기술 개요

Agilent
Trusted Answers

Agilent Inert Plus GC/MS 시스템과 HydroInert 소스

실제 GC/MS 분석에 H_2 운반 가스 적용

서론

헬륨(He) 시장에서 가격과 압박이 증가함에 따라 실험실에서는 보다 지속 가능한 헬륨의 대안을 찾고 있고, 그중에서도 수소(H_2) 운반 가스 옵션을 조사하고 있습니다. 가스 크로마토그래피(GC)에서 수소의 이점은 널리 받아들여지고 있습니다. 실험실에서 수소를 비용 효율적인 방법으로 생산할 수 있을 뿐만 아니라 빠른 크로마토그래피 생성과 시료 처리량의 증대라는 장점이 있기 때문입니다. 수소가 반응 가스이기 때문에 수소화 및 탈염 반응이 질량 분석기 전자 이온화원(EI) 소스에서 발생할 수 있고 발생합니다. 이러한 반응 때문에 많은 응용 분야에서 수소 운반 가스를 적용하는 것이 쉽지 않을 수 있습니다. Agilent 5977B Inert Plus GC/MSD 및 Agilent 7000D/E Inert Plus QQQ GC/MS 시스템용으로 새롭게 설계된 Extractor 소스는 이러한 수소 관련 문제를 해결하고 GC/MS 및 GC/MS/MS에서 수소 운반 가스와 관련된 성능을 개선하는 데 도움을 줍니다. H_2 운반 가스를 사용하는 Agilent HydroInert 소스 질량 스펙트럼 정확도를 유지하고 사용자가 기존 헬륨 기반 질량 스펙트럼 라이브러리를 계속 사용할 수 있도록 합니다.

헬륨에서 수소로의 전이

GC/MS 분석에 H_2 적용과 관련된 고려 사항은 이전 문헌에서 다루었습니다.[1] 이러한 고려 사항은 주로 최적의 분리를 위한 GC 파라미터에 초점을 맞추고 있으며, Inert Plus 질량 분석기 시스템에 HydroInert 소스를 사용할 때 여전히 유효합니다. 헬륨이 GC/MS용으로 가장 효과적인 운반 가스이지만, HydroInert 소스는 수소 운반 가스와 함께 사용하도록 개발되었습니다. 수소 운반 가스는 헬륨을 사용할 수 없을 때 최고의 대안입니다.

일부 고려 사항은 아래 간략하게 나열되어 있습니다.

- 스테인리스 스틸 튜브에 H_2를 사용하는 것을 적극적으로 권장합니다. 구리 튜브만 사용할 수 있는 경우 새 구리 선을 설치하세요. 피팅 및 튜브 스테인리스 스틸 설치 키트 부품 번호는 19199S입니다
- 항상 가스 필터를 주로 H_2 생성기와 함께 사용하세요. H_2(부품 번호 RMSH-2-SS)에는 애질런트 대형 범용 트랩(수분, O_2, 탄화수소의 경우)를 설치하고 운반 가스(베이스 포함 키트는 부품 번호 CP17976, 베이스를 이미 가지고 있는 경우 교체용 운반 가스 필터는 부품 번호 CP17973)에는 Agilent Gas Clean purifier를 설치하는 것이 좋습니다
- 민감한 화합물로 작업하는 경우에는 주입구 온도를 낮추거나 가능한 경우 멀티모드 주입구가 장착된 저온 비분할(splitless) 주입을 사용하세요
- 수소 점도가 헬륨보다 낮기 때문에 주입구 압력이 더 낮아집니다. 최소한 다음을 따라야 합니다
  - 컬럼 규격을 변경하거나
  - 운반 가스의 흐름을 높이세요
- 수소에 대한 펌핑 성능이 헬륨보다 더 낮기 때문에 최적의 운반 가스 흐름은 펌프에 따라 달라집니다
  - 최적의 범위: 0.5~1.0mL/min
  - 권장 터보 펌프 최대 유속: 2.0mL/min
- 일정 유속 분석법을 사용하세요
- 수소를 사용하는 GC/MS/MS 시스템의 경우 퀀칭 가스(헬륨)가 사용되지 않습니다. 전자적 기계역학 제어(EPC) 모듈 후면에서 헬륨 펌프를 제거하고 GC/MS/MS 분석법에서 퀀칭 가스를 0.00mL/min로 설정하세요

대부분의 경우 변경해야 하기 때문에 표준 작업 절차서(SOP) 및 분석법 검증에 필요한 업데이트를 수행할 시간을 할당해야 합니다.

HydroInert 소스

그림 1에서 확인할 수 있는 것처럼, HydroInert 소스는 Agilent Extractor 소스 설계를 기반으로 하는 새로운 소스입니다. HydroInert 소스는 SQ(Agilent 5977B 또는 5977C GC/MSD) 및 QQQ(Agilent 7000D 또는 7000E QQQ GC/MS) 시스템 모두에서 기존 EI Extractor 또는 EI Inert Plus 소스에서 쉽게 전환할 수 있습니다. HydroInert 소스 부품과 Extractor 소스 부품을 혼합해 사용하지 마세요. 특히 수소 운반 가스를 사용할 때 이로 인해 예상치 못한 원치 않는 결과가 발생할 수 있습니다.

그림 1. Agilent HydroInert 소스.

일반적으로 H_2와 함께 GC/MS 시스템을 사용할 때 특정 화합물 계열의 수소화 또는 탈염에 대한 주의가 요구됩니다. 이뿐만 아니라 내부 화합물 라이브러리 구축 필요성에 대한 논의 또는 NIST를 비롯한 다른 헬륨 기반 라이브러리와의 라이브러리 매치 스코어가 수소 질량 스펙트럼과 잘 일치하지 않을 수 있다는 이해가 있습니다. 하지만, HydroInert 소스는 H_2보다 더 비활성이고, 질량 스펙트럼이 He 질량 스펙트럼에서 관찰되는 일반적인 특성을 그대로 보유합니다.

니트로벤젠과 함께 HydroInert 수소를 사용할 때의 이점에 대한 주요 예시는 다음과 같습니다. 3mm Extraction 렌즈가 장착된 Extractor 소스를 사용하는 실험에서 준휘발성 유기 화합물(SVOC) 분석을 테스트하기 위해 운반 가스로 수소를 사용했습니다. 니트로벤젠이 혼합물의 화합물 중 하나입니다(부품 번호 SVM-122-1). 니트로 화합물은 열, 수소, 금속 표면이 존재할 때 수소화에 취약한 것으로 알려져 있습니다. 이러한 모든 요소가 Extractor 소스에 존재합니다. 니트로벤젠(분자량(MW) 123*m/z*)의 수소화로 (MW) 아닐린(MW 93*m/z*)이 생성됩니다. Extractor 소스 및 H_2 운반 가스에 대한 총 이온 크로마토그램(TIC) 피크에서 질량 스펙트럼을 검토할 때 그림 2A의 질량 스펙트럼이 관찰되었습니다. 93*m/z*의 존재비는 크고 123*m/z*의 존재비는 낮은데, 이는 소스에서 니트로벤젠이 아닐린으로 전환되었음을 나타냅니다. 아닐린에서 잘 분리되는 니트로벤젠의 머무름 시간에 질량 스펙트럼이 관찰되기 때문에 소스에서 이러한 반응이 발생하는 것으로 확인되었습니다.

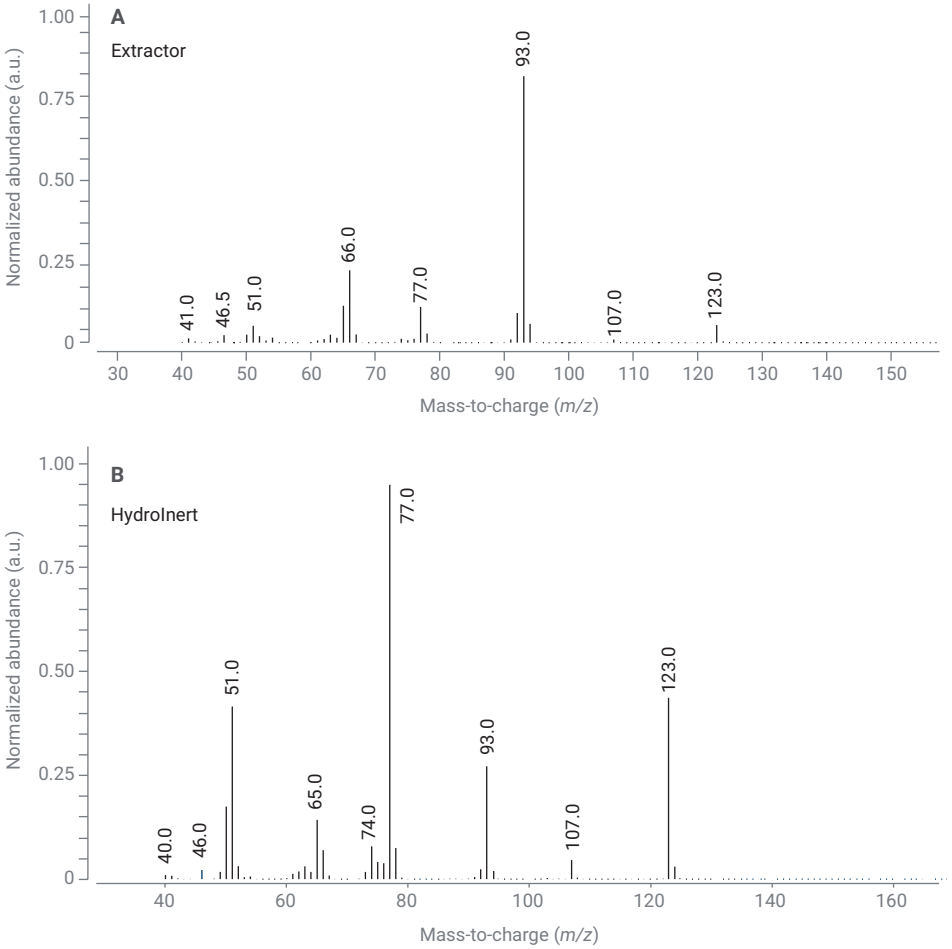

그림 2. (A) 및 (B) 조건에서 수소 운반 가스를 사용하는 경우 니트로벤젠 머무름 시간에서 용리된 피크의 질량 스펙트럼, (A) Extractor 소스와 3mm Extraction 렌즈 사용, 아닐린에 대한 수소화와 존재비가 높은 93*m/z* 이온이 나타남 (B) Agilent HydroInert 소스, 니트로벤젠과 상관관계에 있는 질량 스펙트럼 개선이 나타남.

비교를 위해 니트로벤젠이 함유된 동일한 혼합물을 HydroInert 소스(9mm Extraction 렌즈 장착)에서 테스트했습니다. 여기서 질량 스펙트럼의 123*m/z* 및 93*m/z*에서 예상되는 분포를 관찰했습니다(그림 2B). 관찰 결과는 니트로벤젠이 소스에서 원래 상태를 유지하고 아닐린으로 전환되지 않음을 나타냅니다. 그림 3A(Extractor 소스 전환) 및 3B(니트로벤젠의 HydroInert 소스 머무름)에서 확인할 수 있는 것처럼, 추출된 이온 크로마토그램(EIC)에서 이 비교 내용을 검토할 수도 있습니다. HydroInert 소스를 사용하는 경우 123/93 비율이 개선되었음을 여기서 관찰할 수 있고, Extractor 소스 EIC 오버레이는 93*m/z*로의 현저한 전환과 현저한 테일링을 보여줍니다.

