응용 자료

환경

가스 크로마토그래피/질량 분석으로 수소 운반 가스 및 Agilent HydroInert 소스를 사용해 준휘발성 유기 화합물 분석

작성자

Angela Smith Henry, PhD
Agilent Technologies, Inc.

개요

가스 크로마토그래피/질량 분석(GC/MS)은 환경 매트릭스의 준 휘발성 유기화합물(SVOC)을 분석하는 데 중요한 역할을 합니다. 최근의 헬륨(He) 공급 부족은 각 조직들이 수소(H_2) 운반 가스에 대해 적극적으로 연구하도록 유도하였으나, 대부분의 GC/MS 분석은 감도 저하 및 소스 내 수소화 또는 탈염화 현상을 보였습니다. Agilent HydroInert 소스는 넓은 검량 범위를 분석할 수 있는 성능을 유지하며(0.1~100µg/mL), 미국 환경보호청(EPA) 분석법 8270에서 규정한 H_2 운반 가스 사용 시 검량 기준을 충족합니다.

서론

GC/MS는 SVOC 분석 시 선택성이 뛰어난 분석 기술로 여겨집니다. 정부의 규제 기관들은 SVOC를 환경 및 산업 매트릭스 내 오염물로 규정하고 측정하는 분석법 성능 기준을 수립하였습니다. 예를 들어 U.S. EPA 분석법 8270(versions 8270D 및 8270E)에는 고형 폐기물, 토양, 공기, 물 추출물의 GC/MS 분석 대상이 되는 200개 이상의 화합물 목록이 포함되어 있습니다[1,2]. 분석법 8270은 산성, 염기성, 중성 화합물 등 다양한 종류로 분류된 SVOC 및 다환방향족 탄화수소(PAH)를 지정하고 있습니다. 이 분석법에서는 또한 SVOC의 정량 분석을 위한 상세한 사양 및 요건도 규정해 놓았습니다.

헬륨(He)의 가용성은 지난 몇 년간 우려를 불러일으킨 문제였으나, 수소(H_2)와 같은 대체 운반 가스로의 전환은 최근에야 획기적으로 증가하였습니다. 그러나 기존 MS 시스템에서는 니트로 화합물과 같은 일부 작용기와 관련해 수소화의 문제가 발생하거나, 고염소화합물에서 탈염화가 진행되는 문제가 있습니다. 이러한 문제는 총 이온 크로마토그램(TIC)의 질량 스펙트럼을 변질시켜 잠재적으로 화합물 식별 결과에 오류를 일으킬 수 있습니다. 새롭게 설계된 Agilent 5977B Inert Plus GC/MSD용 Extractor 소스는 이러한 H_2 관련 문제를 해결해주며, GC/MS에서 H_2 운반 가스의 성능을 향상시키는 데 도움을 줍니다. H_2 운반 가스를 사용하는 HydroInert 소스는 질량 스펙트럼 정확도를 유지하면서, 사용자가 기존의 He 기반 질량 스펙트럼 라이브러리 및 정량 분석법을 그대로 사용할 수 있도록 합니다.

이 응용 자료는 H_2 운반 가스를 사용하면서 동시에 니트로기나 할로겐과 같은 중요 작용기를 유지시키는 HydroInert 소스의 성능에 대해 보여줍니다. 질량 스펙트럼 정확도의 유지는 GC/MS 시스템에서 H_2 운반 가스를 사용할 수 있게 된 중대한 발전 사항이었으며, 이는 특히 EPA 분석법 8270과 같은 환경 분석에서 더욱 그렇습니다. 또한 He 운반 가스 분석법과 비슷한 감도를 유지하는 EPA 8270 분석법이 개발되었으며, 이를 통해 0.1~100µg/mL에서 대부분의 화합물을 검량할 수 있었으며, 20% 미만의 화합물에서만 선형 곡선 피팅이 필요합니다.

실험

산성, 염기성, 중성 화합물을 대표하는 물질 및 Nitrophenol부터 PAH에 이르는 여러 화합물 종류를 고루 포함시키기 위해, 119개의 표적 화합물과 대체 표준물질을 포함한 원액 표준물질을 선정했습니다. 표적 분석물질의 9개 원액 표준물질 농도는 2,000µg/mL였으며, 이 원액 표준물질의 제품 번호는 다음과 같습니다. SVM-160, SVM-121, SVM-122, SVM-123, SVM-124, SVM-125, SVM-126-1, SVM-127, US-211. 피리딘은 순수 표준물질로부터 희석되어 1,000µg/mL 농도의 작업용 표준물질로 만들었습니다. 대체 표준물질(제품 번호 ISM-332)에는 6개의 화합물이 2,000µg/mL의 농도로 포함되어 있으며, 이는 표 1에 기재되어 있습니다. 회수 및 검량에는 6개 중수소화처리된 PAH(제품 번호 ISM-560)의 내부 표준물질 혼합물을 사용하였습니다. 원액 표준물질을 dichloromethane으로 희석하여 200µg/mL의 작업 표준물질을 제조하였습니다. 작업 표준물질은 그 후 표적 성분과 대체물의 검량 표준물질로 사용하기 위해 다음과 같은 농도로 희석하였습니다. 0.1, 0.2, 0.5, 0.8, 1, 2, 5, 10, 20, 35, 50, 75, 100µg/mL. 그런 다음 각 검량 표준물질에 40µg/mL의 내부 표준물질을 첨가했습니다. 연구에 사용된 화합물은 표 1과 같습니다. 표 1의 화합물 번호는 표적 및 대체 표준물질 머무름 순서에 근거하여 부여하였고, 표 마지막에는 머무름 순서대로 내부 표준물질을 나열하였습니다.

benzidine, pentachlorophenol, 4,4'- dichlorodiphenyltrichloroethane (4,4'-DDT), decafluorotriphenylphosphine (DFTPP)을 포함하고 있는 튜닝 표준물질(제품 번호 GCM-150)을 25µg/mL로 희석하여 MS 검량 및 튜닝 설정을 얻는 데 사용하였습니다.

dichloromethane으로 EPA 분석법 8270 분석용 토양 혼합물을 추출했습니다. 이 혼합물은 Pace Analytical(Mt. Juliet, TN)에서 얻은 것으로, 실험실이 일반적으로 처리하게 되는 매트릭스 잔류물을 대표합니다.

표 1. 표적, 대체 및 내부 표준물질.

번호	화합물	번호	화합물	번호	화합물
1	N-Nitrosodimethylamine	43	4-Chloro-3-methylphenol	85	Pentachlorophenol
2	Pyridine	44	2-Methylnaphthalene	86	Pentachloronitrobenzene
3	2-picoline	45	Hexachlorocyclopentadiene	87	Propyzamide
4	N-Nitroso-N-methylethylamine	46	1,2,4,5-Tetrachlorobenzene	88	Dinoseb
5	Methyl methanesulfonate	47	2,4,6-Trichlorophenol	89	Disulfoton
6	2-Fluorophenol	48	2,4,5-Trichlorophenol	90	Phenanthrene
7	N-Nitrosodiethylamine	49	2-Fluorobiphenyl (대체)	91	Anthracene
8	Ethyl methanesulfonate	50	2-Chloronaphthalene	92	Methyl parathion
9	Phenol-d_6 (대체)	51	1-Chloronaphthalene	93	Dibutyl phthalate
10	Phenol	52	2-Nitroaniline	94	Parathion
11	Aniline	53	Dimethyl phthalate	95	4-Nitroquinoline-1-oxide
12	Bis(2-chloroethyl) ether	54	2,6-Dinitrotoluene	96	Fluoranthene
13	2-Chlorophenol	55	Acenaphthylene	97	Benzidine
14	1,3-Dichlorobenzene	56	*m*-Nitroaniline	98	Pyrene
15	1,4-Dichlorobenzene	57	Acenaphthene	99	Aramite
16	Benzyl alcohol	58	2,4-Dinitrophenol	100	*p*-Terphenyl-d_{14} (대체)
17	1,2-Dichlorobenzene	59	4-Nitrophenol	101	Aramite II
18	2-Methylphenol (o-cresol)	60	Pentachlorobenzene	102	*p*-(Dimethylamino)azobenzene
19	Bis(2-chloro-1-methylethyl) ether	61	2,4-Dinitrotoluene	103	Chlorobenzilate
20	1-Nitrosopyrrolidine	62	Dibenzofuran	104	3,3'-Dimethylbenzidine
21	*p*-Cresol	63	1-Naphthalenamine	105	Benzyl butyl phthalate
22	N-Nitrosodi-*n*-propylamine	64	2,3,4,6-Tetrachlorophenol	106	3,3'-Dichlorobenzidine
23	Acetophenone	65	2-Naphthalenamine	107	Benz[a]anthracene
24	4-Nitrosomorpholine	66	Diethyl phthalate	108	Chrysene
25	*o*-Toluidine	67	Thionazin	109	Bis(2-ethylhexyl) phthalate
26	Hexachloroethane	68	Fluorene	110	Di-*n*-octyl phthalate
27	Nitrobenzene-d_5 (대체)	69	4-Chlorophenyl phenyl ether	111	7,12-Dimethylbenz[a]anthracene
28	Nitrobenzene	70	5-Nitro-*o*-toluidine	112	Benzo[b]fluoranthene
29	N-Nitrosopiperidine	71	4-Nitroaniline	113	Benzo[kb]fluoranthene
30	Isophorone	72	2-Methyl, 4,6-dinitrophenol	114	Benzo[a]pyrene
31	2-Nitrophenol	73	Diphenylamine	115	3-Methylcholanthrene
32	2,4-Dimethylphenol	74	Azobenzene	116	Dibenz[a,j]acridine
33	Benzoic acid	75	2,4,6-Tribromophenol	117	Indeno(1,2,3-cd)pyrene
34	Bis(2-chloroethoxy)methane	76	Sulfotep	118	Dibenz[a,h]anthracene
35	2,4-Dichlorophenol	77	Diallate I	119	Benzo[ghi]perylene
36	1,2,4-Trichlorobenzene	78	Diallate II	120	1,4-Dichlorobenzene-d_4(내부 표준물질)
37	Naphthalene	79	Phorate	121	Naphthalene-d_8(내부 표준물질)
38	a,a-Dimethylphenethylamine	80	Phenacetin	122	Acenaphthalene-d_{10}(내부 표준물질)
39	*p*-Chloroaniline	81	4-Bromophenyl phenyl ether	123	Phenanthrene-d_{10}(내부 표준물질)
40	2,6-Dichlorophenol	82	Hexachlorobenzene	124	Chrysene-d_{12}(내부 표준물질)
41	Hexachlorobutadiene	83	Dimethoate	125	Perylene-d_{12}(내부 표준물질)
42	N-nitrosodibutylamine	84	4-Aminobiphenyl		

