

BTEX 를 이용한 Static 헤드스페이스와 Dynamic 헤드스페이스 비교

• GC Application



Abstract

BTEX는 공기 중에 주로 배출되는 물질로서 휘발성이 낮은 화학물질과는 달리 물에 용해될 수 있어 수질 오염물질로 지정이 되었다.

수질 중 VOC 분석은 전처리에 따라 회수율의 차이를 보이게 된다. 휘발성이 강하여 용매추출이나 고체상 추출을 하게 된다면 회수율이 떨어져 분석결과에도 많은 영향을 미치게 된다. 따라서 VOC 분석은 헤드스페이스나 퍼지엔트랩을 사용하여 전처리를 하게 되는데, 폐수와 같은 혼탁한 시료를 퍼지엔트랩으로 분석을 하게 되면 트랩관이 오염되어 분석의 정밀도가 떨어지기 때문에 헤드스페이스를 이용하여 분석을 하는 것이 제일 적합하다. 하지만 낮은 정량한계를 요구하는 analyte 나 휘발성이 낮아 분석하기 힘든 analyte 의 경우, Static 헤드스페이스로 분석하기에 어려울 수 있다. 위와 같이 Static 헤드스페이스로 분석이 힘든 analyte 는 Dynamic 헤드스페이스를 활용하여 분석하면 더 좋은 결과를 얻을 수 있다.

본 시험 분석자료는 휘발성유기화합물을 Static 헤드스페이스와 Dynamic 헤드스페이스의 분석결과를 비교하여 작성하였으며 수질오염공정시험기준의 ES 04603.2b 휘발성유기화합물헤드스페이스 / 기체크로마토그래프 질량분석법과 EPA method 8260 Volatile Organic Compounds By Gas Chromatography/ Mass Spectrometry 를 활용하였다.

Method

Static 헤드스페이스와 Dynamic 헤드스페이스의 비교는 CTC PAL 사의 RSI 시리즈를 사용하였으며, 분석에 활용한 GC/MS 는 영인크로매스사의 YL6900 시리즈를 사용하였다. Fig 1 과 같이 HS/GC/MS 의 system 이 구성 된다.

RSI 에 Tool 을 간단하게 바꿔가며 Static HS 와 Dynamic HS 를 비교하여 분석하였다[Table 1].

GC/MS 의 조건은 Static HS 와 Dynamic HS 에 모두 동일하게 적용하였으며 조건은 Table 2 에 작성하였다.



Fig 1. YL PAL Headspace System



Fig 2. YL 6900 GC/MS

Table 1. HS Condition

Static HS condition	Dynamic HS condition
Sample Conditioning @ 80°C, 6min	Sample Conditioning @ 80°C, 2 min
Syringe Temperature: 85°C	Extraction Strokes: 10 Strokes
Injection Volumn: 1mL	Desorption @ 220°C , 10uL/s

Table 2. GC/MS conditions

GC condition	MS condition
Column: YL 5ms (30m x 0.25 mm i.d. x 0.25um)	Ion source 200°C, Transfer Line 250°C
Inlet: split, 1/10 split ratio	Detection: SIM mode
Oven temperature program: 40°C (5min) → 10°C/min 150°C (2min)	SIM: ion monitored: 78, 91 (185 ms dwell times)

Result

Fig 3 는 Static, Dynamic 헤드스페이스의 감도를 비교하기 위한 m/z 91, Chromatogram 이다. 위에서부터 순서대로 (a) Dynamic 헤드스페이스, (b) Static 헤드스페이스, (c) Static, Dynamic 헤드스페이스의 overlay Chromatogram 이다. 이는 BTEX 50ppt 에 대한 결과이며 Static, Dynamic 헤드스페이스의 감도 비교는 Table 3 에서 수치상으로 확인할 수 있다.

또 Static, Dynamic 헤드스페이스의 시험 결과 유효성을 비교하기 위하여 농도구간 0.1~10 ug/L 에서 직선성을 확인하였다 [Table 4]. Static, Dynamic 헤드스페이스에서 직선성은 모두 0.99 이상의 결과를 보여주고 있다.