질량 스펙트럼 정확도 예시

니트로벤젠은 H_2 운반 가스와 HydroInert 소스를 사용했을 때 나타나는 질량 스펙트럼 정확도를 보여주는 예시 중 하나입니다. 화합물이 농약, SVOC 또는 기타 화합물 계열이든 다른 니트로 화합물도 H_2가 존재할 때 수소화 문제가 발생할 수 있습니다. 염소화 화합물도 H_2 운반 가스 및 금속이나 기타 활성 부위가 존재할 때 탈염될 수 있습니다. dichlorodiphenyltrichloroethane (DDT)이 일반적인 화합물로 열 및 금속과 같은 활성 부위 때문에 GC 주입구에서 분해 문제가 발생할 수 있지만, 수소가 존재할 때 소스의 탈염으로 인한 영향도 받을 수 있습니다. DDT는 He 운반 가스로 분석한 다음에 Extractor 소스와 한 쌍의 컬럼을 사용해 H_2 운반 가스로 분석하는 방식으로 He 운반 가스 분석법에서 나온 머무름 시간과 일치시킵니다. 일반적으로 2개의 Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert GC 컬럼 (15m × 0.25mm, 0.25µm)을 사용해 농약을 분석합니다. 수소의 경우 머무름 시간을 일치시키고 수백 개의 농약을 포함하는 분석법에 대한 많은 머무름 시간 리셋을 피하기 위해 컬럼이 2개의 Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert GC 컬럼 (20m × 0.18mm, 0.18µm)으로 변경되었습니다. 헬륨 결과를 기반으로 볼 때 DDT는 13.04분에서 용리되었지만, dichlorodiphenyldichloroethylene(DDE) 및 dichlorodiphenyldichloroethane(DDD)은 각각 그보다 더 빠른 12.44분 및 12.88분에 용리되었습니다. H_2 운반 가스와 13.04분에서 Extractor 소스에 대한 결과를 살펴보면, 표 1에서 확인할 수 있는 것처럼 DDT 대신 DDD가 식별되었습니다. HydroInert 소스와 H_2 운반 가스를 사용했을 때 DDT가 13.04분에서 정확하게 식별되었고, 라이브러리 매치 스코어는 85입니다 (NIST17.L 라이브러리와 비교). 13.04분에서 Extractor 소스 (및 수소 운반 가스)에 대한 식별 오류가 여러 분석에서 발생했고, 이는 소스의 DDT가 DDD로 탈염되었음을 나타냅니다. HydroInert 및 Extractor 소스

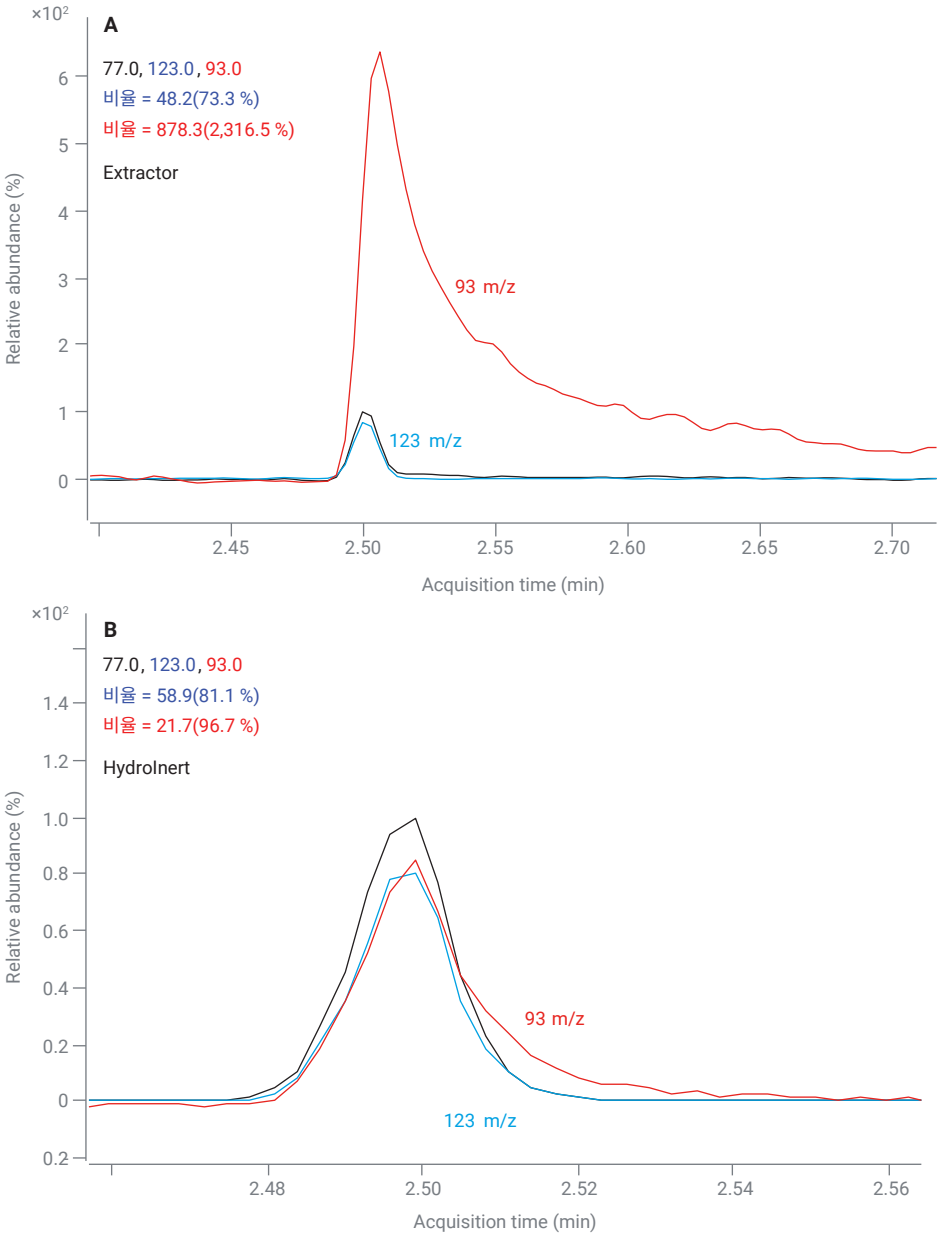

그림 3. (A) 및 (B) 조건에서 수소 운반 가스를 사용하는 경우 니트로벤젠의 EIC, (A) Extractor 소스와 3mm Extraction 렌즈 사용, 아닐린에 대한 수소화와 존재비가 높은 93*m/z* 이온이 나타남 (B) Agilent HydroInert 소스, 123 대 93*m/z* 비율 개선이 나타남.

표 1. DDT 및 DDT 분해 생성물 식별을 위해 H_2 운반 가스를 사용하는 경우 Extractor와 Agilent HydroInert 소스 비교

소스와 H_2 운반 가스	머무름 시간(분)	식별된 화합물	라이브러리 매치 스코어
Extractor	13.04	DDD	79
HydroInert	13.04	DDT	85

시스템 모두에서 DDE 및 DDD가 각 머무름 시간(12.44분 및12.88분)에서 식별되었고 이는 주입구에서 발생하는 DDT 분해가 10% 이하임을 나타냅니다. 주입구 분해는 이 테스트 세트의 중점이 아닙니다. 주입 파라미터 및 라이너를 최적화하면 주입구 온도를 낮추거나 멀티모드 주입구와 함께 저온 비분할(splitless) 주입을 사용할 수 있기 때문에 DDT 분해가 감소할 수 있습니다.

Heptachlor를 사용하는 다른 염소화 화합물의 예시도 관찰할 수 있습니다. 니트로벤젠과 동일한 실험 설계를 사용하는 3mm Extraction 렌즈가 장착된 Extractor 소스를 H_2를 운반 가스로 사용하는 GC/MS SQ 기기에 설치했습니다. 3mm Extraction 렌즈는 He를 사용하는 농약 분석에서 권장하는 Extraction 렌즈입니다. Heptachlor를 포함한 농약 혼합물(부품 번호 PSM-105-A)을 10ng/µL로 희석했고, 중수소를 함유한 다환 방향족 탄화수소(PAH)를 내부 표준물질로 추가했습니다. Heptachlor의 NIST17.L 라이브러리 질량 스펙트럼과 헤드-테일 비교를 포함해 Heptachlor의 deconvoluted 질량 스펙트럼은 그림 4A와 같습니다. 존재비가 가장 높은 이온은 272*m/z*, 274*m/z*, 270*m/z*, 100*m/z*, 65*m/z*이어야 하지만, 그림 4A 및 5A에서는 235*m/z* 및 237*m/z* 주변 이온에 대한 이온 존재비가 현저하게 증가해 이 다섯 가지 이온이 존재비가 가장 높은 이온이 되고 272*m/z* 및 274*m/z*는 억제되었음을 보여줍니다. 272*m/z*만 존재비가 가장 높은 다섯 가지 EIC 중 하나이고, 165*m/z*는 EIC로 중요한 영향을 미쳐 강도가 거의/전혀 없어야 합니다. 다섯 가지 EIC 중 두 가지, 66*m/z* 및 272*m/z*의 피크 정점이 다른 세 가지 이온과 다릅니다. 272~235*m/z* 영역 중 존재비가

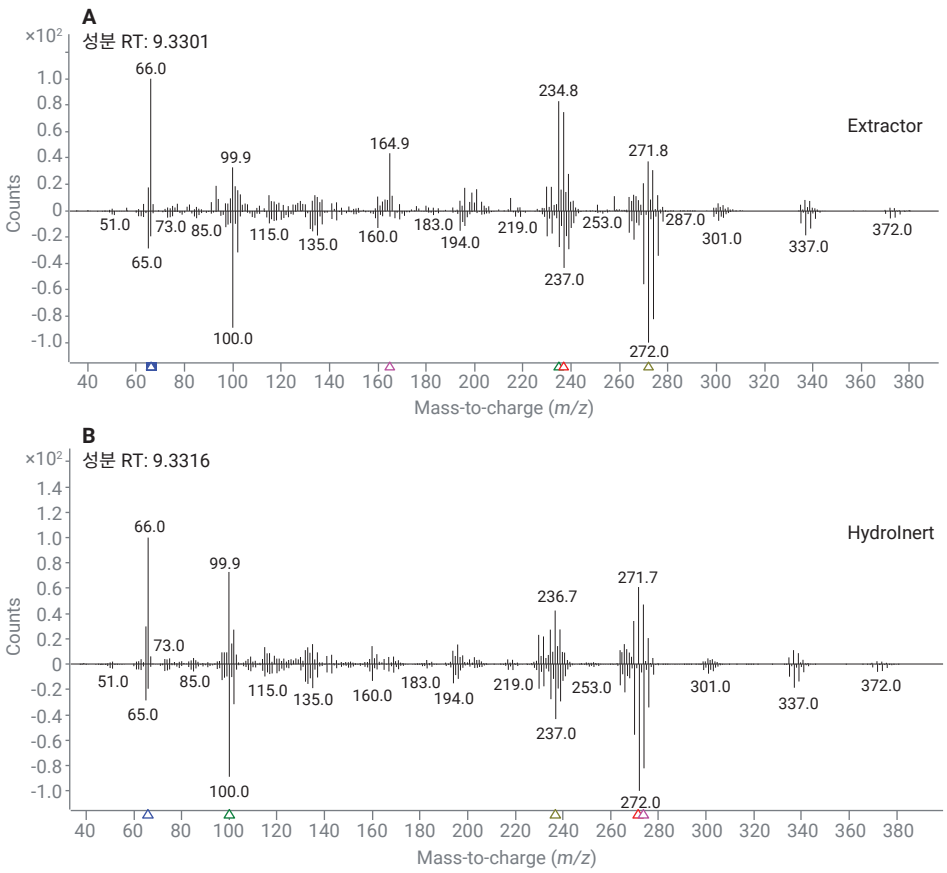

그림 4. H_2 운반 가스를 사용하는 경우 Heptachlor에 대한 Deconvoluted 질량 스펙트럼(상단)과 라이브러리 질량 스펙트럼, NIST17.L(하단)의 헤드-테일 비교 및 (A) Extractor 소스와 3mm Extraction 렌즈, (B) Agilent HydroInert 소스와 9mm Extraction 렌즈.

더 높은 영역에서 발생하는 이러한 교체, 존재비가 가장 높은 이온의 변화 및 일치하지 않는 피크 정점은 소스에서 발생한 탈염 반응을 나타냅니다. 비교를 위해 H_2 운반 가스 및 9mm Extraction 렌즈가 장착된 HydroInert 소스에 대한 결과는 그림 4B의 추출 질량 스펙트럼에서 확인할 수 있고, 존재비가 가장 높은 다섯 가지 EIC는 그림 5B에서 확인할 수 있습니다. 그림 4B에서 272*m/z* 영역이 237*m/z* 영역보다 더 높습니다. 그리고 헤드-테일 비교(하단)의 기준 라이브러리 스펙트럼과 같이 100*m/z*에서 현저한 존재비가 확인되는데, 이는 염소 원자의 머무름을 나타냅니다. 또한, HydroInert 결과에 대한 상위 다섯 가지 EIC는 피크 정점이 일직선이며, 예상 이온 중 272*m/z*, 274*m/z*, 100*m/z* 세 가지 이온을 포함합니다. 이온 237*m/z* 및 270*m/z*는 존재비가 비슷하지만, 237*m/z*가 270*m/z*보다 약간 더 높아 간신히 상위 다섯 가지 EIC에 도달합니다.