기기 분석법

Agilent 8890 GC 시스템은 Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert 컬럼(제품 번호 121-5523UI)을 장착하였으며, Agilent 5977B Inert Plus MS 시스템 및 Agilent HydroInert 소스와 연결되었습니다. 표 2에는 이 연구에 사용된 GC/MS 기기 및 소모품이 요약되어 있습니다. GC 및 MSD 분석법 파라미터(표 3)는 12분이 소요되는 분석법을 제공하고, 이성질체 쌍에 요구되는 분리능을 유지하고, 스캔 범위나 스캔 속도 등의 분석법 파라미터에서 EPA 분석법 8270 가이드라인을 준수하도록 최적화되었습니다.

기기

표 2. GC와 MSD 기기 및 소모품.

파라미터	값
GC	Agilent 8890 GC 시스템
MS	Agilent 5977B Inert Plus GC/MSD
소스	Agilent HydroInert 소스 및 9 mm HydroInert Extraction 렌즈
시린지	Agilent Blue Line autosampler syringe, 10µL, PTFE-tip plunger (품번 G4513-80203)
컬럼	Agilent DB-5ms Ultra Inert, 20m × 0.18mm, 0.36µm (품번 121-5523UI)
주입구 라이너	Agilent Ultra Inert inlet liner, split, low pressure drop, glass wool (품번 5190-2295)

기기 조건

표 3. GC 및 MSD 기기 조건.

파라미터	값
주입량	1µL
주입구	230°C 분할비 10:1
컬럼 온도 프로그램	40°C(0분 유지) 30°C/분의 속도로 320°C까지(2분 유지)
운반 가스 및 유속	H_2, 1.2mL/min 일정 유속
트랜스퍼 라인 온도	320°C
이온화원 온도	300°C
사중극자 온도	150°C
스캔	35~500*m/z*
튠	etune.u
게인 계수	0.5
임계값	0
A/D 시료	4

분석법 개발

GC/MS SQ 기기로 EPA 분석법 8270 분석을 수행할 때 운반 가스를 He에서 H_2로 전환하는 과정에는 여러 난제가 있었습니다. 전환이 가능하려면 감도 변화, 주입구 압력, 유속, 컬럼 용량 및 직경 간의 균형을 관리하면서 대부분의 화합물에서 0.1~100µg/mL의 검량 범위를 유지해야 합니다. 예를 들어 He 운반 가스를 사용하는 일반적인 EPA 분석법 8270 분석에서 30m × 0.25mm, 0.25µm DB-5ms Ultra Inert 컬럼을 사용하다가, 이를 H_2 운반 가스의 20m × 0.18mm, 0.18µm DB-5ms Ultra Inert 컬럼을 사용하는 것으로 전환한다면, 이 20m 컬럼은 30m 컬럼 용량의 ~33% 정도이므로 컬럼 과부하를 방지하려면 주입 파라미터를 변경해야 합니다. 그러나 20:1 분할 주입이 사용될 때, 감도 한계가 주입 농도 0.5µg/mL(컬럼에서 25ng/mL) 미만으로 떨어지는 문제가 관찰되었으며, etune.u 사용은 이 문제를 해결하지 못했습니다. 연구 대상이 된 또 다른 분석법에서는 30m × 0.25mm, 0.25µm DB-5ms Ultra Inert 컬럼과 펄스 비분할 주입, 1.5mL/min의 유속을 사용하였습니다. 이 방법에서는 대부분의 화합물에 대해 0.1µg/mL의 매우 낮은 농도까지 분석이 가능하였으나, ~75µg/mL를 넘어서는 영역에서는 심각하게 앞쪽으로 끌리는 피크가 나타났습니다. 이는 과부하를 의미하며, 선형 피팅의 증가도 야기하였습니다. 30m 컬럼 및 atune.u 튜닝과 함께 10:1의 펄스 분할 주입을 테스트하였으나, 대부분의 화합물이 0.1µg/mL에서 검출되지 않았습니다. 이 연구에서 언급되는 컬럼(20m × 0.18mm, 0.36µm DB-5ms Ultra Inert)에 대해서는, 다양한 주입 파라미터 및 atune과 etune 알고리즘이 모두 테스트되었습니다. 표 3에 최종으로 기재된 분석법 파라미터가 컬럼 용량, 감도, 0.1~100µg/mL 범위의 검량 결과 생성 능력 면에서 가장 좋은 균형을 보여주었습니다. Atune을 선호할 수 있으나, 대부분의 화합물 최저 수준의 농도가 0.2µg/mL에서 그치는 경향이 있었습니다.

결과 및 토의

질량 스펙트럼 정확도

H_2 운반 가스 사용 시의 가장 큰 문제는 니트로 화합물 및 할로겐화 정도가 높은 화합물의 질량 스펙트럼에 변화가 일어난다는 것입니다. H_2, 고온, 금속 표면 등의 조건에서 니트로기는 아민으로 수소화되며, 고 염소화합물은 탈염화됩니다. 이 모든 요인은 질량 분석에 반영됩니다., 다음은 HydroInert 소스와 니트로벤젠을 사용할 때 좋은 점의 예시입니다. 3mm Extraction 렌즈를 갖춘 Extractor 소스 실험에서, H_2를 운반 가스로 사용했으며 니트로벤젠은 혼합물 속 화합물 중 하나였습니다(제품 번호 SVM-122-1). 니트로벤젠의 수소화(분자량 (MW) 123*m/z*)는 아닐린을 형성하게 됩니다(MW 93*m/z*). Extractor 소스와 H_2 운반 가스에 대한 TIC 피크 아래의 질량 스펙트럼을 검토하자, 그림 1A의 질량 스펙트럼이 관찰되었습니다. 높은 존재비의 93*m/z* 및 낮은 존재비의 123*m/z*가 나타나 있으며, 이는 소스 내 니트로벤젠이 아닐린으로 전환되었음을 뜻합니다. 질량 스펙트럼이 니트로벤젠의 머무름 시간에서 관찰되었으며 이는 아닐린과 잘 분리되어 있기 때문에 이온화원 내에서 이러한 현상이 일어난 것으로 확인되었습니다. 이와 비교해 니트로벤젠을 포함한 동일 혼합물이 HydroInert 소스(9mm Extraction 렌즈 사용)에서 테스트되었을 때는 질량 스펙트럼(그림 1B)에서 123과 93*m/z*의 예상된 분포를 관찰했으며, 이는 니트로벤젠이 아닐린으로 전환되지 않고 소스에 그대로 남았음을 의미합니다. 이 비교는 그림 2A(Extractor 소스 전환)의 추출 이온 크로마토그램(EIC) 및 2B(HydroInert 소스 니트로벤젠 머무름)에서도 확인할 수 있습니다. HydroInert 소스를 사용했을 때는 향상된 123/93 비율이 관찰되었으며, Extractor 소스 EIC 오버레이는 93*m/z*로의 현저한 전환 및 눈에 띄는 테일링 현상을 나타내었습니다.