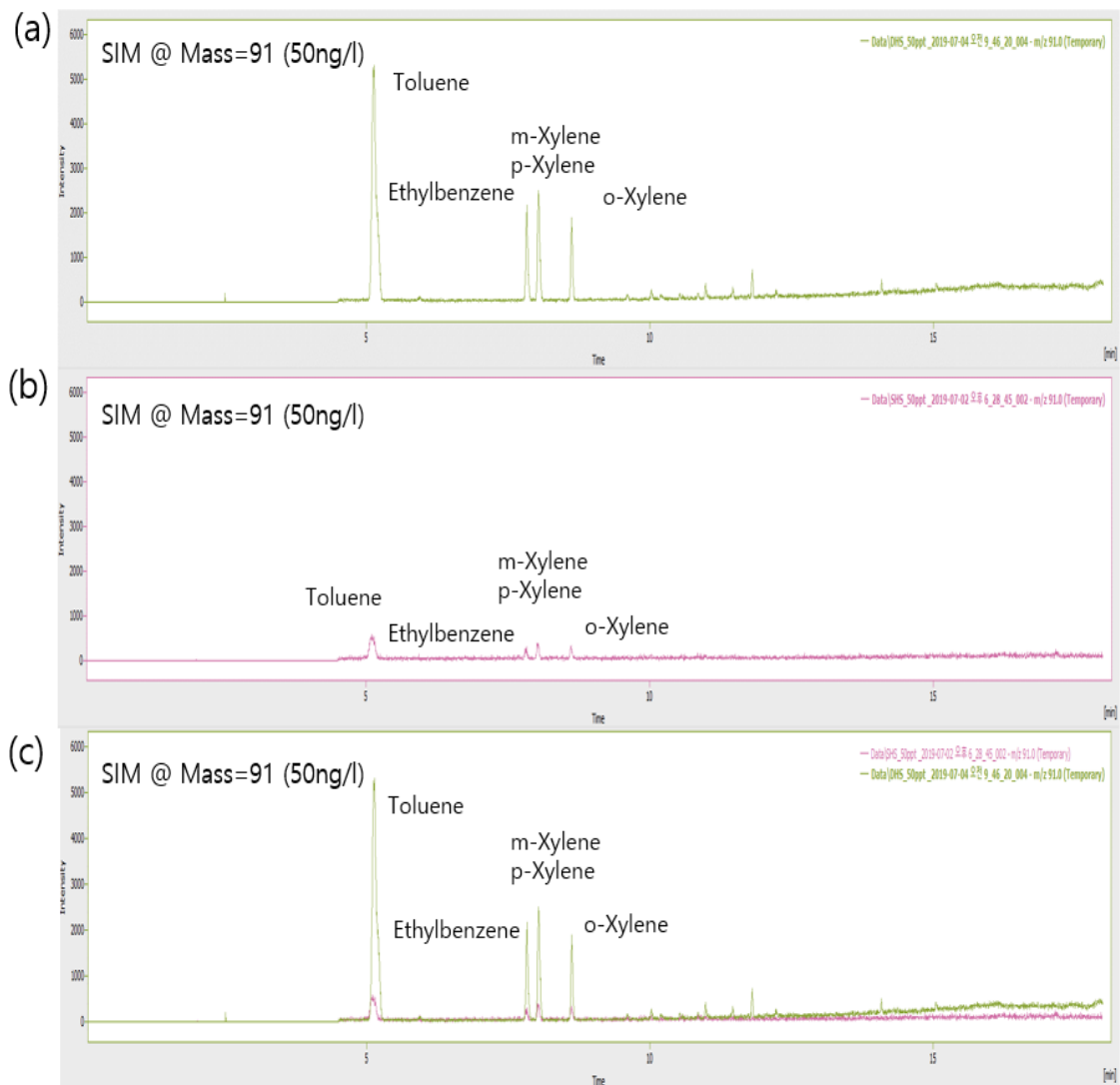


Fig 3. 50ppt Chromatogram
 (a) Dynamic HS, (b) Static HS, (c) a + b overlay

Table 3. 50 ppt 의 Dynamic , Static HS 의 Area

	Toluene	Ethylbenzene	m,p-Xylene	o-Xylene
Dynamic HS	28930.6	5458.1	7372.7	4437.7
Static HS	5893.8	901.7	1650.4	1109.1

Table 4. calibration 비교

R ²	Benzene	Toluene	Ethylbenzene	m,p-Xylene	o-Xylene
Static HS	0.9993	0.9991	0.9989	0.9978	0.9986
Dynamic HS	0.9999	0.9985	0.9997	0.9995	0.9995

Conclusion

이번 연구에서는 영인크로매스의 YL6900 GC/MS 에 전처리 장비인 Static 헤드스페이스와 Dynamic 헤드스페이스를 비교하여 분석하였다.