라이브러리 매치 스코어 예시

HydroInert 소스는 수소가 존재할 때 화합물 분해, 수소화 및 탈염을 방지하기 때문에 헬륨으로 수집한 질량 스펙트럼의 라이브러리를 HydroInert 소스 및 H_2 운반 가스와 함께 사용할 수 있습니다. NIST 라이브러리와 같은 대규모 일반 라이브러리 사용을 평가하기 위해 실험을 완료했습니다. 실험은 각 9mm Extraction 렌즈가 장착된 Extractor 및 HydroInert 소스를 He 또는 H_2 운반 가스와 함께 사용하는 경우 Extractor 소스와 He 운반 가스, Extractor 소스와 H_2 운반 가스, HydroInert 소스와 H_2 운반 가스로 구성합니다. Agilent 8890 GC 및 5977 Inert Plus SQ 질량 분석기에서 스캔 모드로 세 가지 모든 소스를 분석하기 위해 10ng/µL의 여섯 가지 다환 방향족 탄화수소(PAH)를 사용해 SVOC, 농약 및 향료 화합물로 혼합물을 만들었습니다. 데이터를 Agilent MassHunter Unknowns Analysis 소프트웨어에 로드했고 라이브러리 매치 스코어(LMS)를 평가하기 위해 NIST17.L 라이브러리를 사용하는 디콘볼루션 분석법을 적용했습니다. H_2 운반 가스와

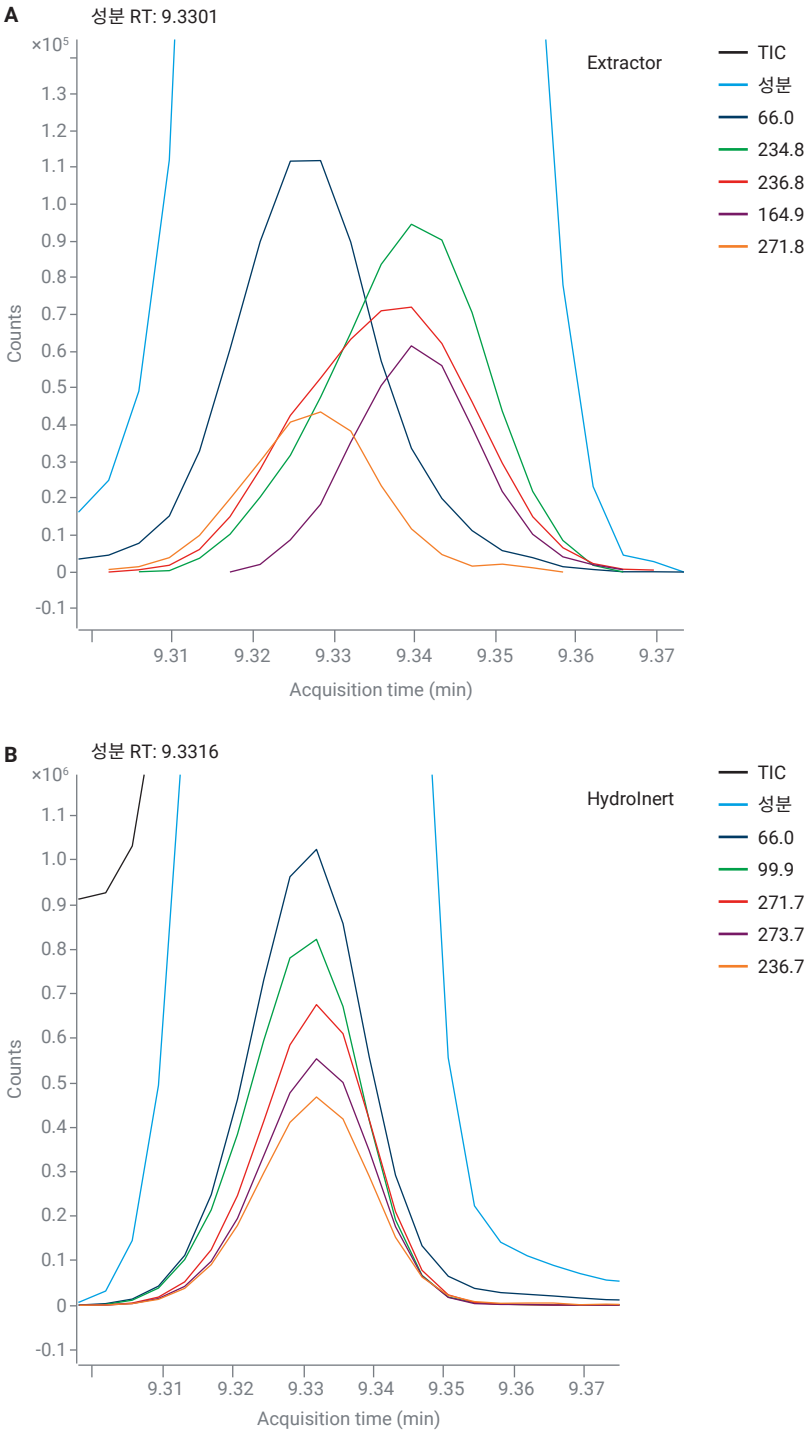

그림 5. H_2 운반 가스를 사용하는 경우 Heptachlor에 대한 존재비가 가장 높은 다섯 가지 이온의 EIC 및 (A) Extractor 소스와 3mm Extraction 렌즈, (B) Agilent HydroInert 소스와 9mm Extraction 렌즈.

Extractor 소스(중앙 열) 또는 HydroInert 소스(오른쪽 열)를 비교하기 위한 베이스라인 값으로 헬륨 운반 가스와 표 2의 Extractor 소스 LMS 값을 사용했습니다. HydroInert 소스에 대한 모든 LMS 값은 헬륨 LMS 값의 5% 포인트 내에 포함됩니다. 여기서 H_2를 사용하는 HydroInert 소스에 대한 일부 LMS 값은 NIST 라이브러리(예: 4-nitrophenol 및 benzidine)와 더 잘 일치합니다. HydroInert 수집 LMS 값 중 15가지가 He 수집 데이터의 2% 포인트 내에 포함되고, HydroInert 소스에 대한 다섯 가지 LMS 값이 He 수집 LMS 값보다 3% 포인트 이상 높습니다(예: musk ambrette 및 benzidine). H_2 운반 가스와 HydroInert 소스를 사용할 때 높은 LMS 값의 머무름은 작용기의 머무름과 소스에서 질량 스펙트럼 정확도를 나타냅니다. 하지만, H_2 운반 가스 및 Extractor 소스에는 H_2 HydroInert LMS 값과 비교했을 때 LMS 값이 5% 포인트 이상 낮은 화합물이 10개가 있습니다. Extractor 소스에 대한 일부 LMS 값은 70(benzidine 및 benzo(b)fluoranthene)으로 낮으며, 이는 H_2 운반 가스를 사용할 때 수소화 또는 기타 전환이 Extractor 소스에서 발생함을 나타냅니다. 예상한 것처럼, 염소화 화합물과 니트로 화합물은 H_2 운반 가스와 니트로벤젠(80.9 LMS), 4-nitrophenol(83.1 LMS), pentachlorophenol(85.4 LMS), fenitrothion(88.3 LMS), musk ketone (89.8 LMS)을 포함해 라이브러리 매치 스코어가 더 낮은 Extractor 소스의 영향을 받았습니다. 이러한 스코어는 상대적으로 높지만, 농도 하락 및 식별이 점점 더 어려워지기 때문에 소스에서 화합물 전환이 더 큰 문제가 되고 있습니다. 요약하면 H_2 운반 가스를 사용하는 HydroInert 소스는 질량 스펙트럼 정확도를 유지하고 사용자가 기존 He 기반 질량 스펙트럼 라이브러리를 계속 사용할 수 있도록 합니다.

표 2. Extractor 소스와 He 운반 가스, Extractor 소스와 H_2 운반 가스, Agilent HydroInert 소스와 H_2 운반 가스를 사용해 SVOC, 농약 및 향료 화합물로 구성된 혼합물에 대한 LMS 비교.

분석물질	Extractor He LMS	Extractor H_2 LMS	HydroInert H_2 LMS
Aniline	98.6	92.3	97.7
1,4-dichlorobenzene-d_4	96.7	94.7	97.5
Nitrobenzene	95.7	80.9	94.3
Benzoic acid	93.3	87.7	97.2
Naphthalene-d_8	96.9	93.9	97.6
Acenaphthene-d_{10}	98.3	97.3	97.8
2,4-dinitrophenol	95.6	90.6	94.8
4-nitrophenol	89.5	83.1	94.8
4,6-dinitro-2-methylphenol	94.3	93.6	95.7
Pentachlorophenol	90.7	85.4	89.1
4-aminobiphenyl	96.9	95.8	97.9
Phenanthrene-d_{10}	97.7	93.3	97.2
Musk ambrette	86.6	86.3	89.5
Fenitrothion	95.6	88.3	97.0
Musk ketone	95.8	89.8	98.2
Benzidine	92.6	70.1	97.5
3,3'-dichlorobenzidine	97.3	89.8	95.3
Chrysene-d_{12}	96.0	84.8	93.5
Benzo[b]fluoranthene	97.8	70.1	98.4
Benzo[k]fluoranthene	97.8	96.8	98.4
Perylene-d_{12}	94.4	79.4	93.1

소스 세척 감소

수소 운반 가스를 사용할 때 관찰되는 장점 중 하나는 EI 소스 세척이 감소한다는 것입니다. 분석 동안 또는 분석 후에 저유속으로 소스에 수소를 공급하는 Agilent Jet Clean 자동 세척 소스를 사용할 때 이러한 장점이 관찰되었습니다.[2] HydroInert 소스를 사용할 때도 소스 세척 감소가 관찰되었습니다. 복잡한 토양 매트릭스와 미국 환경보호국(EPA) 분석법 8270 대상 분석물질 및 GC 또는 MS에 유지보수가 필요한 시점을 평가하기 위한 품질 관리 기준을 사용해 소스 수명을 조사하기 위한 일련의 실험을 완료했습니다. 한 실험에서는 He 운반 가스와 Extractor 소스 및 9mm Extraction 렌즈를 사용했고, 다른 실험에서는 H_2 운반 가스와 HydroInert 소스 및 9mm(HydroInert) Extraction 렌즈를 사용했습니다. He GC/MS 시스템은 평균적으로 약 365회 매트릭스 주입(총 581회 주입) 후 소스 세척이 필요했습니다. HydroInert 소스의 경우 소스가 허용 기준에 미달하기 전에 5,200회 매트릭스 주입을 완료했습니다. HydroInert Extraction 렌즈와 repeller를 교체 및 반환했고, 시스템을 수용 가능한 성능으로 복구할 수 있었습니다. 이때 HydroInert Extraction 렌즈와 repeller가 더럽고, GC 유지보수를 통해 분석법 기준을 충족할 수 없는 경우 교체하는 것이 좋습니다. 시간이 지나면서 세라믹 절연체도 더러워질 수 있기 때문에 Extraction 렌즈 절연체(부품 번호G3870-20445)를 동시에 교체할 수도 있습니다.

감도

응용 분야에 따라 감도는 H_2 운반 가스를 사용하면 영향을 받습니다. 특히 Extractor 소스와 같은 기존 MS 소스를 사용하는 경우 영향을 받습니다. 사용자에게는 신호 대 잡음비(S/N)가 감소하고 수소 상호 작용으로 인해 백그라운드 증가로 검출 한계(LOD)가 높아지거나 캘리브레이션을 위한 직선성 범위가 잠재적으로 감소하는 것으로 나타나는 경향이 있습니다. 일부 응용 분야에 HydroInert 소스를 사용했을 때 Extractor 소스와 비교해 화합물에 대한 존재비 또는 S/N 값이 증가하는 것이 관찰되었습니다. 예를 들어, Agilent 7697A 헤드스페이스 샘플러, 8890 GC 및 5977 Inert Plus GC/MSD를 사용해 물 시료의 휘발성 유기 화합물(VOC)를 테스트하는 방법으로 H_2 운반 가스를 사용하는 Extractor 소스와 HydroInert 소스에 대한 감도 및 S/N을 비교했습니다. 두 가지 예시 화합물, bromoform 및 carbon tetrachloride의 경우 존재비 및 S/N 증가가 그림 6에서 관찰됩니다. 동일한 분석에서 1,4-dioxane은 HydroInert 소스를 사용했을 때 존재비가 증가했지만, S/N은 Extractor 소스 결과와 비슷했습니다(그림 7). 모든 화합물, 매트릭스, 분석에서 결과가 동일하거나 개선되는 것은 아니지만, 수소를 사용하도록 여러 기기를 전환하기 전에 제한된 용량에서 테스트해야 합니다.

H_2 운반 가스를사용할 때 HydroInert 소스의 감도를 입증하기 위해 10fg/µL의 octafluoronaphthalene(OFN)(부품 번호 5190-0585)을 GC/MS/MS 감도 테스트 목적으로 구매했습니다. 탠덤 사중극자 GC/MS/MS 시스템의 경우 4fg가 최대 허용 가능 기기 검출 한계(IDL)이고, 4.0fg 이하의 값일 때 통과로 간주됩니다. 8890 GC 및 7000E QQQ GC/MS 시스템에 설치된 HydroInert 소스와 H_2 운반 가스의 IDL을 평가하기 위해 12회 OFN 주입에 대한 네 가지 데이터 세트를 완성했습니다. 네 가지 IDL 값은 2.1, 4.0, 2.0, 3.5fg이고, 평균은 2.9fg로 모두 기준을 통과했습니다.