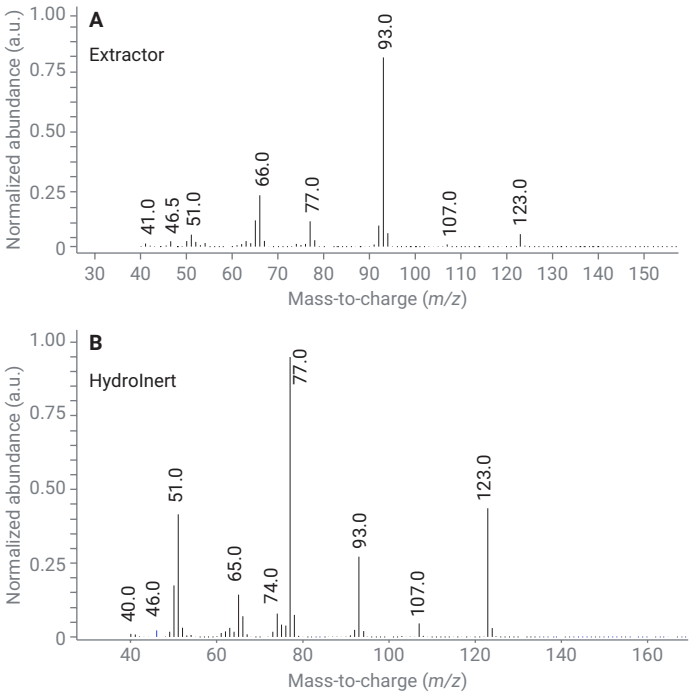

그림 1. (A) 및 (B) 조건에서 H_2 운반 가스를 사용하는 경우 니트로벤젠 머무름 시간에서 용리된 피크의 질량 스펙트럼, (A) Extractor 소스와 3mm Extraction 렌즈 사용, 아닐린에 대한 수소화와 존재비가 높은 93*m/z* 이온이 나타남 (B) Agilent HydroInert 소스 사용, 니트로벤젠에 대해 향상된 질량 스펙트럼이 나타남.

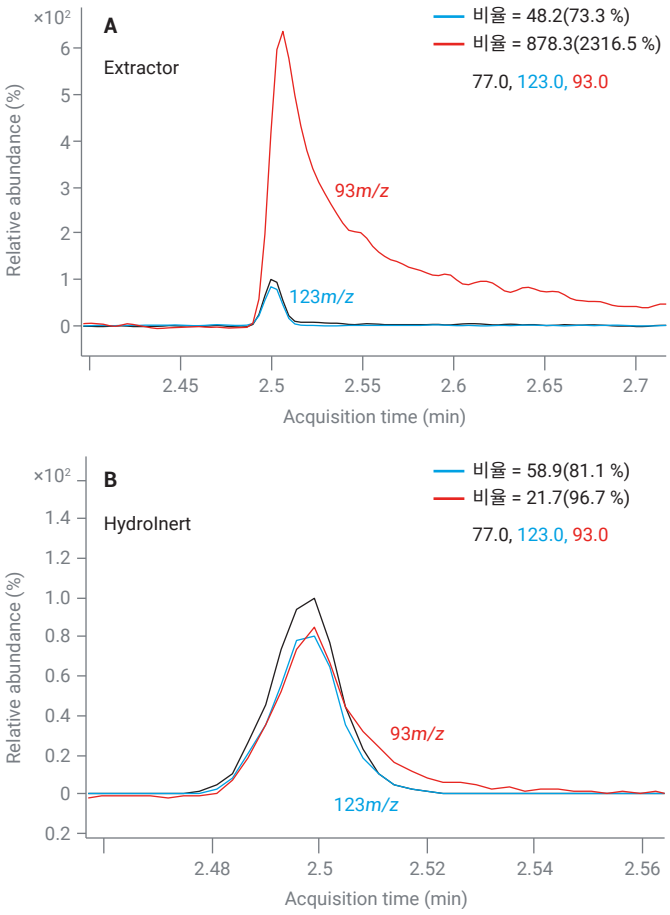

그림 2. (A) 및 (B) 조건에서 H_2 운반 가스를 사용하는 경우 니트로벤젠의 EIC, (A) Extractor 소스와 3mm Extraction 렌즈 사용, 아닐린에 대한 수소화와 존재비가 높은 93*m/z* 이온이 나타남 (B) Agilent HydroInert 소스, 123 대 93*m/z* 비율 개선이 나타남.

GC/MS 튜닝 혼합

EPA 분석법 8270의 중요 구성 요소는 DFTPP의 이온 비율과 관련된 튜닝 항목입니다. 이 분석법에서는 분할 주입의 균형을 잡기 위해 신호 10배 향상을 위한 etune 알고리즘을 사용했습니다. GC/MS SQ 시스템에서 HydroInert 소스 및 H_2 운반 가스를 테스트하기 위해 EPA 분석법 8270E 및 8270D의 표 3에 나온 DFTPP 이온 비율 기준이 사용되었습니다.[1,2] EPA 분석법 8270D에는 EPA 525 기준 표를 반영하는 EPA 8270E보다 더 많은 이온 비율 기준이 포함되어 있습니다. 표 4는 25µg/mL에서 DFTPP 이온 비율의 상대적 존재비, 분석법 기준, 측정된 상대적 존재비가 기준에 부합하는지 여부 등을 요약해 보여줍니다. 모든 측정된 상대적 존재비는 EPA 분석법 8270E와 8270D 이온 비율 기준을 통과했습니다.

표 4. DFTPP 이온, EPA 분석법 8270D 및 8270E[1,2]의 존재비 기준, 측정된 상대 존재비, 상대적 존재비의 통과/실패.

표적 질량(*m/z*)	이온 존재비 기준	측정된 상대 존재비	통과/실패
51	*198*m/z*의 10~80%	38.5%	통과
68	69*m/z*의 <2%	1.0%	통과
69	Present	36.5%	통과
70	69*m/z*의 <2%	0.4%	통과
127	*198*m/z*의 10~80%	54.4%	통과
197	198*m/z*의 <2%	0.0%	통과
198	기본 피크 또는 present *또는 442*m/z*의 >50%	51.6%	통과
199	198*m/z*의 5~9%	5.0%	통과
275	기본 피크의 10~60%	30.4%	통과
365	기본 피크의 >1%	4.9%	통과
441	443*m/z*의 <150% present, *그러나 442의 <24%	83.1%, *15.7%	통과
442	기본 피크 또는 present *또는 198*m/z*의 >50%	100%(기본 피크)	통과
443	442*m/z*의 15~24%	18.9%	통과

* EPA 분석법 8270E와 8270 요건 간의 차이를 나타냅니다.

어떤 운반 가스를 사용하는지와 무관하게 EPA 분석법 8270 수행을 위해서는 언제나 주입구와 컬럼의 청결도가 중요하며, 주입구 손상과 컬럼 상태 추적을 위해서는 DDT, pentachlorophenol, benzidine 등이 사용됩니다. DDT 분해의 증가는 주입구 유지보수 작업이 필요하다는 것을 나타내며, benzidine과 pentachlorophenol의 테일링 인자 증가는 컬럼 트리밍이나 변경이 필요하다는 것을 알려줍니다. 사용자는 H_2 운반 가스 사용 시 주입구 내 DDT와 같은 활성 화합물의 반응 증가에 대해 우려할 수 있습니다. 이에 대해서는 주입구 온도를 230~250°C로 낮추거나, 온도 프로그래밍이 가능한 주입구 사용을 권장합니다. 멀티모드 주입구는 온도를 320°C로 높이는 것이 가능한 동시에 PAH를 배출시키기 때문에 활성 화합물을 보호할 수 있습니다. 이 연구에서는 실험실에 존재하는 가장 일반적인 주입구인 분할/비분할 주입구를 230°C에서 사용하였습니다.

DDT 분해 및 화합물 테일링 인자를 위한 GC/MS 튜닝 혼합물 결과를 검토한 결과, DDT 분해(%)는 0.2%였으며, pentachlorophenol 테일링 인자는 1.2, benzidine 테일링 인자는 1.3이었습니다. 모든 값이 EPA 분석법 8270 기준인 <20%의 DDT 분해 및 <2.0의 테일링 인자를 충족하였습니다.

검량 기준

이 12분 분석법에 대한 초기 검량은 0.1~100µg/mL의 농도 범위에 걸쳐 13개 농도로 구성되었습니다. 그림 3은 표적 분석물질, 대체 표준물질, 내부 표준물질의 TIC입니다.