Static 헤드스페이스보다 Dynamic 헤드스페이스가 더 높은 감도의 분석 결과를 보였는데, 이것은 Static 헤드스페이스로 분석이 힘든 analyte 나 낮은 정량한계를 요구하는 analyte 의 경우 Dynamic 헤드스페이스를 활용하여 극미량성분분석과 다양한 응용분석을 할 수 있다는 것을 보여준다.

Reference

- 국립환경과학원, ‘수질오염공정시험기준’ ES 04603.2b(2017)
- EPA method 8260(2017)



14042, 경기도 안양시 동안구 안양천동로 60

TEL: 031-428-8700

FAX: 031-428-8787

E-mail: mkt@youngincm.com

Homepage: www.youngincm.com

Configuration

item	Description		Part No.
Oven	6500 GC Oven System Module		6501011012
Inlet	YL6500GC Capillary Inlet Assembly		6601011023
Detector	YL6900 MSD for YL6500 GC incl. built-in turbomolecular pump - Single Quadropole - EI source - Turbo pump(240 L/sec) - Include fore pump and spares kit		6501011440
Install. Option	Start-up kit includes (Without GC Capillary Column) 1) Nuts and ferrules 1/8" 2) Nuts, 1/4" 3) Vespel ferrule, 1/4" 4) Union Tee, 1/8" 5) Septa, 11 mm, 50/pk 6) Tubing cutter 7) Monkey spanner	8) Wrench 1/2" & 9/16" 9) Wrench 1/2" & 7/16" 10) Wrench 3/8" & 7/16" 11) Wrench 1/4" & 5/16" 12) (+) screw driver 6x100 13) (+) screw driver 5x100 14) (-) screw driver 6x100 15) Leak detection fluid 16) 10 µL syringe 17) Copper tubing, 1/8"	1601011110
YL PAL RSI Headspace (Static)	YL PAL RSI 850 system with headspace option consisting of: 1 pc base 850 X/Y unit with PAL Control Board 1 pc RSI-zhead 1 pc terminal (Manual Controller) 1 pc Safety guard	1 pc power and cables 1 pc Gas Purge Line for Headspace Technique built-in 1 pc Trayplate 3 pc Sample Racks for 15 vials of 10/20 mL 1 pc Headspace Syringe Tool for 2.5 mL syringe 1 pc Headspace syringe 2.5 mL (Gauge 23, Point Style AS) 1 pc Agitator Module	6501011600
	Mounting Kit for YoungLin 6500 GC		PAL3-Kit-YL6500
YL PAL RSI Optional Module (ITEX -Dynamic HS)	YL PAL3 ITEX Tool, including: 1 pc ITEX Syringe 1.3mL (YL PAL3-SYH-209295) 2 pc ITEX Trap TENAX TA 80/100 mesh (YL PAL3-ITEX-Trap-TXTA100)		PAL3-ITEX-Kit
	ITEX Syringe 1.3mL		PAL3-SYH-209295
CDS	YL-Clarity software for single instrument of YL GC		5301011020
	MS module of YL-Clarity(Library option)		5301011180
	Autosampler control of YL-Clarity		5301011040
Column	DB-5MS (30m, 0.25 mm, 0.25 µm)		122-5532
Acc	YL PAL System Vial 20CV, 20mL Clear Glass with Label, designed for the YL PAL Autosampler.	75.5x22.5mm, 1st Class Hydrolytic Glass with flat finish for better sealing, fits ND18 Screw Caps, Pk of 100 Pcs	Vial-20-ND18-CG-100
	YL PAL System Screw Cap 10CV and 20CV, designed for the YL PAL Autosampler.	ND18 Magnetic, Silver, Silicone white/PTFE blue Septa 1.5mm, Pk of 100 pcs	Cap-ND18-St-SP15-100