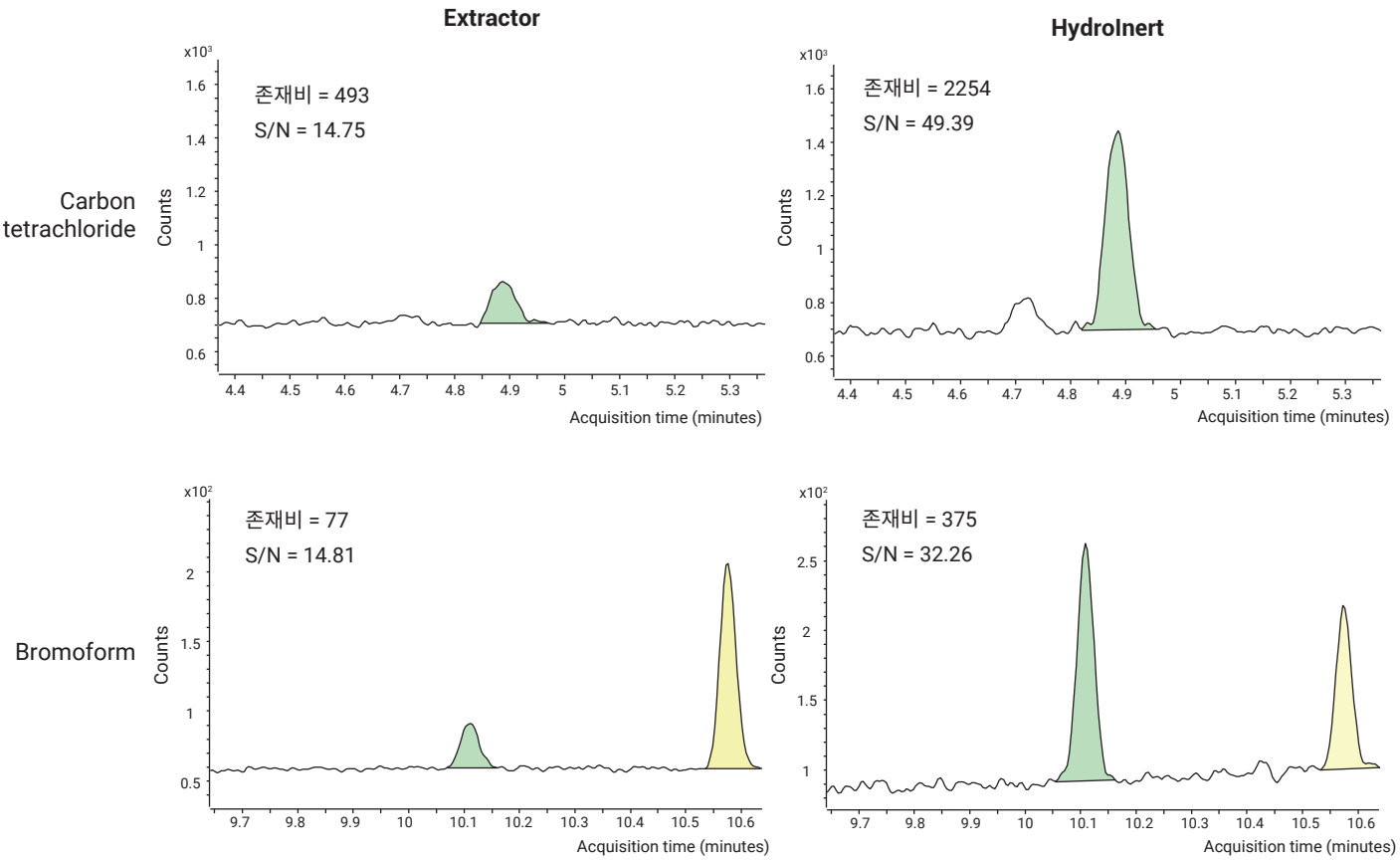

그림 6. 존재비 및 S/N에 초점을 맞추고 수소 운반 가스를 사용할 때 carbon tetrachloride 및 bromoform에 대한 Agilent HydroInert 소스 및 Extractor 소스 EIC 비교.

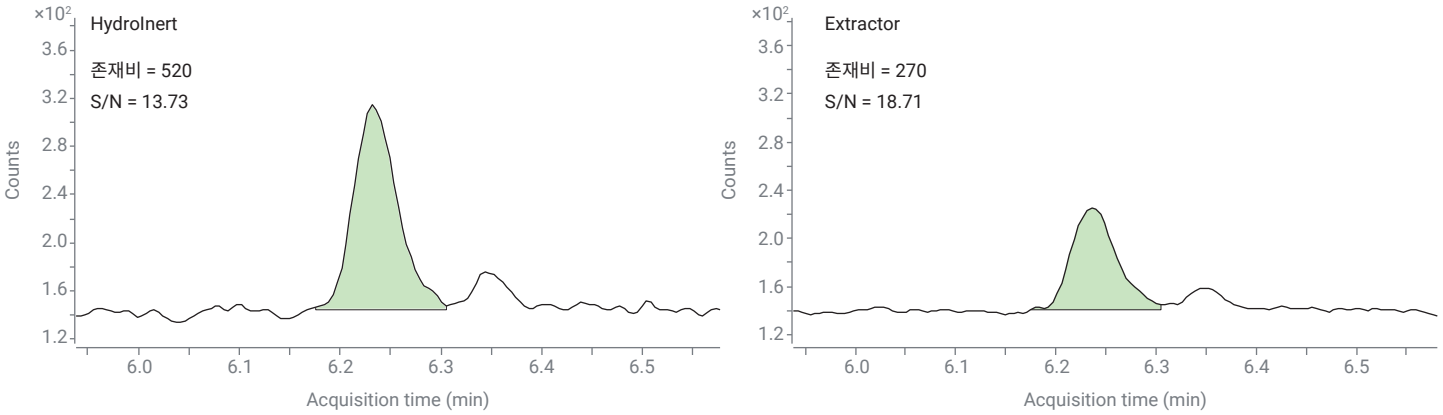

그림 7. 존재비 및 S/N에 초점을 맞추고 수소 운반 가스를 사용할 때 1,4-dioxane에 대한 Agilent HydroInert 소스 및 Extractor 소스 EIC 비교.

테스트된 응용 분야

HydroInert 소스와 H_2 GC/MS 및 GC/MS/MS 분석을 평가하기 위해 일련의 응용 분야를 선택했습니다. 다음 섹션은 SVOC 분석, 농약 분석, PAH 및 기타 응용 분야에 H_2 운반 가스와 HydroInert 소스를 사용했을 때의 결과를 보여줍니다. 테스트를 기반으로 H_2 운반 가스를 사용할 때 일반 Inert Plus 시스템과 비교해 HydroInert Inert Plus 시스템의 성능을 요약해 보여주는 표 3을 만들었습니다. 질량 스펙트럼에서 이온 분열 분포 변화가 나타나거나 분해, 수소화 또는 탈염으로 인해 화합물 식별 오류가 나타나는 경우 결과를 "허용 불가"로 분류했습니다. 일부 응용 분야의 경우 "일반" GC/MS 시스템과 각 9mm Extraction 렌즈를 사용하는 HydroInert 시스템 간의 질량 스펙트럼 정확도 측면에서 비교 가능한 결과가 있었고(예: 탄화수소 및 PAH 분석), 이러한 응용 분야를 "중립" 응용 분야로 분류했습니다. HydroInert 소스는 (H_2 운반 가스가 존재할 때) 질량 스펙트럼 정확도를 유지하고 기준으로 헬륨 라이브러리를 사용해 화합물을 올바르게 식별할 수 있는 경우 해당 응용 분야의 결과가 "분별"된 것으로 분류했습니다.

표 3. 예시 화합물 포함 테스트된 화합물 계열, 일반적인 Inert Plus 소스 및 Agilent HydroInert 소스와 함께 수소 운반 가스를 사용하는 경우 성능.

화합물 계열	예시 화합물	H_2 운반 가스 + 일반 GC/MS 소스	H_2 운반 가스 + HydroInert 소스
니트로 화합물	Nitrobenzene, fenitrothion, ethalfluralin	허용 불가	분별
고염소화 화합물	DDT, Endrin, heptachlor, BHC compounds, pentachlorophenol	허용 불가	분별
PAH	Benzo(b)fluoranthene, benzo[g,h,i]perylene, fluoranthene	중립	중립
Alkanes >C_{24}	Tetracosane (C_{24}), octatriacontane (C_{38})	중립	중립
농약	Deltamethrin, fipronil, permethrin, captan	허용 불가	분별
향/향료 화합물	Musk ketone, musk ambrette, linalool	허용 불가	분별
VOC	1,4-dioxane, trichloromethane, bromodichloromethane	중립	분별

– 질량 스펙트럼 정확도 또는 화합물 식별 오류가 나타나는 경우 "허용 불가"로 분류되었습니다
– 수소 운반 가스를 사용할 때 일반 GC/MS 시스템 및 HydroInert 소스 전체에서 결과가 매우 유사한 경우 "중립"으로 분류되었습니다
– HydroInert 소스가 질량 스펙트럼 정확도를 유지하고 헬륨 라이브러리를 기준으로 화합물을 올바르게 식별하는 경우 "분별"로 분류되었습니다

탄화수소

n-decane(C_{10})~*n*-octatriacontane(C_{38})의 탄화수소 "사다리"는 GC/MS 시스템에서 냉각점과 활동을 평가하는 데 사용할 수 있습니다. 이때 특히 H_2 운반 가스를 사용하는 경우 분자량이 높은 화합물은 피크 모양이 불량하고 현저한 테일링(>2.0)이 나타납니다. 구체적으로 기존 Extractor 소스와 HydroInert 소스를 비교하기 위해 각 선형 사슬 구조 탄화수소 피크의 테일링 인자를 검토해 HydroInert 소스의 피크 모양이 더 불량하지 않는다는 점을 확인했습니다. HydroInert TIC는 그림 8A와 같으며, 탄화수소에 대한 기존 Extractor 소스 TIC는 그림 8B와 같습니다. TIC 비교는 H_2 운반 가스를 사용할 때 C_{22}(테일링 인자, 1.27)부터 Extractor 소스에 대한 현저한 피크 테일링이 나타나고, C_{26}에서 테일링 인자가 2.1로 증가하고, C_{38}(테일링 인자, 10.2)에서 계속 증가해 극단적인 테일링이 나타남을 보여줍니다. 반면에 HydroInert 소스에 대한 TIC 데이터에서는 개선된 피크 모양이 나타나는 데, 이상적인 테일링 인자가 1.0일 때 테일링 인자의 범위가 0.6~0.9입니다. HydroInert 소스와 H_2 운반 가스를 사용했을 때 나타나는 피크 모양 개선은 H_2 운반 가스를 사용하는 기존 Extractor 소스와 비교했을 때 질량 분석기의 열 안정성과 활동 감소를 의미합니다.

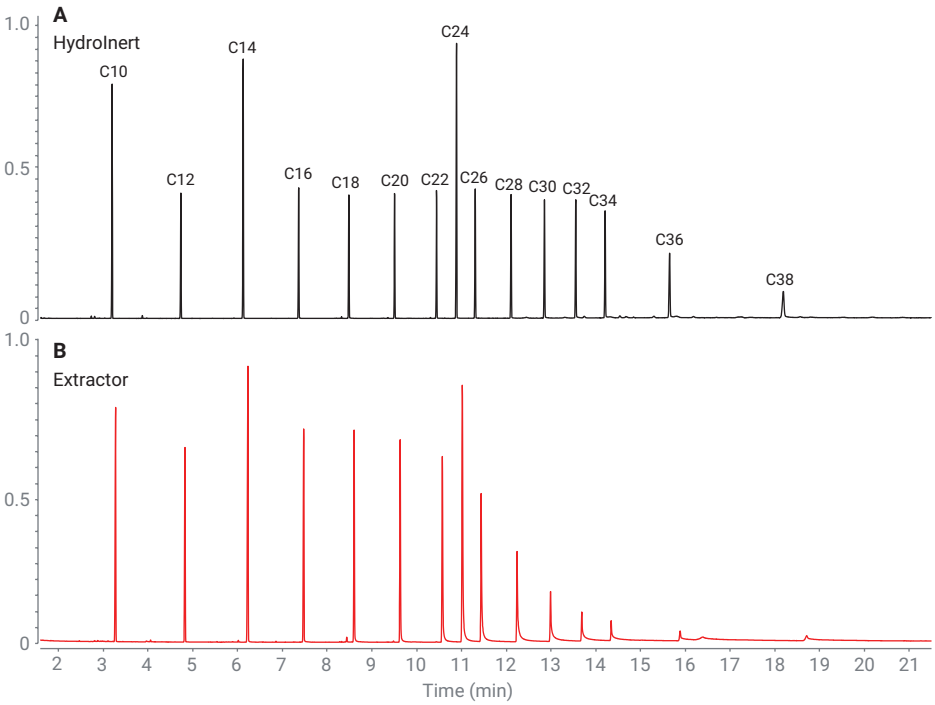

그림 8. (A) Agilent HydroInert 소스 및 (B) 기존 Extractor 소스와 함께 수소 운반 가스를 사용하는 경우 관찰된 테일링(또는 테일링 없음)을 시각적으로 나타내기 위한 *n*-decane(C_{10})~*n*-octatriacontane(C_{38})의 선형 사슬 구조 탄화수소의 TIC.