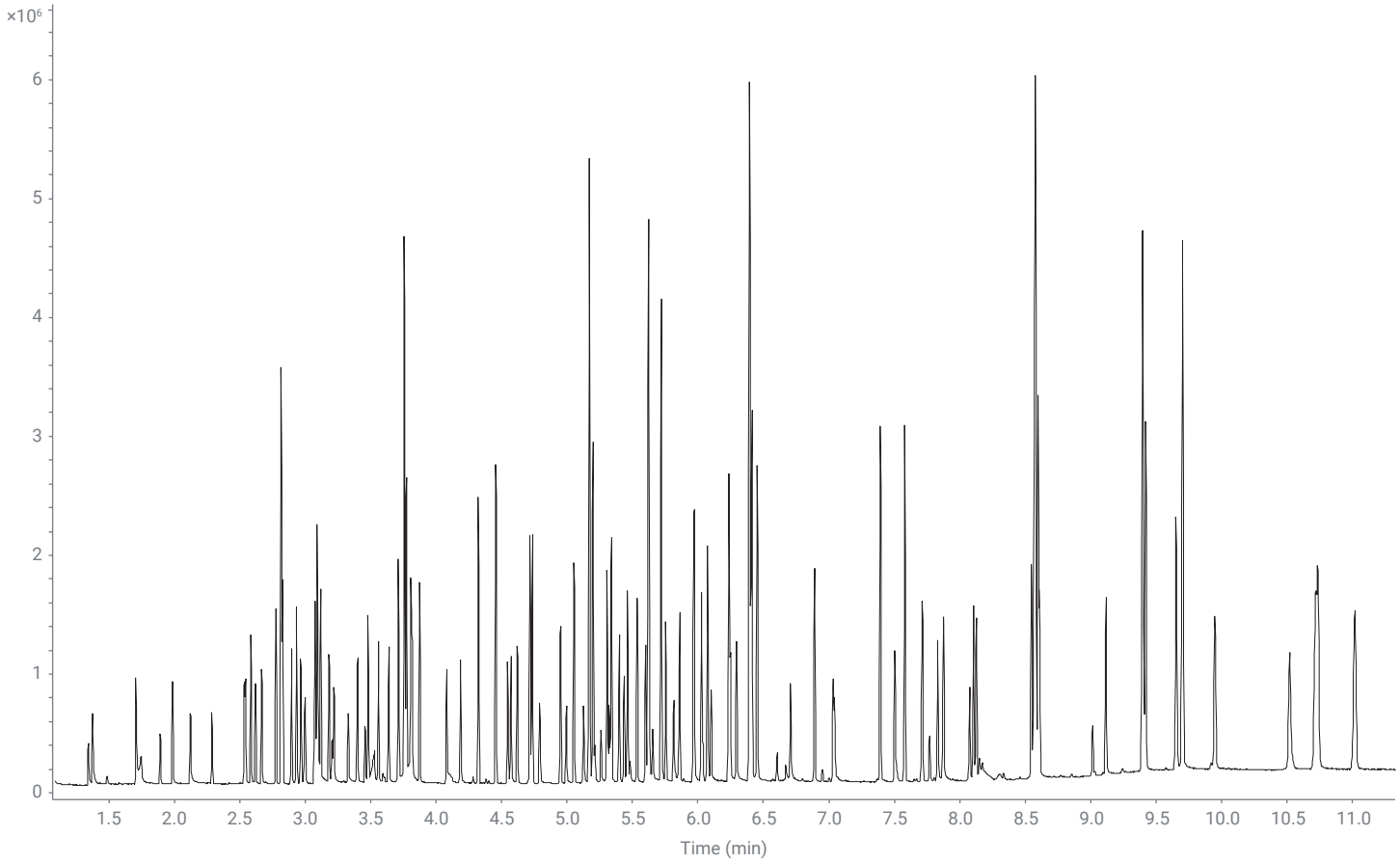

그림 3. H_2 운반 가스 및 Agilent HydroInert 소스를 사용해 분석한 20µg/mL의 검량 표준물질(119개 표적 분석물질 및 대체 표준물질 포함) 및 6개의 내부 표준물질에 대한 TIC.

중요 쌍 분리

보다 짧은 분석 시간 및 다양한 컬럼을 사용해 50%를 넘어서는 중요 쌍 분리를 확인하였습니다. phenanthrene과 anthracene(EIC 178*m/z*), benz[a]anthracene과 chrysene (EIC 228*m/z*), benzo(b)fluoranthene과 benzo(k)fluoranthene (EIC 252*m/z*). 중간 농도인 5µg/mL에서 모든 3가지 이성질체 쌍이 그림 4에 나타나 있습니다. phenanthrene 및 anthracene (그림 4A)에는 베이스라인 분리가 나타나있으며, benz[a] anthracene 및 chrysene(그림 4B)에는 베이스라인 분리가 거의 이루어져있고, benzo(b)fluoranthene 및 benzo(k)fluoranthene (그림 4C)에는 50%가 넘는 분리가 일어나 EPA 분석법 8270 기준을 충족합니다.

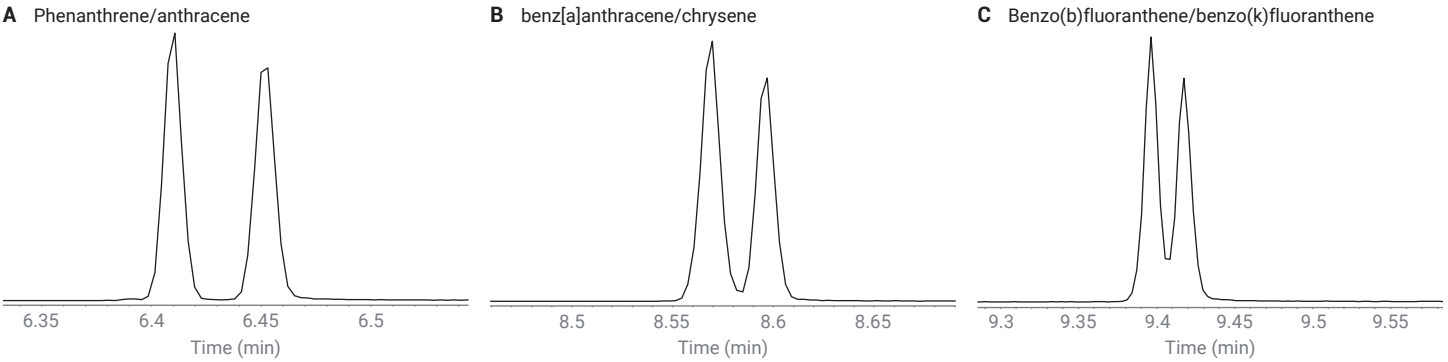

그림 4. 주요 이성질체 쌍의 중간 표준물질(5µg/mL) EIC: (A) phenanthrene & anthracene (EIC 178*m/z*); (B) benz[a]anthracene & chrysene (EIC 228*m/z*); (C) benzo(b) fluoranthene & benzo(k)fluoranthene (EIC 252*m/z*).

수소와 헬륨 운반 가스의 감응 계수 비교

분석 시 사용하는 운반 가스를 He에서 H_2로 변경할 때는 언제나 SQ 시스템의 감응 계수(RF) 및 감도 유지 관리에 대한 우려가 있습니다. 표 5에는 EPA 분석법 8270E 가이던스 기준 RF가 나와 있습니다(표 4). He 운반 가스와 비분할 주입을 사용한 GC/MS 분석의 RF, 그 다음으로 펄스 분할 주입 사용 시의 RF, 그리고 HydroInert 소스와 H_2 운반 가스 사용 시의 RF가 기재되어 있습니다. H_2 분석법이 분할 주입을 사용하므로 He를 사용하는 펄스 분할 주입은 좋은 비교 대상이 되며, 비분할 He 데이터는 전통적인 분석을 보여줍니다. EPA 분석법 8270E의 RF(표 4)는 안내 기준으로 분석법 통과를 결정하는 요건은 아니지만, RF가 이 가이던스 값을 나타내는 것이 이상적입니다. He(비분할 주입) GC/MS 분석에서는 2개의 화합물(hexachloroethane, N-nitroso-di-*n*-propylamine)이 가이던스 기준 미만의 RF를 가지며, 이 화합물의 RF는 또한 H_2 HydroInert 결과에서도 낮게 나타납니다. H_2 HydroInert GC/MS 분석에서는 5개의 추가 화합물이 가이던스 기준 미만의 RF를 가지며, 그 중 4개는 0.1 포인트 이내의 차이를 보입니다. 예를 들어 bis(2-chloroethyl)ether를 위한 가이던스 RF 기준은 0.7이며, H_2 HydroInert GC/MS RF는 0.6이었습니다. 펄스 분할 He GC/MS 결과에 대해 모든 보고된 RF는 EPA 가이던스와 일치하거나 더 높았으나, 이 데이터 세트는 표 5에 기재된 7개의 지표 화합물에 대한 RF를 보고하지 않았습니다. 전체적으로 표 5에 기재된 72개 중 7개 화합물만이 H_2 HydroInert GC/MS 결과에 대한 EPA 가이던스보다 낮은 RF를 가졌습니다. 그 중 5개는 기준 RF 값과 0.1 이내의 차이를 보였으며, 나머지 2개의 RF 값은 0.3 또는 그 미만의 차이를 보였습니다.

표 5. EPA 분석법 8270E(EPA 분석법의 표 4)에 나온 일부 화합물의 RF[2], He 운반 가스를 사용한 GC/MS SQ 분석[3], He 운반 가스 및 펄스 분할 주입을 사용한 GC/MS SQ 분석[4], Agilent HydroInert 소스와 H_2 운반 가스를 사용한 GC/MS SQ 분석.

