[a]anthracene	56-55-3	11.75	228.1	226.1	0.3	0.3	30
Benz[a]anthracene	56-55-3	11.75	226.1	224.1	0.3	0.3	35
Chrysene-d12	1719-03-5	11.77	240.2	236.2	0.3	0.3	35
Chrysene-d12	1719-03-5	11.77	236.1	232.1	0.3	0.3	40
Chrysene	218-01-9	11.81	226.1	224.1	0.3	0.3	40
Chrysene	218-01-9	11.81	113.1	112.1	0.3	0.3	10
Bis(2-ethylhexyl) phthalate	117-81-7	11.9	167	149	0.3	0.3	5
Bis(2-ethylhexyl) phthalate	117-81-7	11.9	149	65	0.3	0.3	25
Di-*n*-octyl phthalate	117-84-0	13.29	149	93	0.3	0.3	20
Di-*n*-octyl phthalate	117-84-0	13.29	149	65	0.3	0.3	25
Benzo[b]fluoranthene	205-99-2	13.88	252.1	250.1	0.3	0.3	35
Benzo[b]fluoranthene	205-99-2	13.88	126	113.1	0.3	0.3	10
Benzo[k]fluoranthene	207-08-9	13.93	252.1	250.1	0.3	0.3	30
Benzo[k]fluoranthene	207-08-9	13.93	126.1	113.1	0.3	0.3	10
Benzo[a]pyrene	50-32-8	14.42	252.1	250.1	0.3	0.3	35
Benzo[a]pyrene	50-32-8	14.42	125	124.1	0.3	0.3	10
Perylene-d12	1520-96-3	14.5	264.2	260.1	0.3	0.3	35
Perylene-d12	1520-96-3	14.5	260.1	256.1	0.3	0.3	40
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	193-39-5	16.05	276.1	274.1	0.3	0.3	40
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	193-39-5	16.05	137	136	0.3	0.3	15
Dibenz[a,h]anthracene	53-70-3	16.1	278.1	276.1	0.3	0.3	35
Dibenz[a,h]anthracene	53-70-3	16.1	125	124	0.3	0.3	10
Benzo[g,h,i]perylene	191-24-2	16.47	276.1	274.1	0.3	0.3	45
Benzo[g,h,i]perylene	191-24-2	16.47	138	137	0.3	0.3	15

소모품	제품 번호
시료 용기	
Vials, screw top, amber, deactivated, 2mL, 100/pk	5183-2072
Cap, screw, PTFE/silicone septa, 100/pk	5040-4681
Vial inserts, 250µL, deactivated, 100/pk	5181-8872
기기 소모품	
Syringe, Blue Line, 10µL, fixed needle, 23-26s/42/cone, 6/pk	G4513-80200
Inlet septa, Advanced Green, nonstick, 11mm, 50/pk	5183-4759
Inlet liner, Ultra Inert, split, low pressure drop, glass wool	5190-2295
GC inlet seal, gold plated, with washer, Ultra Inert, 10/pk	5190-6145
Lens, extraction, 9mm	G3870-20449
분리	
J&W DB-8270D Ultra Inert GC column, 30m × 0.25mm, 0.25µm	122-9732

www.agilent.com

DE50589665

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2022
2022년 9월 20일 한국에서 인쇄
5994-4964KO

한국애질런트테크놀로지스㈜
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

Agilent
Trusted Answers