준휘발성 화합물 분석 EPA 8270 및 PAHs

미국 EPA 분석법 8270(버전 8270D 및 8270E)에는 고형 폐기물, 토양, 공기, 물 추출물의 GC/MS 분석 대상이 되는 200개 이상의 화합물 목록이 포함되어 있습니다.[3,4] 분석법 8270에는 산성, 염기성, 중성 화합물 및 PAH의 여러 분석물질 부류에 걸친 SVOC가 포함되어 있습니다. 다양한 화합물 계열과 실험실에서 응용 때문에 HydroInert 소스 EPA 8270 분석물질 테스트의 한계와 응용 범위를 이해하는 데 목적이 있습니다. 표 2의 스크리닝 혼합물은 EPA 분석법 8270 목록에서 확인할 수 있는 다양한 준휘발성 화합물로 구성되어 있으며, 이 목록은 NIST와 같은 헬륨 기반 라이브러리와 비교해 LMS가 높을 때 예상되는 질량 스펙트럼 조각의 머무름을 보여줍니다. 또한 그림 10은 68개의 SVOC 및 PAH 혼합물에 H_2 운반 가스를 사용할 때 Extractor 소스(상단)과 HydroInert 소스(하단)을 비교해 보여주며, Extractor 소스와 비교했을 때 HydroInert 소스의 개선된 피크 모양과 우수한 피크 모양을 보여줍니다.

EPA 8270의 중요한 구성 요소는 decafluorotriphenylphosphine(DFTPP)의 이온 비율과 관련이 있는 튜닝 기준입니다. EPA 분석법 8270을 GC/MS/MS 시스템에서 테스트했으며, 여기서 Etune 알고리즘을 권장 튜닝으로 사용했습니다 (이전 응용 자료에서 언급한 적이 있음).[5] GC/MS SQ 시스템의 경우 EPA 분석법 8270E 및 EPA 분석법 8270D의 표 3에 나와 있는 DFTPP 이온 비율 기준을 사용해 HydroInert 소스와 H_2 운반 가스를 테스트했습니다.[3,4] EPA 분석법 8270D에는 EPA 525 기준 표를 반영하는 EPA 8270E보다 더 많은 이온 비율 기준이 포함되어 있습니다. 표 4는 25ng/µL에서 DFTPP 이온 비율의 상대적 존재비, 분석법 기준 및 측정된 상대적 존재비가 기준과 일치하는

경우를 요약해 보여줍니다. 여기에서 확인할 수 있는 것처럼, 모든 측정된 상대적 존재비는 8270E 및 8270D 이온 비율 기준을 모두 통과합니다.

분석에서 헬륨 대신 수소 운반 가스를 사용할 때 SQ 및 QQQ 시스템 모두에 감응 계수(RF) 유지 및 감도와 관련된 우려가 항상 존재합니다. 표 5에는 EPA 분석법 8270E 표4의 RF(지침 기준), 헬륨 운반 가스를 사용할 때 GC/MS 분석의 RF, HydroInert 소스와 수소 운반 가스를 사용할 때 GC/MS 분석에 대한 RF, HydroInert 소스와 수소 운반 가스를 사용할 때 GC/MS/MS 분석에 대한 RF가 나열되어 있습니다. 모든 테스트 시스템에서 소스 유형에 따라 9mm Extraction 렌즈를 사용했습니다(예를 들어, HydroInert 소스에는 HydroInert 9mm Extraction 렌즈 사용). EPA 분석법 8270E 표 4의 RF는 지침 기준으로 분석법 통과를 위한 요구 사항은 아니지만, RF가 이러한 지침 값과 비슷할 경우 이상적입니다. He GC/MS 분석의 경우 다음 두 가지 화합물의 RF가 지침 기준보다 낮았습니다. hexachloroethane 및 N-nitroso-di-*n*-propylamine. H_2 HydroInert GC/MS 분석의 경우 다섯 가지 추가 화합물의 RF가 지침 기준보다 낮았으며, 네 가지가 0.1 포인트 내에 포함되었습니다. 예를 들어, bis(2-chloroethyl)ether에 대한 지침 RF 기준은 0.7이고 H_2 HydroInert GC/MS RF는 0.6입니다. H_2 HydroInert GC/MS/MS 분석의 경우 He GC/MS 시스템보다 RF 값이 낮은 화합물이 15개 이상이지만, GC/MS/MS는 일반 캘리브레이션 범위가 100pg/µL~100ng/µL일 때 농도 수준이 20pg/µL까지 낮은 화합물을 분석할 수 있는 가능성을 열어줍니다. 감도와 관련해 EPA 8270에 대한 이전 응용에서 96개의 화합물을 He 운반 가스를 사용해 GC/MS에서 분석했습니다.[6] 이러한 화합물을 HydroInert 소스 및 H_2 운반 가스(GC/MS 사용)를 사용하는 동일한 세트와 비교했을 때 다음 다섯 가지 화합물만 직선성 범위가 비슷했습니다. hexachlorobutadiene, 2,6-dinitrotoluene, diethyl phthalate, 2,4-dinitrotoluene,

표 4. DFTPP 이온, EPA 분석법 8270D 및 8270E,3,4 측정된 상대적 존재비의 존재비 기준 및 상대적 존재비의 통과/실패.

타겟 질량(*m/z*)	이온 존재비 기준	측정된 상대적 존재비	통과/실패
51	*198*m/z*의 10~80%	11.4%	통과
68	69*m/z*의 < 2%	1.7%	통과
69	Present	27.2%	통과
70	69*m/z*의 < 2%	1.0%	통과
127	*198*m/z*의 10~80%	31.1%	통과
197	198*m/z*의 < 2%	0.1%	통과
198	기본 피크 또는 present *또는 442*m/z*의 >50%	73.7%	통과
199	198*m/z*의 5~9%	7.4%	통과
275	기본 피크의 10~60%	29.2%	통과
365	기본 피크의 >1%	3.5%	통과
441	443*m/z*의 <150% *present, 442의 <24%	86.4% *16.7%	통과
442	기본 피크 또는 present *또는 198*m/z*의 >50%	100%(기본 피크)	통과
443	442*m/z*의 15~24%	23.4%	통과

* EPA 분석법 8270E 요구 사항과 다른 EPA 분석법 8270D 요구 사항을 나타냅니다.

표 5. EPA 분석법 8270E의 일부 화합물에 대한 감응 계수(RF)(EPA 분석법의 표 4)[4], GC/MS SQ 분석 및 He 운반 가스, GC/MS SQ 분석 및 Agilent HydroInert 소스 및 H_2 운반 가스 및 GC/MS/MS 탠덤 사중극자 분석 및 HydroInert 소스와 H_2 운반 가스.

화합물	EPA 분석법 8270E[4]의 감응 계수(RF)	RF He GC/MS	RF H_2 HydroInert GC/MS	RF H_2 HydroInert GC/MS/MS
Acenaphthene	0.9	1.3	1.1	0.2
Acenaphthylene	0.9	1.9	1.4	0.1
Acetophenone	0.01	1.2	0.4	1.0
Anthracene	0.7	1.1	1.0	0.9
Benzo(a)anthracene	0.8	1.4	1.5	1.0
Benzo(a)pyrene	0.7	1.2	0.9	0.9
Benzo(b)fluoranthene	0.7	1.4	1.2	1.2
Benzo(g,h,i)perylene	0.5	1.1	1.0	1.3
Benzo(k)fluoranthene	0.7	1.2	1.2	1.3
Bis(2-chloroethoxy)methane	0.3	0.4	0.3	0.7
Bis(2-chloroethyl)ether	0.7	0.8	0.6	0.5
Bis-(2-ethylhexyl)phthalate	0.01	0.8	0.5	0.2
4-Bromophenyl-phenyl ether	0.1	0.3	0.2	0.2
Butyl benzyl phthalate	0.01	0.6	0.3	0.1
4-Chloroaniline	0.01	0.4	0.4	0.6
4-Chloro-3-methylphenol	0.2	0.3	0.2	0.4
2-Chloronaphthalene	0.8	2.4	1.0	0.8
2-Chlorophenol	0.8	0.8	0.7	0.5
4-Chlorophenyl-phenyl ether	0.4	0.7	0.5	0.3
Chrysene	0.7	1.2	1.1	0.4
Dibenz(a,h)anthracene	0.4	1.1	1.0	0.2
Dibenzofuran	0.8	1.7	1.5	1.4
Di-*n*-butyl phthalate	0.01	1.3	0.8	0.8

pentachlorophenol. 처음 세 가지 화합물은 100pg/µL가 아니라 200pg/µL부터 시작해 농도 수준 하나만큼 작았고, H_2 HydroInert 분석에 대한 2,4-dinitrotoluene 캘리브레이션 범위는 0.1~75ng/µL였습니다. H_2 HydroInert GC/MS 분석 시 pentachlorophenol 농도 범위는 100pg/µL가 아니라 500pg/µL에서 시작합니다. benzoic acid의 경우 HydroInert 및 H_2 운반 가스를 사용할 때 캘리브레이션 범위가 0.8~100ng/µL로 He 운반 가스와 동일하게 나타났습니다. 테스트 대상이 된 대부분의 준휘발성 화합물의 경우 H_2 운반 가스와 HydroInert 소스는 He 운반 가스에서 일반적으로 관찰되는 감도를 유지합니다.

화합물	EPA 분석법 8270E[4]의 감응 계수(RF)	RF He GC/MS	RF H_2 HydroInert GC/MS	RF H_2 HydroInert GC/MS/MS
3,3'-Dichlorobenzidine	0.01	0.5	0.4	0.1
2,4-Dichlorophenol	0.2	0.3	0.2	0.4
Diethyl phthalate	0.01	1.4	1.0	0.6
Dimethyl phthalate	0.01	1.4	1.0	0.8
2,4-Dimethylphenol	0.2	0.3	0.3	0.4
4,6-Dinitro-2-methylphenol	0.01	0.2	0.1	0.01
2,4-Dinitrophenol	0.01	0.2	0.1	0.02
2,4-Dinitrotoluene	0.2	0.4	0.2	0.03
2,6-Dinitrotoluene	0.2	0.3	0.2	0.03
Di-*n*-octyl phthalate	0.01	1.3	0.8	0.4
Fluoranthene	0.6	1.2	1.2	0.4
Fluorene	0.9	1.3	1.2	1.4
Hexachlorobenzene	0.1	0.3	0.3	0.4
Hexachlorobutadiene	0.01	0.2	0.2	0.4
Hexachlorocyclopentadiene	0.05	0.3	0.1	0.03
Hexachloroethane	0.3	0.2	0.1	0.14
Indeno(1,2,3-cd)pyrene	0.5	1.2	1.2	1.0
Isophorone	0.4	0.6	0.4	0.3
2-Methylnaphthalene	0.4	0.7	0.7	1.7
2-Methylphenol	0.7	0.7	0.6	0.5
4-Methylphenol	0.6	1.0	0.3	0.7
Naphthalene	0.7	1.1	1	0.9
2-Nitroaniline	0.01	0.4	0.23	0.05
3-Nitroaniline	0.01	0.3	0.18	0.03
4-Nitroaniline	0.01	0.3	0.21	0.13
Nitrobenzene	0.2	0.3	0.2	0.3
2-Nitrophenol	0.1	0.2	0.11	0.1
4-Nitrophenol	0.01	0.2	0.14	0.05
N-Nitroso-di-*n*-propylamine	0.5	0.4	0.4	0.03
N-Nitrosodiphenylamine	0.01	2.05	0.9	2.3
2,2'-Oxybis-(1-chloropropane)	0.01	0.45	0.54	0.03
Pentachlorophenol	0.05	0.18	0.1	0.1
Phenanthrene	0.7	1.2	1.1	1.1
Phenol	0.8	0.9	0.7	0.3
Pyrene	0.6	1.3	1.2	0.4
1,2,4,5-Tetrachlorobenzene	0.01	0.38	0.31	0.23
2,3,4,6-Tetrachlorophenol	0.01	0.36	0.17	0.07
2,4,5-Trichlorophenol	0.2	0.3	0.3	0.2
2,4,6-Trichlorophenol	0.2	0.3	0.2	0.2

직선성 범위 유지에 대한 또 다른 예시인 그림 9는 He 운반 가스를 사용할 때(그림 9A 상단)와 H_2 운반 가스와 HydroInert 소스를 사용할 때(그림 9B 하단) 니트로벤젠의 직선성 범위를 비교합니다. He의 경우 6.33% RSD, H_2 운반 가스와 HydroInert 소스의 경우 6.59% RSD로 He 및 H_2 + HydroInert 소스 결과 간에 평균 RF RSD 퍼센트가 놀라울 정도로 비슷합니다.