화합물	감응 계수			
	EPA 8270E	He GC/MS[3]	He GC/MS, 펄스 분할[4]	H_2 HydroInert GC/MS
Acenaphthene	0.9	1.3	1.1	1.1
Acenaphthylene	0.9	1.9	2.0	1.4
Acetophenone	0.01	1.2	--	0.4
Anthracene	0.7	1.1	1.1	1.0
Benzo(a)anthracene	0.8	1.4	1.3	1.5
Benzo(a)pyrene	0.7	1.2	1.0	0.9
Benzo(b)fluoranthene	0.7	1.4	1.0	1.2
Benzo(g,h,i)perylene	0.5	1.1	1.1	1.0
Benzo(k)fluoranthene	0.7	1.2	1.1	1.2
Bis(2-chloroethoxy)methane	0.3	0.4	0.4	0.3
Bis(2-chloroethyl)ether	0.7	0.8	1.1	0.6
Bis-(2-ethylhexyl)phthalate	0.01	0.8	0.5	0.5
4-Bromophenyl-phenyl ether	0.1	0.3	0.2	0.2
Butyl benzyl phthalate	0.01	0.6	0.5	0.3
4-Chloroaniline	0.01	0.4	0.4	0.4
4-Chloro-3-methylphenol	0.2	0.3	0.2	0.2
2-Chloronaphthalene	0.8	2.4	1.2	1.0
2-Chlorophenol	0.8	0.8	1.2	0.7
4-Chlorophenyl-phenyl ether	0.4	0.7	0.6	0.5
Chrysene	0.7	1.2	1.2	1.1
Dibenz(a,h)anthracene	0.4	1.1	1.0	1.0
Dibenzofuran	0.8	1.7	1.7	1.5
Di-*n*-butyl phthalate	0.01	1.3	1.2	0.8
3,3'-Dichlorobenzidine	0.01	0.5	--	0.4
2,4-Dichlorophenol	0.2	0.3	0.3	0.2
Diethyl phthalate	0.01	1.4	1.3	1.0
Dimethyl phthalate	0.01	1.4	1.3	1.0
2,4-Dimethylphenol	0.2	0.3	0.3	0.3
4,6-Dinitro-2-methylphenol	0.01	0.2	--	0.1
2,4-Dinitrophenol	0.01	0.2	--	0.1
2,4-Dinitrotoluene	0.2	0.4	0.3	0.2
2,6-Dinitrotoluene	0.2	0.3	0.3	0.2
Di-*n*-octyl phthalate	0.01	1.3	1.4	0.8
Fluoranthene	0.6	1.2	1.2	1.2
Fluorene	0.9	1.3	1.3	1.2
Hexachlorobenzene	0.1	0.3	0.3	0.3
Hexachlorobutadiene	0.01	0.2	0.2	0.2
Hexachlorocyclopentadiene	0.05	0.3	0.4	0.1
Hexachloroethane	0.3	0.2	0.5	0.1
Indeno(1,2,3-cd)pyrene	0.5	1.2	1.0	1.2
Isophorone	0.4	0.6	0.5	0.4

화합물	감응 계수			
	EPA 8270E	He GC/MS[3]	He GC/MS, 펄스 분할[4]	H_2 HydroInert GC/MS
2-Methylnaphthalene	0.4	0.7	0.7	0.7
2-Methylphenol	0.7	0.7	1.0	0.6
4-Methylphenol	0.6	1.0	1.1	0.3
Naphthalene	0.7	1.1	1.0	1.0
2-Nitroaniline	0.01	0.4	0.3	0.2
3-Nitroaniline	0.01	0.3	0.3	0.2
4-Nitroaniline	0.01	0.3	0.3	0.2
Nitrobenzene	0.2	0.3	0.3	0.2
2-Nitrophenol	0.1	0.2	0.2	0.1
4-Nitrophenol	0.01	0.2	--	0.1
N-Nitroso-di-*n*-propylamine	0.5	0.4	0.7	0.4
N-Nitrosodiphenylamine	0.01	2.1	0.6	0.9
2,2'-Oxybis-(1-chloropropane)	0.01	0.5	1.1	0.5
Pentachlorophenol	0.05	0.2	--	0.1
Phenanthrene	0.7	1.2	1.1	1.1
Phenol	0.8	0.9	1.4	0.7
Pyrene	0.6	1.3	1.3	1.2
1,2,4,5-Tetrachlorobenzene	0.01	0.4	--	0.3
2,3,4,6-Tetrachlorophenol	0.01	0.4	0.3	0.2
2,4,5-Trichlorophenol	0.2	0.3	0.4	0.3
2,4,6-Trichlorophenol	0.2	0.3	0.4	0.2

검량 결과

최고 13개 농도에 대한 멀티포인트 검량을 수행했으며, 각 화합물 및 검량 수준에 대한 상대적 RF를 결정하였습니다. 평균 RF를 계산해 상대 표준 편차(RSD)와 함께 각 화합물 검량선을 구축하였습니다. 평균 RF %RSD는 권장 통과 기준인 <20%여야 하며, 이 수치를 최소 6회 검량 농도에서 얻을 수 없다면 선형 곡선 피팅 또는 2차 피팅에서 >0.990의 R^2 값이 나와야 합니다. 가장 낮은 데이터 지점의 정확도는 곡선 피팅의 최소 6개 지점에서 예상 농도의 30% 이내여야 합니다. H_2 운반 가스와 HydroInert 소스를 사용한 초기 검량 결과는 표 6에서 찾을 수 있습니다.

119개 화합물 중 14개의 화합물에서 선형 피팅 및 하나의 2차 피팅이 필요했습니다. 표 6은 119개 표적 화합물 및 대체 표준물질의 검량 결과를 평균 RF %RSD 값과 함께 보여주고 있습니다. 또한 값이 전체 검량 범위(0.1~100µg/mL)와 다를 경우에 대해서는 가장 낮은 농도와 가장 높은 농도를 보여주고 있습니다. 화합물의 87% 이상이 20% 미만의 평균 RF %RSD로 검량 기준을 통과하는 것으로 나타났습니다. 선형 피팅을 필요로 하는 화합물 수의 증가는 예상된 결과이며, 이는 H_2가 He보다 높은 반응성을 가지기 때문에 고온 조건과 주입구 내 물이 존재하는 상황에서 염산이 생성되는 것을 방지하기 위해 주입구 온도를 상대적으로 낮게 설정했기 때문입니다. 멀티모드 주입구의 사용은 중 프탈레이트 및 PAH 결과를 향상시킬 수 있습니다.

H_2 운반 가스 및 기존 질량 분석기 시스템의 감도 손실은 잘 보고되어 있습니다. 이러한 우려 때문에 보정 범위에 특별한 주의를 기울이고 대부분의 화합물이 이전 He 분석과 동일한 검량 범위를 달성할 수 있음을 확인했습니다. 감도 문제에 대해 알아보기 위해, GC/MS에서 He 운반 가스를 이용한 이전의 EPA 분석법 8270 분석을 통해 96개의 화합물을 분석하였습니다.[3] 이 화합물을 HydroInert 소스 및 H_2 운반 가스를 사용해 분석(역시 GC/MS)해 비교한 결과, 15개 화합물이 보다 좁은 검량 범위를 나타냈으며, 그 중 6개 화합물은 100ng/mL가 아닌 200ng/mL에서 단 하나의 농도 수준 차이를 보였습니다. 4개의 화합물은 500ng/mL에서 시작하였습니다. Benzoic acid에서 HydroInert 소스와 H_2 운반 가스는 GC/MS에서 He를 사용하였을 때와 동일한 0.8~100µg/mL의 검량 범위를 보였으며, 2,4- dinitrophenol 역시 HydroInert 소스와 H_2 운반 가스 사용 시 0.5~100µg/mL의 검량 범위를 나타내 선형 피팅에서 검량 기준을 통과하는 것으로 나타났습니다. Pentachlorophenol도 0.5~100µg/mL의 결과를 나타내, He와 H_2 사용 시의 검량 범위가 일치하는 것으로 나타났으나 H_2 데이터에는 선형 피팅이 필요했습니다. 긍정적인 면을 보자면 4-nitrophenol 및 2-methyl-4,6-dinitrophenol과 같은 일부 화합물은 H_2 와 HydroInert 소스를 사용했을 때 오히려 더 넓은 검량 범위를 보여, 각 물질마다 100~200ng/mL의 추가적인 검량 농도가 확보되었습니다. 또한 이 2개 화합물은 선형 곡선 피팅을 필요로 하지 않았으며, 4-nitrophenol의 경우 18.7%, 2-methyl-4,6 dinitrophenol의 경우에는 19.7%로 모두 평균 RF %RSD 값 검량 기준을 통과하였습니다. 전체적으로 119개 중 24개의 화합물이 기본 0.1~100µg/mL보다 좁은 검량 범위를 보였습니다. H_2 운반 가스와 HydroInert 소스를 사용 시, 이전에 테스트한 96개 SVOC 분석 결과의 84% 수준 감도를 유지할 수 있습니다.

표 6. 119개 표적 화합물 및 대체 표준물질에 대한 초기 검량 결과, H_2 운반 가스 및 Agilent HydroInert 소스를 사용한 EPA 분석법 8270.