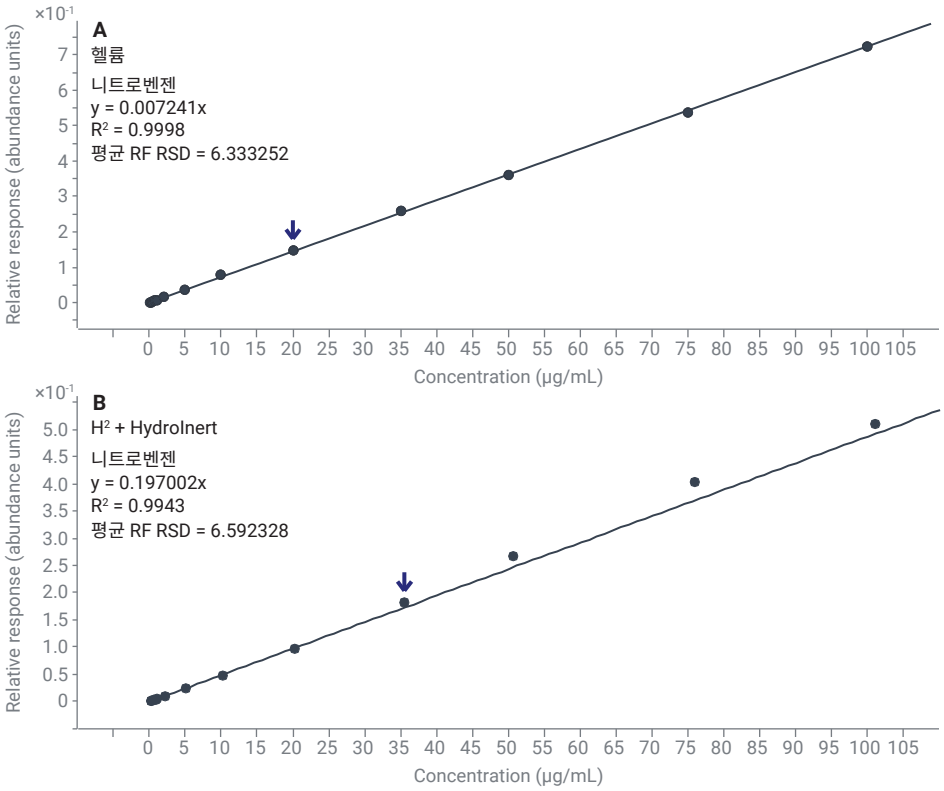

그림 9. Agilent HydroInert 소스와 (A) He 및 (B) H_2 운반 가스를 사용해 GC/MS 시스템에서 수집한 니트로벤젠 직선성 범위(0.1~100ng/µL).

PAH는 매우 안정적인 방향족 탄화수소이기 때문에 GC/MS 및 GC/MS/MS를 사용한 H_2 분석으로 전이되는 화합물 계열입니다.[7] PAH도 HydroInert 소스를 사용해 테스트했습니다. HydroInert 소스와 H_2 운반 가스를 함께 사용하는 경우 그림 10 및 11에서 확인할 수 있는 것처럼, 동일한 분석법과 운반 가스 조건을 적용한 Extractor 이온과 비교했을 때 개선된 피크 모양과 분해능이 관찰되었습니다. benzo(b) fluoranthene, benzo(k)fluoranthene, benzo(g,h,i)perylene과 같이 나중에 용리되는 PAH에서 가장 두드러지게 나타납니다(그림 11).

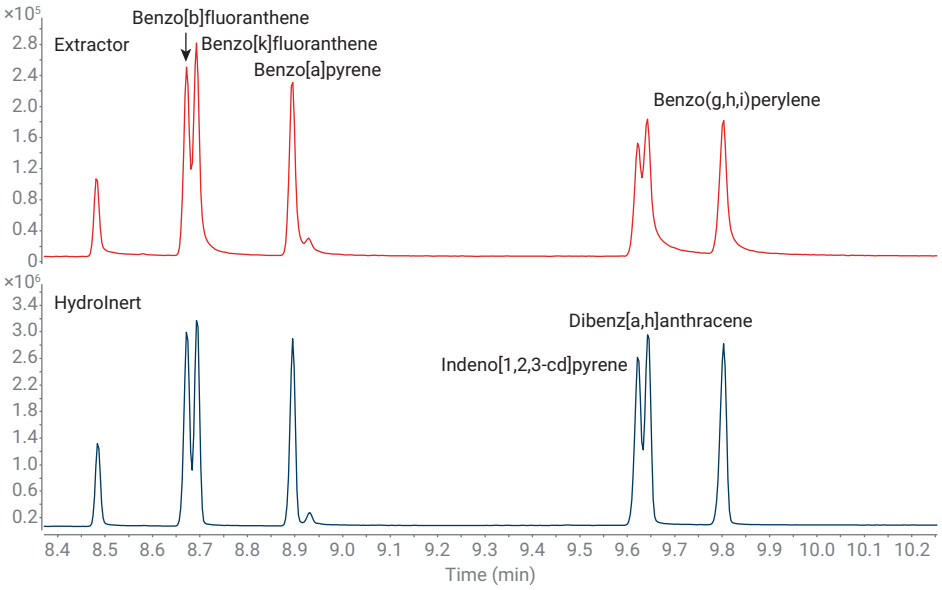

그림 11. 50ng/µL에서 H_2 운반 가스를 Extractor 소스와 Agilent HydroInert 소스와 함께 사용할 때 이러한 화합물의 피크 모양과 분해능을 비교하기 위해 나중에 용리되는 PAH 영역 확대.

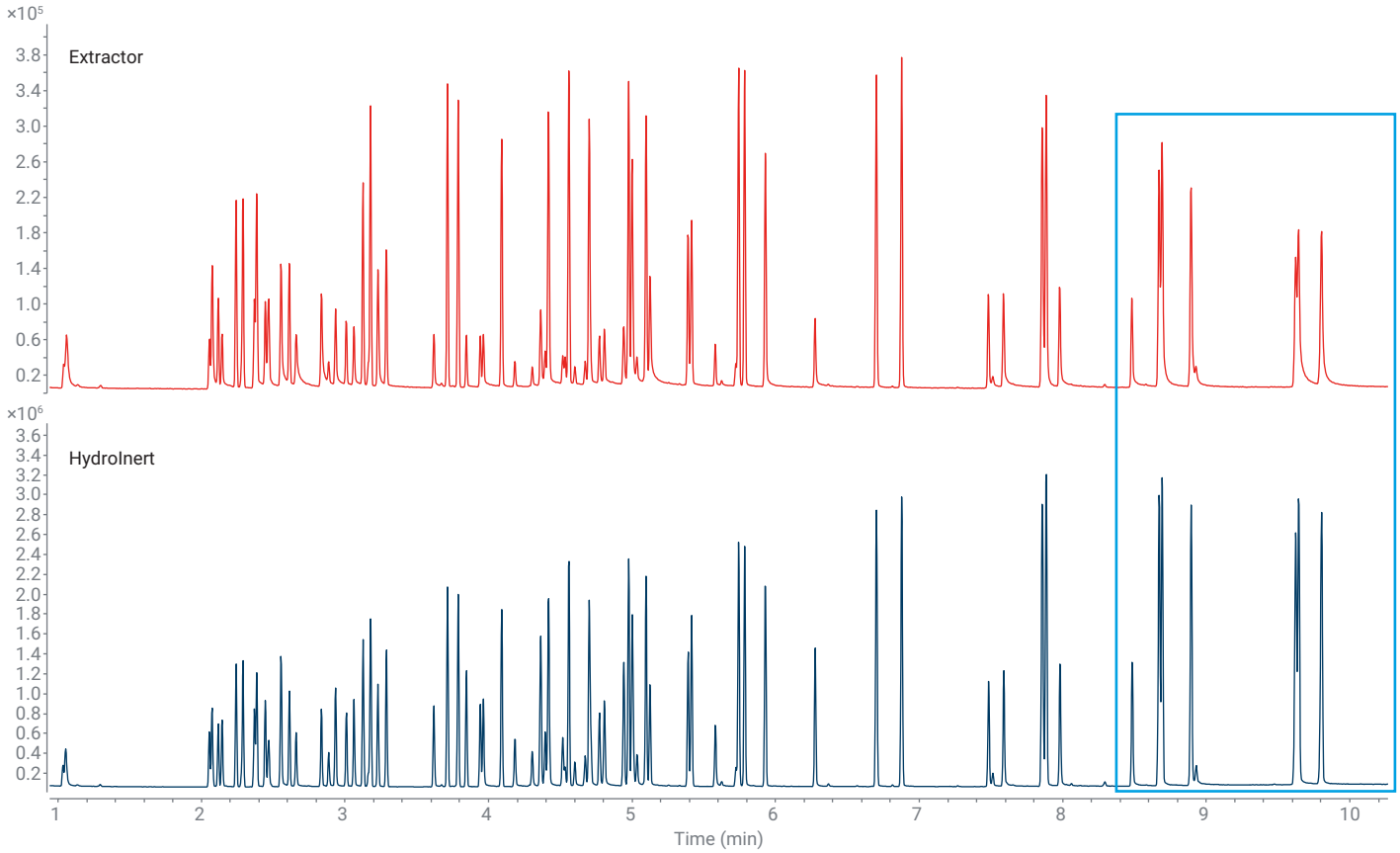

그림 10. EPA 분석법 8270C과 관련해 50ng/µL에서 68가지 표적 분석물질을 대상으로 Extractor 소스 및 Agilent HydroInert 소스를 사용하는 경우 H_2 운반 가스의 피크 모양 및 분해능 비교.

농약 분석

농약 분석을 위해 8890 GC 및 7000E QQQ GC/MS의 컬럼중간 백플러시 설정을 2개의 HP-5ms Ultra Inert GC 컬럼(20m × 0.18mm, 0.18µm)으로 구성하고, Agilent purged Ultimate union(PUU), H_2 운반 가스 및 HydroInert 소스를 통해 연결했습니다. H_2 운반 가스를 사용하는 이 컬럼 세트 덕분에 원래 15 × 15m(0.25mm × 0.25µm) HP-5ms Ultra Inert GC 컬럼 설계 및 He 운반 가스를 사용해 수집한 MRM 전이와 머무름 시간에 대한 Agilent pesticide and environmental pollutants(P&EP) 다중 반응 모니터링(MRM)을 사용할 수 있었습니다. 20 × 20m 설정에서는 머무름 시간이 고정되었습니다. 니트로 화합물 및 고염소화 화합물처럼 농약 분석에서 일반적으로 관찰되는 다양한 화합물 계열의 질량 스펙트럼을 평가하기 위해 여러 세트의 농약 표준물질을 테스트했습니다. 이러한 혼합물에 함유된 농약의 예로는 deltamethrin, ethalfluralin, fipronil, cyfluthrin, permethrin, captan, parathion, endrin 및 heptachlor가 있습니다. 농약 화합물은 3mm Extraction 렌즈, He에서 농약 극미량 분석을 위한 권장 렌즈가 장착된 Inert Plus 소스 및 9mm Extraction 렌즈가 장착된 HydroInert 소스를 사용해 H_2 운반 가스로 테스트했습니다. 첫 번째 테스트에서는 H_2 운반 가스를 사용했을 때 다양한 농약에 대한 조각화 프로필이 유지되는지의 여부, 이온 존재비가 변화하는지의 여부 또는 새로운 수소화 생성 이온이 두 가지 소스 사례 모두에서 식별되는지의 여부를 이해하기 위해 획득에 스캔 모드를 사용했습니다. Ethalfluralin에는 두 가지 니트로 작용기가 함유되어 있으며, 가장 존재비가 높은 이온의 변화는 다섯 가지 상위 EIC가 오버레이될 때 가장 잘 보입니다. 소스 비교는 그림 12와 같습니다. 헬륨 수집 질량 스펙트럼에서 Ethalfluralin에

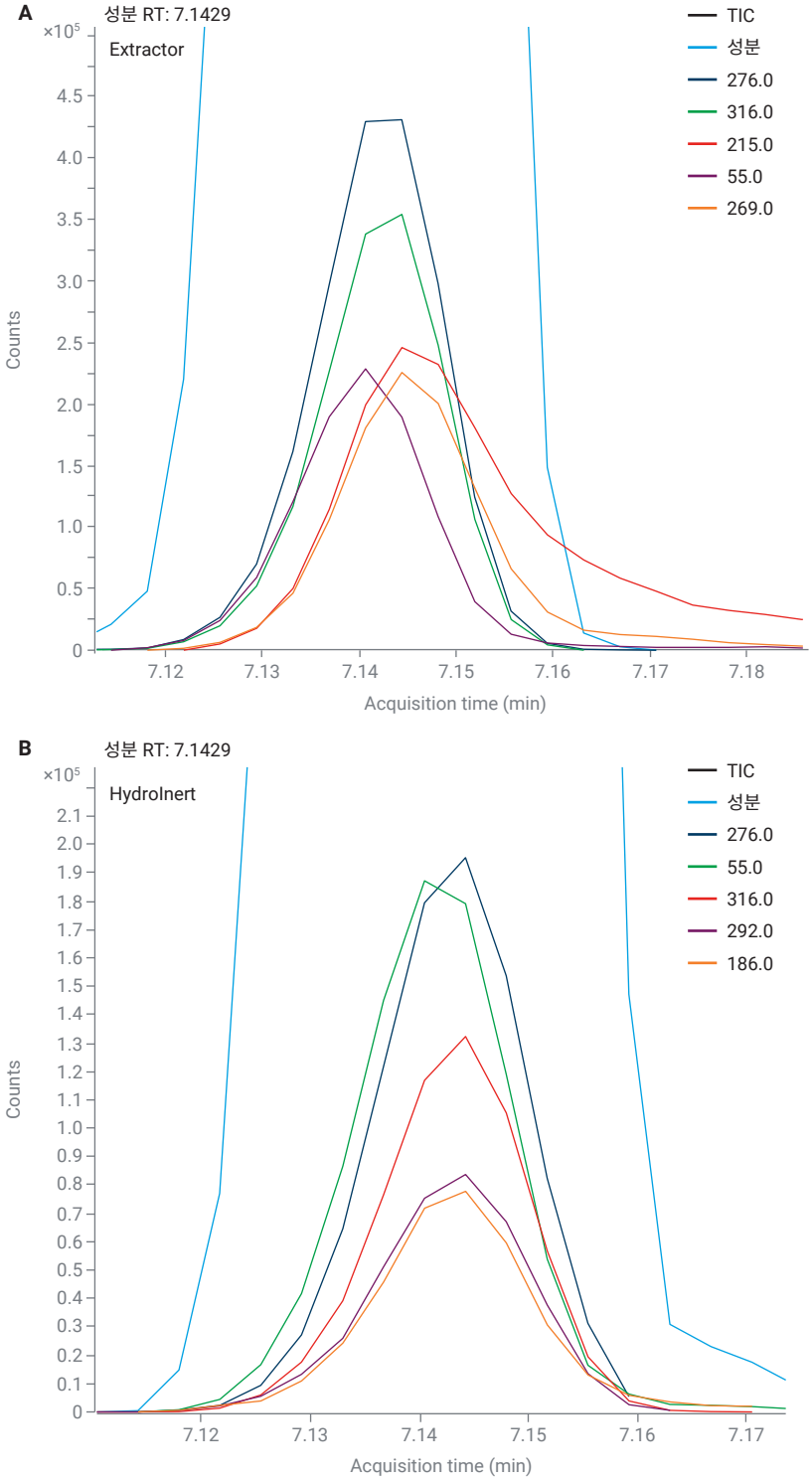

그림 12. H_2 운반 가스를 사용하는 경우 ethalfluralin에 대한 존재비가 가장 높은 다섯 가지 이온의 EIC 및 (A) Extractor 소스와 3mm Extraction 렌즈, (B) Agilent HydroInert 소스와 9mm Extraction 렌즈.

대해 가장 존재비가 높은 다섯 가지 이온은 55*m/z*, 276*m/z*, 316*m/z*, 318*m/z*, 292*m/z*입니다. 소스에서 니트로 작용기가 수소화되면 질량 스펙트럼에서 269*m/z*가 현저한 영향을 미치는데, 이는 기준 He 질량 스펙트럼에서는 상당한 이온이 아닙니다. H_2 운반 가스와 Extractor 소스(Inert Plus)의 경우 그림 12A는 269*m/z* 및 215*m/z*를 포함해 존재비가 가장 높은 다섯 가지 이온을 보여주며, 이는 소스에서의 수소화를 나타냅니다. 존재비가 가장 높은 이온에서 재배열도 일어났습니다. 55*m/z*는 억제되어 존재비가 네 번째로 가장 높은 이온이 되었고, 316*m/z*는 순위가 올라가고, 일반 He 스펙트럼에서는 영향력이 작은 215*m/z*가 포함되었습니다. 이와 비교해 HydroInert 소스를 사용하는 동일한 실험 결과를 보여주는 그림 12B에는 269*m/z*가 존재비가 가장 높은 다섯 가지 이온에 포함되지 않아 수소화가 이루어지지 않았음을 나타냅니다. H_2가 존재할 때 HydroInert 소스를 사용하면 예상한 이온 존재비가 유지되기 때문에 분석법 개발자들은 동일한 MRM 전이 또는 Selected ion monitoring (SIM) 이온을 사용할 수 있고, 수소 운반 이온으로의 전이에 필요한 시간도 감소합니다.

H_2 운반 가스를 사용했을 때 Extractor 소스와 HydroInert 소스 간의 차이점은 Deltamethrin에서도 관찰되었습니다. Deltamethrin은 cyano (4-phenoxyphenyl)methyl-2,2-dimethylcyclopropanecarboxylate 구조가 있는 농약 화합물 중의 하나입니다. 이 계열의 화합물은 Cyclopropane 구조 다음에 오는 작용기가 다릅니다. 이러한 화합물은 209*m/z*, *m*-phenoxyphenylacetonitrile 구조와 관련이 있는 주요 조각을 포함하는 ester 작용기의 C–O 결합에서 분열 지점을 공유합니다. 일반적으로 이 209*m/z* 조각이 Deltamethrin 질량 스펙트럼에서 나타나지만, 존재비는 더 낮습니다. 스캔 획득으로 얻은 Deltamethrin 결과를 MassHunter Unknowns Analysis 소프트웨어에서 검토했고, 몇 가지 사례에서는 Extractor 소스를 사용했을 때 일반적인 머무름 시간인 18.17분에서 Deltamethrin이 식별되지 않았습니다. 대신 그림 13A에서 확인할 수 있는 것처럼, *m*-phenoxyphenylacetonitrile이 식별되었는데, 209*m/z*에서 존재비가 높고 253*m/z*에서는 이온 존재비가 나타나지 않았습니다. Extractor 소스를 사용하는 일부 다른 분석에서 Deltamethrin이 식별되었지만(그림 13B), 70대 범위의 LMS가 나타났고 209*m/z*에서 존재비가 높았습니다. 그림 13C에서는 Deltamethrin의 LMS 값이 91~94로 식별되었고 deconvoluted 질량 스펙트럼은 하단의 (He) NIST 라이브러리 스펙트럼과 놀라울 정도로 유사합니다.

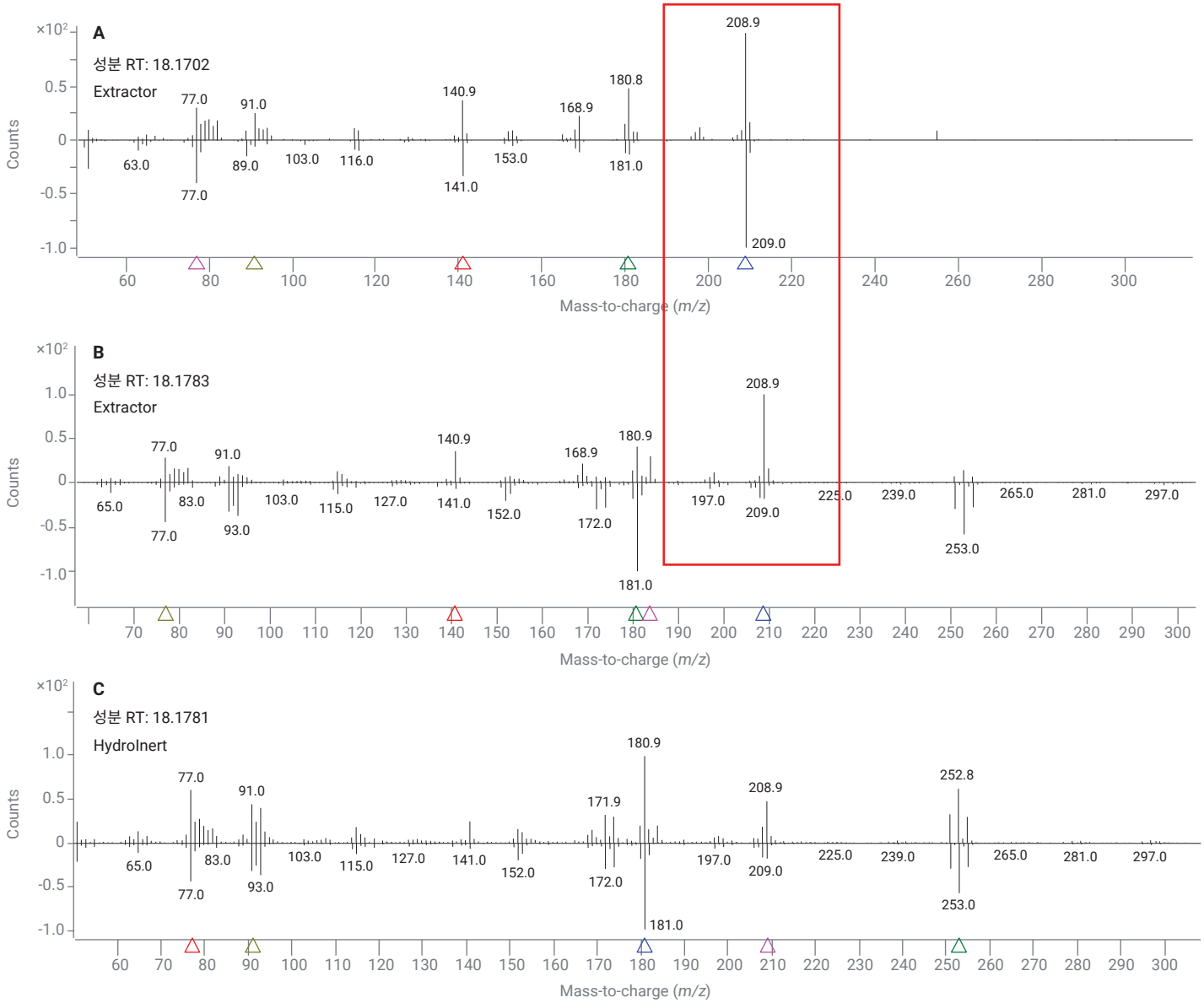

그림 13. H_2 운반 가스를 사용하는 경우 Deltamethrin에 대한 Deconvoluted 질량 스펙트럼(각 하위 그림의 상단)과 라이브러리 질량 스펙트럼, NIST17.L(각 하위 그림의 하단)의 헤드-테일 비교 및 (A) Extractor 소스와 3mm Extraction 렌즈를 사용해 1회 분석, (B) Extractor 소스와 3mm Extraction 렌즈를 사용해 2회 분석, (C) Agilent HydroInert 소스와 9mm Extraction 렌즈.

휘발성 유기 화합물(VOC)

VOC의 경우 6mm HydroInert extraction 렌즈를 권장하지만, 9mm HydroInert extraction 렌즈도 옵션이 될 수 있습니다. 물 시료의 낮은 µg/L 수준에서 휘발성 화합물을 빠르게 식별하고 정량하기 위한 분석법이 개발되었습니다. Agilent 8697 헤드스페이스 샘플러, 8890 GC 및 5977C GC/MSD 조합을 H_2 운반 가스와 새 HydroInert EI 소스를 함께 사용하면 물에 함유된 많은 휘발성 유기 화합물을 분석할 수 있는 이러한 기능을 제공합니다. 현지 규정에서 허용하는 경우 헤드스페이스 접근법이 퍼지앤트랩 샘플링보다 더 간단한 대안을 제공하는 경우가 많습니다. 그림 14의 데이터는 스펙트럼 확인을 포함해 광범위한 스크리닝을 위해 스캔 모드에서 분석한 결과로 선택 표적물질에 대한 SIM 획득으로 더 낮은 수준을 측정하는 것이 가능했습니다. 존재비가 가장 높은 예상 이온을 포함해 네 가지 trihalomethanes 식별은 H_2 운반 가스가 존재할 때 HydroInert 소스가 할로겐 이탈을 방지할 수 있음을 보여줍니다. 또한 표 6은 deconvoluted 스펙트럼과 NIST 라이브러리를 비교해 얻은 LMS를 표 형식으로 보여줍니다. 매치 스코어 80 이상은 He를 사용해 수집한 NIST 라이브러리 질량 스펙트럼과 비교했을 때 HydroInert 소스에서 H_2 운반 가스를 사용하는 경우 일반 조각화 패턴의 우수한 머무름을 나타냅니다.

표 6. H_2 운반 가스와 Agilent HydroInert 소스를 사용해 분석한 일부 저농도(µg/L) trihalomethanes에 대한 NIST 헬륨 라이브러리 스코어.