화학명	머무름 시간(분)	평균 RF	평균 RF %RSD	곡선 피팅 R^2	곡선 피팅	저농도 표준물질 (µg/mL)	고농도 표준물질 (µg/mL)
						기본값 0.1~100µg/mL	
N-Nitrosodimethylamine	1.339	0.273	7.41				
Pyridine	1.372	0.459	15.39			0.5	
2-Picoline	1.705	0.561	5.89				
N-Nitroso-N-methylethylamine	1.741	0.232	7.23				
Methyl methanesulfonate	1.890	0.256	15.04				
2-Fluorophenol	1.983	0.568	5.20				
N-Nitroso-N-diethylamine	2.120	0.258	7.13				
Ethyl methanesulfonate	2.286	0.374	13.02				
Phenol-d_6	2.532	0.667	4.93				
Phenol	2.541	0.664	6.32				
Aniline	2.583	0.968	7.50				
Bis(2-chloroethyl) ether	2.617	0.616	10.72				
2-Chlorophenol	2.665	0.661	8.50				
1,3-Dichlorobenzene	2.774	0.773	6.96				
1,4-Dichlorobenzene	2.825	0.804	7.53				
Benzyl alcohol	2.892	0.442	12.90				
1,2-Dichlorobenzene	2.931	0.756	7.53				
2-Methylphenol (*o*-cresol)	2.965	0.559	9.73				
Bis(2-chloro-1-methylethyl) ether	2.998	0.545	11.21				
1-Nitrosopyrrolidine	3.068	0.260	6.02				
p-Cresol	3.074	0.333	7.00				
N-Nitrosodi-*n*-propylamine	3.089	0.370	12.94				
Acetophenone	3.092	0.445	6.48				
4-Nitrosomorpholine	3.095	0.107	8.43				
o-Toluidine	3.116	0.487	8.39				
Hexachloroethane	3.180	0.112	8.62				
Nitrobenzene-d_5	3.201	0.097	10.05				
Nitrobenzene	3.216	0.197	6.59				
Nitrosopiperidine	3.325	0.132	8.87				
Isophorone	3.395	0.433	7.86				
2-Nitrophenol	3.455	0.112	11.43				
2,4-Dimethylphenol	3.480	0.295	6.34				
Benzoic acid	3.519	0.117		0.9946	선형	0.8	
Bis(2-chloroethoxy)methane	3.558	0.345	8.69				
2,4-Dichlorophenol	3.637	0.243	13.22				
1,2,4-Trichlorobenzene	3.710	0.356	10.34				
Naphthalene	3.773	0.978	8.27				
a,a-Dimethylphenethylamine	3.782	0.360		0.9976	선형	0.2	
4-Chloroaniline	3.807	0.401	8.01				
2,6-Dichlorophenol	3.816	0.232	16.62				
Hexachlorobutadiene	3.873	0.177	19.36				

화학명	머무름 시간(분)	평균 RF	평균 RF %RSD	곡선 피팅 R^2	곡선 피팅	저농도 표준물질 (μg/mL)	고농도 표준물질 (μg/mL)
						기본값 0.1~100μg/mL	
N-Nitrosobutylamine	4.079	0.172	9.34			0.2	
4-Chloro-3-methylphenol	4.185	0.204	10.56				
2-Methylnaphthalene	4.321	0.656	6.20				
Hexachlorocyclopentadiene	4.455	0.136		0.9928	선형		
1,2,4,5-Tetrachlorobenzene	4.458	0.308	19.22				
2,4,6-Trichlorophenol	4.545	0.241	13.05				
2,4,5-Trichlorophenol	4.570	0.288	13.13				
2-Fluorobiphenyl	4.618	0.613	9.30				
1-Chloronaphthalene	4.715	1.018	9.32				
2-Chloronaphthalene	4.733	1.003	9.15				
2-Nitroaniline	4.791	0.226	14.72				
Dimethyl phthalate	4.948	1.005	10.34				
2,6-Dinitrotoluene	4.994	0.153	17.84			0.2	
Acenaphthylene	5.051	1.362	9.04				
m-Nitroaniline	5.124	0.178	10.30				
Acenaphthene	5.196	1.083	9.75				
2,4-Dinitrophenol	5.212	0.074	15.34			0.5	
4-Nitrophenol	5.260	0.143	18.74				
Pentachlorobenzene	5.305	0.428	14.62				
2,4-Dinitrotoluene	5.321	0.200	16.37				75
Dibenzofuran	5.339	1.486	9.57				
1-Naphthylamine	5.396	0.655	19.57				
2,3,4,6-Tetrachlorophenol	5.436	0.177		0.9912	선형	0.5	
2-Naphthylamine	5.463	0.908	8.77				
Diethyl Phthalate	5.536	0.978	12.37			0.2	
Thionazin	5.599	0.142	16.65				
Fluorene	5.620	1.242	9.88				
5-Nitro-*o*-toluidine	5.623	0.209	19.75				
4-Chlorophenyl phenyl ether	5.623	0.530	15.50				
4-Nitroaniline	5.626	0.206		0.9943	선형	0.2	
2-Methyl, 4,6-dinitrophenol	5.654	0.098	19.68			0.2	
Diphenylamine	5.717	0.943	9.95				
Azobenzene	5.754	0.397	5.84				
2,4,6-Tribromophenol	5.814	0.083	19.91				
Sulfotep	5.863	0.082		0.9976	2차	0.2	
Diallate I	5.963	0.144	7.38				
Phorate	5.969	0.210	11.43				
Phenacetin	5.972	0.224	12.11				
4-Bromophenyl phenyl ether	6.026	0.197	8.23				
Diallate II	6.038	0.050	10.31				
Hexachlorobenzene	6.072	0.245	16.95				
Dimethoate	6.099	0.141	16.58				
4-Aminobiphenyl	6.235	0.611	10.94				

화학명	머무름 시간(분)	평균 RF	평균 RF %RSD	곡선 피팅 R^2	곡선 피팅	저농도 표준물질 (μg/mL)	고농도 표준물질 (μg/mL)
						기본값 0.1~100μg/mL	
Pentachlorophenol	6.235	0.101		0.9911	선형	0.5	
Pentachloronitrobenzene	6.247	0.054	19.27			0.5	
Propyzamide	6.293	0.204	14.45				
Dinoseb	6.390	0.089	19.44				
Disulfoton	6.402	0.317		0.9966	선형	0.5	
Phenanthrene	6.411	1.091	14.31				
Anthracene	6.453	1.009	11.90				
Methyl parathion	6.708	0.124	10.22				
Dibutyl phthalate	6.889	0.840	16.44				
Parathion	7.032	0.089	12.62				
4-Nitroquinoline-1-oxide	7.044	0.064	19.82				
Fluoranthene	7.395	1.188	8.54				
Benzidine	7.504	0.544	9.47				
Pyrene	7.580	1.207	8.59				
Aramite	7.710	0.044	18.03			0.2	
p-Terphenyl-d_{14}	7.716	0.422	14.16				
Aramite II	7.770	0.044	12.41			0.2	
p-(Dimethylamino)azobenzene	7.834	0.195		0.9919	선형	0.5	
Chlorobenzilate	7.876	0.294	10.53				
3,3'-Dimethylbenzidine	8.107	0.466	17.39				
Benzyl butyl phthalate	8.128	0.343		0.9926	선형	0.5	
3,3'-Dichlorobenzidine	8.549	0.364		0.9939	선형	0.5	
Benz[a]anthracene	8.570	1.443		0.9985	선형	0.2	
Chrysene	8.600	1.047	11.58				
Bis(2-ethylhexyl) phthalate	8.612	0.502	17.43				
Di-*n*-octyl phthalate	9.118	0.832	16.61				
7,12-Dimethylbenz[a]anthracene	9.397	0.376		0.9947	선형	0.8	
Benzo[b]fluoranthene	9.400	1.198	17.62				
Benzo[k]fluoranthene	9.421	1.170	16.60				
Benzo[a]pyrene	9.657	0.874	17.50				
3-Methylcholanthrene	9.954	0.328		0.9905	선형	0.8	
Dibenz[a,j]acridine	10.523	0.594		0.9908	선형	0.8	
Indeno(1,2,3-cd)pyrene	10.720	1.210	19.76				
Dibenz[a,h]anthracene	10.738	1.016	19.11				
Benzo[ghi]perylene	11.020	1.024	17.29				

전체 검량 범위 머무름의 한 예로, 그림 5는 He 운반 가스 사용 시 니트로벤젠의 선형 범위(그림 5A)와 H_2 운반 가스 및 HydroInert 소스 사용 시 범위(그림 5B)를 비교해 보여주고 있습니다. He 운반 가스와 HydroInert 소스를 사용한 H_2 운반 가스를 사용 시의 평균 RF %RSD는 각각 6.33% RSD와 6.59% RSD로 매우 유사하게 나타났습니다. 이 데이터 세트의 니트로벤젠 정성 원소 및 원시 스펙트럼을 검토하여 HydroInert 소스와 H_2 운반 가스 사용 시의 일관된 질량 스펙트럼 및 이온 조각 비율을 확인할 수 있습니다. 그림 6은 니트로벤젠 기본 피크 EIC(A), 기본 피크 및 정성 원소 EIC의 오버레이(B), 검량 농도 8(10µg/mL)에서의 원본 질량 스펙트럼(C)을 보여줍니다. 그림 6B에서 정성 원소 EIC는 높이를 맞추기 위해 확장되었으나, 정성 원소와 베이스 피크 간 비율 및 이 비율의 정량 분석법 리퍼런스 비율 대비 정확도가 그림 상단 왼쪽에 나와 있습니다. 이 정량 분석법을 위한 93/77*m/z*의 비율은 31입니다. 그림 6B의 93/77 비율은 35.1이며, 이는 비율 예상치의 20% 이내 범위에 있어 니트로벤젠이 아닐린으로 전환되는 현상이 심하지 않았음을 볼 수 있습니다. 니트로벤젠의 머무름과 수소화 방지 또한 그림 6C의 원시 스펙트럼에도 나타나 있습니다. 93*m/z*는 123 또는 77*m/z* 보다 높지 않습니다.