	머무름 시간(분)	NIST LMS
Trichloromethane	2.107	93
Bromodichloromethane	2.792	86
Dibromochloromethane	3.526	88
Tribromomethane	4.267	80

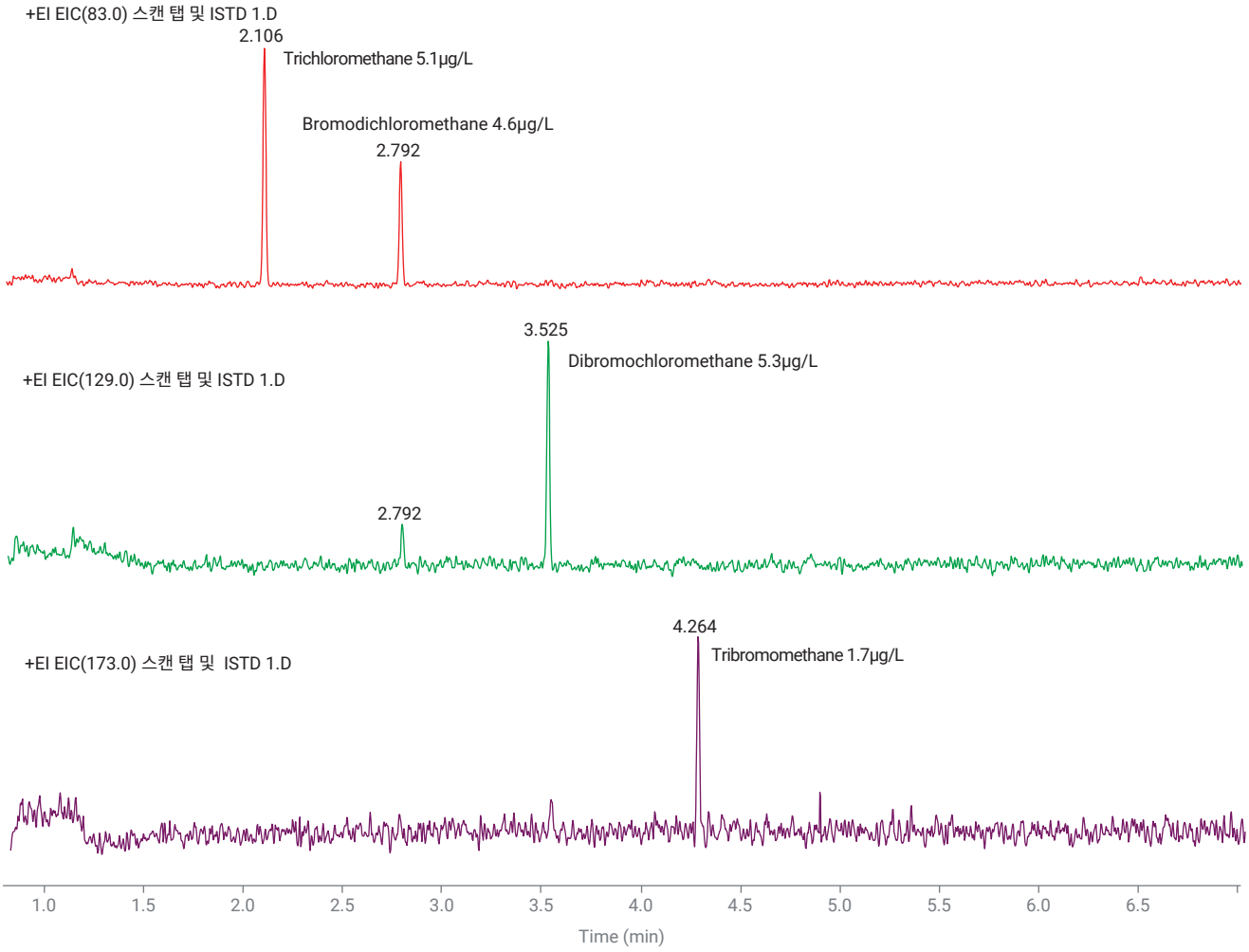

그림 14. H_2 운반 가스와 Agilent HydroInert 소스를 사용해 헤드스페이스 HS/GC/MS 시스템에서 분석하는 경우 네 가지 trihalomethanes의 식별 및 정량을 포함해 83, 129, 173*m/z*의 추출된 이온 크로마토그램(EIC).

HydroInert 업그레이드 키트 및 전체 소스 어셈블리

그림 15는 조립된 HydroInert 소스의 부품을 분해해 보여주는 그림으로 HydroInert 특정 부품은 보라색으로 표시되어 있습니다(그림 왼쪽에서 오른쪽으로 볼 때 부품 17, 12, 3, 4, 10, 9). 또한, 품목 번호 16번은 소스 히터 블록 어셈블리로 HydroInert 소스에 사용하도록 특별하게 설계되어 있습니다. 해당 품목 표면에 "H_2"라고 에칭되어 있어 H_2 운반 가스와 호환되는 HydroInert 소스가 현재 질량 분석기에 설치되어 있음을 나타냅니다. 그림의 다른 모든 부품은 Inert Plus(또는 Extractor) 소스의 부품과 동일합니다. 표 7에는 그림 15의 각 번호와 관련이 있는 부품이 나열되어 있습니다. 부품 11, 13, 14, 15는 히터 블록 전면에 삽입되어 있고, 이 그림에는 개별적으로 표시되어 있지 않습니다.

기존 Agilent 5977A extractor GC/MSD 및 Agilent 5977B Inert Plus GC/MSD용 HydroInert 전체 소스 어셈블리(부품 번호 G7078-67930) 및 HydroInert GC/MSD 업그레이드 키트(부품 번호 5505-0083)를 사용할 수 있습니다. 완전 조립 소스는 기존 소스의 부품을 변경하지 않고 질량 분석기에 바로 설치할 수 있습니다. HydroInert GC/MSD 업그레이드 키트를 사용하는 경우에는 부품을 변경해야 합니다. 표 8에 나열된 모든 부품이 HydroInert GC/MSD 업그레이드 키트에 포함되어 있습니다. HydroInert 소스는 Agilent 5975 Series GC/MSD와 같은 이전 질량 분석기 모델과 호환되지 않으며, 스테인리스 스틸 또는 비활성 소스와도 호환되지 않습니다.

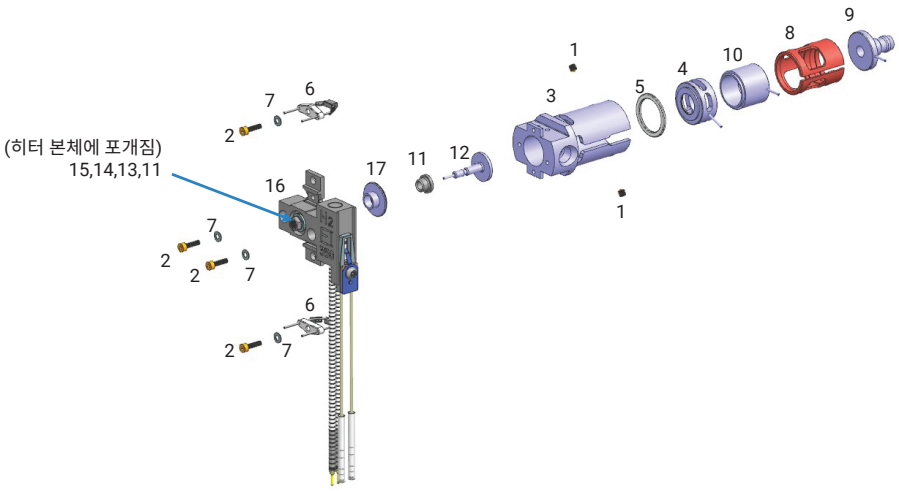

그림 15. 조립된 Agilent HydroInert 소스의 분해도.

표 7. Agilent Inert Plus GC/MS 시스템용으로 전체 조립된 Agilent HydroInert 소스의 부품 목록.

품목 번호 (그림 15)	부품 이름	부품 번호
1	고정나사	G3870-20446
2	스크루	G3870-20021
3	Extractor 소스 본체*	G7078-20903
4	Extractor 렌즈 9mm*	G7078-20909
5	Extractor 렌즈 절연체	G3870-20445
6	필라멘트	G7005-60061
7	스프링 와셔 플랫 와셔	3050-1301 3050-0982
8	렌즈 절연체	G3870-20530
9	입구 렌즈*	G7078-20904
10	이온 포커스 렌즈*	G7078-20905
11	Repeller 절연체	G1099-20133
12	Repeller*	G7078-20902
13	플랫 와셔	3050-0891
14	Belleville 스프링 와셔	3050-1301
15	Repeller 너트	0535-0071
16	H_2 EI 히터/센서 어셈블리*	G7078-60910
17	Insert*	G7078-20901

* HydroInert 특정 부품.

기존 Agilent 7000C/D QQQ GC/ MS 시스템용 HydroInert 전체 소스 어셈블리(부품 번호 G7006-67930) 및 HydroInert QQQ GC/MS 업그레이드 키트(부품 번호 5505-0084)를 사용할 수 있습니다. 표 9에 나열된 모든 부품이 HydroInert QQQ GC/MS 업그레이드 키트에 포함되어 있습니다. 사용자가 이미 7000C 또는 7000D Inert Plus QQQ GC/MS를 보유하고 있는 경우 그림 15에 표시된 HydroInert 질량 분석기 부품을 포함하는 HydroInert QQQ GC/MS 업그레이드 키트를 구매할 수 있습니다. 단, 입구 렌즈는 확장된 입구 렌즈로 탠덤 사중극자 시스템용으로 특별하게 설계되었습니다.

실험실에서 여러 소스를 보관하는 경우 HydroInert 부품을 다른 소스와는 별도로 보관해야 합니다. 대신 H_2 히터/센서 어셈블리와 함께 보관해 H_2호환(HydroInert) 소스가 MS 시스템에 설치되었음을 쉽게 확인할 수 있도록 해야 합니다. 또한 입구 렌즈 길이가 달라 바뀌면 안 되기 때문에 QQQ 부품은 SQ 부품과 별도로 보관해야 합니다.

표 8. Agilent 5977A extractor GC/MSD, Agilent 5977B Inert Plus GC/MSD 또는 Agilent 5977C GC/MSD용 Agilent HydroInert GC/MSD 업그레이드 키트 및 그림 15에 표시된 부품 번호와 품목 번호.

품목 번호 (그림 15)	부품 이름	부품 번호
NA	HydroInert GC/MSD 업그레이드	5505-0083
17	Insert*	G7078-20901
12	Repeller*	G7078-20902
3	Extractor 소스 본체*	G7078-20903
9	입구 렌즈*	G7078-20904
10	이온 포커스 렌즈*	G7078-20905
4	Extractor 렌즈 – 9mm*	G7078-20909
16	H_2 EI 히터/센서 어셈블리*	G7078-60910
NA	와이어, Extractor 렌즈	G7000-60827
11	Repeller 절연체(x2)	G1099-20133

* HydroInert 특정 부품.

표 9. Agilent 7000C/D/E QQQ 질량 분석기용 Agilent HydroInert QQQ GC/MS 업그레이드 키트 및 그림 15에 표시된 부품 번호 및 품목 번호.

품목 번호 (그림 15)	부품 이름	부품 번호
NA	HydroInert GC/TQ 업그레이드	5505-0084
17	Insert*	G7078-20901
12	Repeller*	G7078-20902
3	Extractor 소스 본체*	G7078-20903
9**	입구 렌즈-확장형*.**	G7006-60926
10	이온 포커스 렌즈*	G7078-20905
4	Extractor 렌즈 9mm*	G7078-20909
16	H_2 EI 히터/센서 어셈블리*	G7078-60910
NA	와이어, Extractor 렌즈	G7000-60827
11	Repeller 절연체(x2)	G1099-20133

* HydroInert 특정 부품.

** HydroInert MS/MS 시스템용 확장된 입구 렌즈는 SQ MS 시스템의 입구 렌즈보다 더 깁니다.

결론

Agilent HydroInert 소스와 H_2 운반 가스는 He 운반 가스에 대한 보다 지속 가능한 대안을 제공하고 GC/MS 및 GC/MS/MS 분석을 위한 H_2 운반 가스의 성능을 개선하는 데 도움을 줍니다. 새로운 소스는 완전 조립 형태로 제공되거나 기존 GC/MS 및 GC/MS/MS 시스템 업그레이드 키트의 일부로 제공됩니다. 성능 측면에서 HydroInert 소스가 질량 스펙트럼 정확도를 유지하기 때문에 사용자들은 기존 헬륨 기반 질량 스펙트럼 라이브러리를 계속 사용할 수 있습니다.

참고 문헌

1. Agilent EI GC/MS Instrument Helium to Hydrogen Carrier Gas Conversion, *Agilent Technologies user guide*, publication number 5994-2312EN, **2020**.
2. Quimby, B. *et al.* In-Situ Conditioning in Mass Spectrometer Systems, *US Patent 8,378,293*, February 19, **2013**.
3. Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS); Method 8270D. *United Stated Environmental Protection Agency*, Revision 4, February **2007**.
4. Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS); Method 8270E. *United Stated Environmental Protection Agency*, Revision 4, June **2018**.
5. Churley, M.; Quimby, B.; Andrianova, A. A Fast Method for EPA 8270 in MRM Mode Using the 7000 Series Triple Quadrupole GC/MS, *Agilent Technologies application note*, publication number 5994-0691EN, **2019**.
6. 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**.
7. Andrianova, A.; Quimby, B. Optimized PAH Analysis Using Triple Quadrupole GC/MS with Hydrogen Carrier, *Agilent Technologies application note*, publication number 5994-2192EN, **2020**.

www.agilent.com

DE97431848

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2022

2022년 6월 21일 한국에서 인쇄
5994-4889KO

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