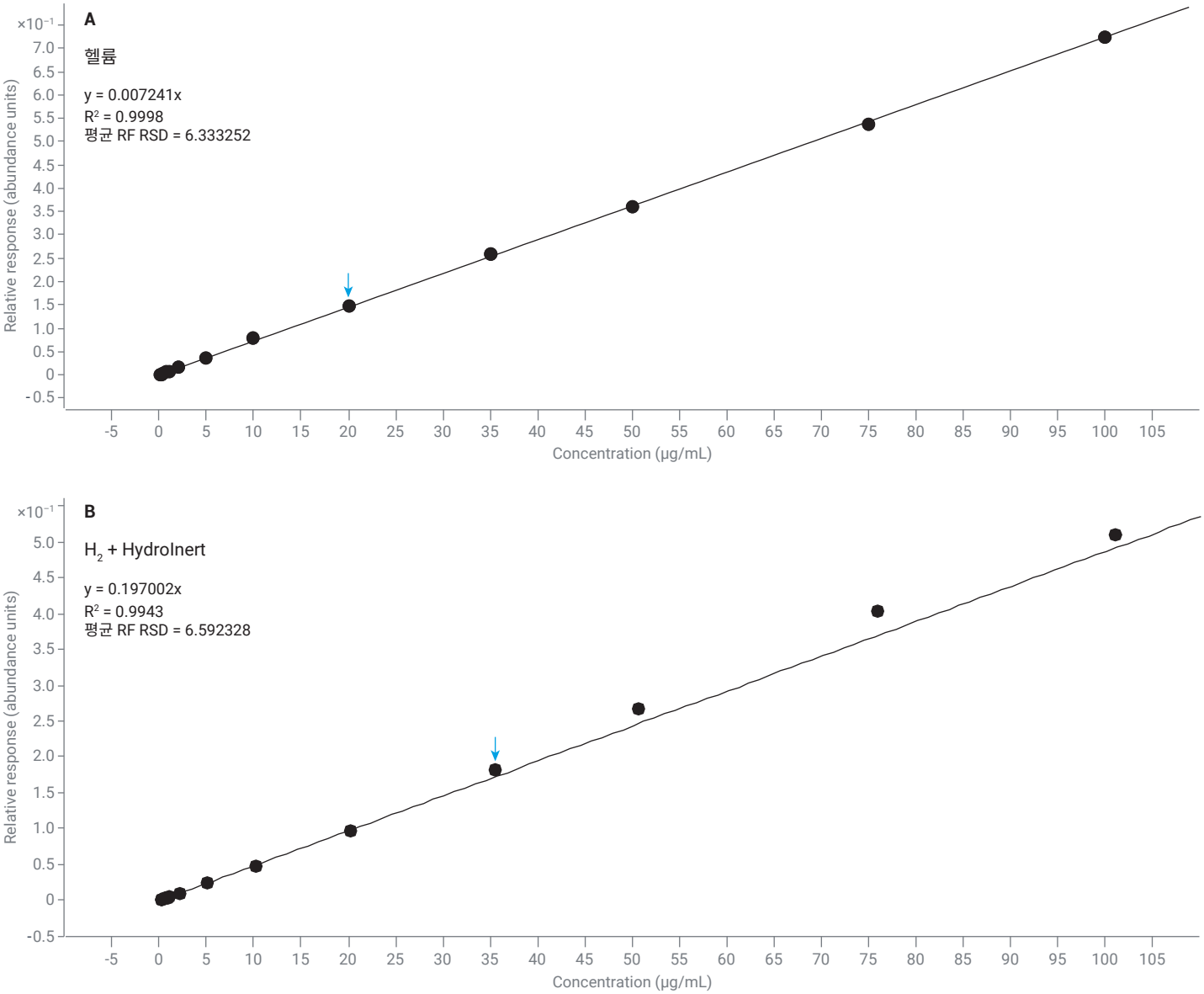

그림 5. GC/MS 시스템에서 수집한 니트로벤젠 선형 범위(0.1~100µg/mL), (A) He 운반 가스 사용, (B) Agilent HydroInert 소스를 사용한 H_2 운반 가스.

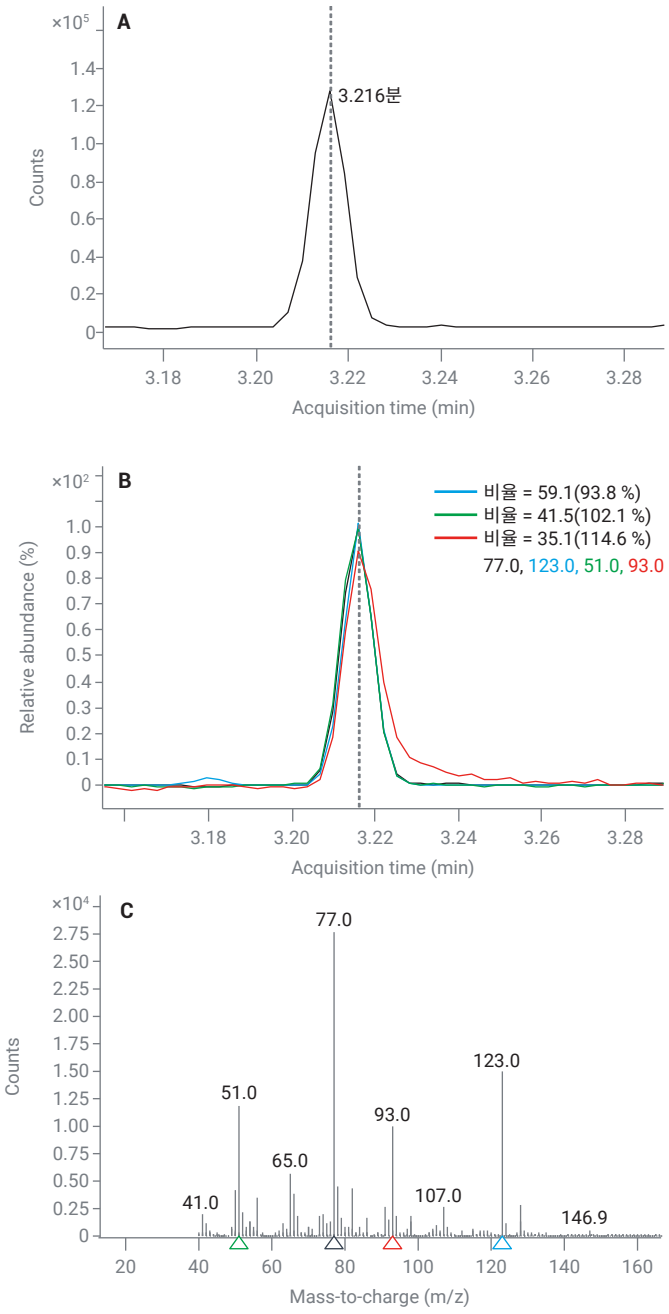

그림 6. 10µg/mL 표준물질에 대한 니트로벤젠 화합물 정보, (A) 기본 피크의 추출 이온 크로마토그램(EIC 77*m/z*), (B) 기본 피크(77*m/z*)의 오버레이 및 최고 3개의 정성 원소 EIC(123, 55, 93*m/z*), (C) 3.216분에서 니트로벤젠 피크의 원본 질량 스펙트럼.

토양 매트릭스의 반복성

검량 검증 표준물질로 사용하기 위해 대량의 EPA 분석법 8270 혼합물을 15µg/mL의 농도로 희석하였습니다. 15µg/mL는 검량 지점이 아니기 때문에 이 농도를 사용했습니다. GC/MS에서 HydroInert 소스 및 H_2 운반 가스를 사용했을 때의 반복성을 테스트하기 위해 표준물질 전후로 1µL의 복합 토양 매트릭스를 주입하는 샌드위치 방식의 주입으로 첨가된 매트릭스 시료와 비슷한 조건을 조성하였습니다. 이 주입을 9회 반복했습니다. 표 7은 9회 반복 주입된 15µg/mL 토양 매트릭스 검량 검증의 계산된 농도 평균, 9회 반복 주입의 토양 매트릭스 내 %RSD 등 각 화합물에 대한 데이터를 포함하고 있습니다. 매트릭스 내 15µg/mL 시료의 계산된 농도 평균을 보면, 2개의 화합물만이 검량 검증에서 ±20% 밖으로 벗어났으며, 두 물질은 모두 낮은 농도로 보고된 5-nitro-*o*-toluidine과 dibutyl phthalate입니다. 2개 화합물은 15µg/mL 첨가 값의 25% 이내 범위에 있었으며, 매트릭스는 약간의 신호 억제를 야기할 수 있습니다. 토양 매트릭스 내 반복 주입의 %RSD는 모두 7% RSD 미만이었으며, 이는 분석법의 견고성과 일관성을 의미합니다.

표 7. 토양 매트릭스 내 15µg/mL 검량 검증 표준물질의 평균 농도(9회 반복 주입) 및 9회 반복 주입의 %RSD.

화학명	15µg/mL 첨가 매트릭스 내 계산된 농도 평균	9회 반복 주입의 %RSD
N-Nitrosodimethylamine	15.6	2.21%
Pyridine	17.6	3.16%
2-Picoline	14.9	1.35%
N-Nitroso-N-methylethylamine	15.8	1.26%
Methyl methanesulfonate	15.0	2.05%
2-Fluorophenol	15.9	1.82%
N-Nitroso-N-diethylamine	15.6	2.53%
Ethyl methanesulfonate	15.0	2.14%
Phenol-d_6	15.6	1.91%
Phenol	15.1	1.00%
Aniline	15.7	1.62%
Bis(2-chloroethyl) ether	15.0	1.49%
2-Chlorophenol	15.1	1.54%
1,3-Dichlorobenzene	15.0	1.11%
1,4-Dichlorobenzene	14.4	1.31%
Benzyl alcohol	15.2	2.39%
1,2-Dichlorobenzene	15.3	1.86%
2-Methylphenol(*o*-cresol)	15.6	1.43%
Bis(2-chloro-1-methylethyl) ether	14.4	1.91%
1-Nitrosopyrrolidine	14.9	2.73%
p-Cresol	14.2	1.08%
N-Nitrosodi-*n*-propylamine	14.6	2.71%
Acetophenone	14.7	2.35%

화학명	15μg/mL 첨가 매트릭스 내 계산된 농도 평균	9회 반복 주입의 %RSD
4-Nitrosomorpholine	14.4	2.40%
o-Toluidine	14.4	1.26%
Hexachloroethane	15.0	4.80%
Nitrobenzene-d_5	15.0	1.53%
Nitrobenzene	14.8	1.87%
Nitrosopiperidine	14.5	2.32%
Isophorone	14.7	2.52%
2-Nitrophenol	15.4	3.43%
2,4-Dimethylphenol	14.3	1.79%
Benzoic acid	14.3	6.81%
Bis(2-chloroethoxy)methane	14.8	1.73%
2,4-Dichlorophenol	14.9	1.64%
1,2,4-Trichlorobenzene	15.0	1.31%
Naphthalene	14.4	1.50%
a,a-Dimethylphenethylamine	14.0	2.25%
4-Chloroaniline	15.5	1.80%
2,6-Dichlorophenol	17.9	1.34%
Hexachlorobutadiene	13.5	3.66%
N-Nitrosobutylamine	14.2	2.45%
4-Chloro-3-methylphenol	15.1	2.29%
2-Methylnaphthalene	14.7	1.59%
Hexachlorocyclopentadiene	12.6	3.44%
1,2,4,5-Tetrachlorobenzene	14.9	2.77%
2,4,6-Trichlorophenol	15.3	1.92%
2,4,5-Trichlorophenol	15.3	1.91%
2-Fluorobiphenyl	15.5	1.47%
1-Chloronaphthalene	14.9	1.65%
2-Chloronaphthalene	15.3	1.64%
2-Nitroaniline	15.4	1.75%
Dimethyl phthalate	15.8	1.42%
2,6-Dinitrotoluene	13.1	3.81%
Acenaphthylene	15.0	1.03%
m-Nitroaniline	12.4	2.93%
Acenaphthene	14.5	1.52%
2,4-Dinitrophenol	12.3	5.97%
4-Nitrophenol	12.8	2.57%
Pentachlorobenzene	16.2	1.84%
2,4-Dinitrotoluene	15.6	2.45%
Dibenzofuran	14.9	1.23%
1-Naphthylamine	14.1	1.28%
2,3,4,6-Tetrachlorophenol	12.7	3.86%
2-Naphthylamine	14.7	1.26%
Diethyl phthalate	14.4	2.21%
Thionazin	14.0	2.99%
Fluorene	14.2	1.72%
4-Chlorophenyl phenyl ether	14.4	2.41%
5-Nitro-*o*-toluidine	11.4	4.16%
4-Nitroaniline	14.9	3.37%

화학명	15μg/mL 첨가 매트릭스 내 계산된 농도 평균	9회 반복 주입의 %RSD
2-Methyl, 4,6-dinitrophenol	13.6	2.93%
Diphenylamine	15.2	0.66%
Azobenzene	14.8	2.76%
2,4,6-Tribromophenol	15.5	3.74%
Sulfotep	13.1	4.28%
Diallate I	15.6	3.38%
Phorate	14.9	2.14%
Phenacetin	16.1	2.66%
4-Bromophenyl phenyl ether	14.8	2.08%
Diallate II	14.9	3.70%
Hexachlorobenzene	16.9	2.73%
Dimethoate	12.7	2.42%
Pentachlorophenol	13.4	4.84%
4-Aminobiphenyl	16.0	2.40%
Pentachloronitrobenzene	16.7	6.40%
Propyzamide	15.2	2.86%
Dinoseb	13.0	3.24%
Disulfoton	14.2	4.39%
Phenanthrene	14.5	0.88%
Anthracene	15.0	2.01%
Methyl parathion	15.5	3.70%
Dibutyl phthalate	11.5	3.70%
Parathion	15.7	2.21%
4-Nitroquinoline-1-oxide	16.9	2.04%
Fluoranthene	15.0	0.95%
Benzidine	14.0	2.76%
Aramite	13.9	3.71%
Aramite II	13.3	3.59%
Pyrene	14.8	1.62%
p-Terphenyl-d_{14}	15.3	1.98%
p-(Dimethylamino)azobenzene	14.0	2.05%
Chlorobenzilate	14.9	1.92%
3,3'-Dimethylbenzidine	14.6	2.11%
Benzyl butyl phthalate	13.8	2.51%
3,3'-Dichlorobenzidine	15.8	1.90%
Benz[a]anthracene	13.7	0.98%
Chrysene	14.5	1.31%
Bis(2-ethylhexyl) phthalate	15.2	1.89%
Di-*n*-octyl phthalate	14.3	1.30%
7,12-Dimethylbenz[a]anthracene	12.2	1.40%
Benzo[b]fluoranthene	14.7	1.50%
Benzo[k]fluoranthene	15.4	2.94%
Benzo[a]pyrene	15.4	2.07%
3-Methylcholanthrene	14.6	2.77%
Dibenz[a,j]acridine	13.0	1.58%
Indeno(1,2,3-cd)pyrene	15.8	1.44%
Dibenz[a,h]anthracene	15.5	2.18%
Benzo[ghi]perylene	15.5	1.56%

결론

표적 분석물질의 수소화와 탈염화를 방지하는 H_2 운반 가스 및 Agilent HydroInert 소스를 사용한 SVOC 테스트용 분석법이 Agilent 5977B Inert Plus GC/MSD를 위해 개발되었습니다. GC/MS 튜닝 혼합물, DFTPP 튜닝 기준, 정상 작업 범위인 0.1~100µg/mL에서의 단일 12분 분석에서 초기 검량이 EPA 분석법 8270D/E의 분석법 기준을 충족합니다. 테스트된 119개 화합물 중 15개 미만의 화합물에서만 선형 곡선 피팅이 필요했습니다. 질량 스펙트럼 정확도의 유지는 GC/MS 시스템에서 H_2 운반 가스 사용할 수 있게 된 중대한 발전 사항이었으며, 이는 특히 EPA 분석법 8270과 같은 환경 분석에서 더욱 그렇습니다.

참고 문헌

1. Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS); Method 8270D, *United Stated Environmental Protection Agency*, Revision 4, February **2007**.
2. Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS); Method 8270E, *United Stated Environmental Protection Agency*, Revision 4, June **2018**.
3. Smith Henry, A. Analysis of Semivolatile Organic Compounds with Agilent Sintered Frit Liner by Gas Chromatography/Mass Spectrometry, *Agilent Technologies application note*, publication number 5994–0953EN, **2019**.
4. Ciotti, R. EPA 8270E with Pulsed Split Injection and Retention Time Locking on an 8890GC with a 5977 Series MSD, *Agilent Technologies application note*, publication number 5994–1500EN, **2020**.

www.agilent.com

DE83360322

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2022

2022년 6월 16일 한국에서 인쇄
5994-4890KO

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