

PA24) SPME-GC/MS에 의한 111종 VOCs 분석법 확립 Analysis of 111 VOCs using SPME-GC/MS

김대원, 허귀석, 유혜경, 홍진희
한국표준과학연구원 유기분석그룹

1. 서론

대기 중에는 ppb 수준의 매우 미량으로 많은 VOC 성분이 존재하고 있어 이를 효과적으로 신속하고 적은 비용으로 분석할 수 있는 분석할 필요성이 커지고 있다. 그러므로, 본 연구에서는 대기중의 VOC 성분을 SPME-GC/MS법을 이용하여 효율적으로 분석하기 위한 분석법을 개발하고자 하였다. 유해성이 큰 halocarbon, aromatic, haloaromatic VOCs 42 종(USEPA TO-14)과, 오존을 유발시키는 오존전구물질 VOCs 53 종, 국내 규제 VOCs 33종, 그리고 악취물질(국내 8종 포함 일본 악취물질 22종)을 전부 포함하는 111종의 VOC를 SPME-GC/MS를 이용하여 신속하게 정성, 정량분석할 수 있는 방법을 확립하고자 하였다.

2. 연구방법

본 연구에서는 대기중에 다양하게 존재하는 VOCs를 동시에 분석할 수 있도록 일정한 SPME-GC/MS 분석조건을 설정하고 이를 이용하여 오존전구물질, VOCs, 악취물질을 신속하게 확인할 수 있도록 하였다. 111개의 VOC성분중 충분히 분리가 일어나지 않는 경우에는 MS의 선택이온 검출법을 사용하여 정량하였다. 구조가 유사하여 선택이온의 차이가 없는 경우는 retention time의 차이로써 구별 확인하였다. 111개 화합물의 retention time의 재현성은 GC/MS, EPC control, retention time index, retention time locking을 상호 비교하여 정확한 retention time (RT) database를 만들어 MS SIM과 함께 정성분석에 사용하였다. GC-MS와 SPME의 분석조건은 다음과 같다.

HP GC6890, HP 5973MSD

GC column : Rtx-1(60 m × 320 μm × 3.0 μm)

Temperature : 40 °C (4 min) → 7 °C/min → 190 °C → 10 °C/min → 250 °C

Injector temp. : 250 °C

Transfer-line temp. : 200 °C

MS Ion source temp. : 200 °C

Mass range : 35-300 amu

SPME : Carboxen/PDMS 75um

SPME adsorption time : 15min

SPME desorption time : 3min (250 °C)

3. 결과 및 고찰

GC/MS의 retention time은 약 2~6%의 재현성을 가져 retention time으로 VOC 성분을 확인하기엔 retention time의 변화가 커서 RT에 의한 미지 성분의 확인이 어렵다. 반면, retention time index를 사용할 경우에는 1~2%정도의 재현성을 갖는다. 포화탄화수소를 포함한 경우에는 RT index의 적용이 잘 이루어지나 RT index를 많이 설정하면 오차요인도 커진다. Retention time lock에 의한 RT 재현성을 확인한 결과 모두 0.3%이내의 재현성을 얻을 수 있었다. 그러므로 Retention time으로 많은 성분의 VOCs를 구분하기에 충분하였으며, MS SIM과 동시에 사용시 많은 성분을 빠르게 확인이 가능하였다. 실제 대기 중의 많은 VOCs를 분석 시에도 retention time locking으로서 정확한 정성분석이 가능하였다.

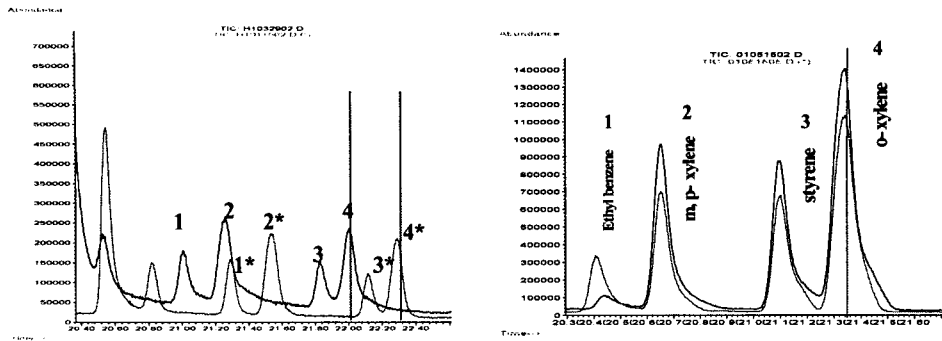


Fig. 1 Normal GC/MS retention time (left) and Retention time Locking's retention time (right).

4. 결론

대기 중에 미량으로 존재하는 많은 VOCs 성분 중 유해성이 큰 EPA TO-14 계열의 VOCs(42종), 오존을 유발시키는 오존전구물질 VOCs(53종), 국내 규제 VOCs(33종), 그리고 악취물질(국내 8종 포함 일본 악취물질 22종)의 111개 VOCs를 GC에서 retention time으로 분리하고, MS를 이용한 선택이온을 동시에 사용하여 성분의 정확한 확인이 가능하였다.

참고 문헌

1. P. J. Baugh(1993), Gas Chromatography(a practical approach), oxford univ press 5, 13, 84, 100
2. C. L. Arthur and J. Pawliszyn(1990), Solid phase microextraction with thermal desorption using fused silica optical fibers, *Anal. Chem.*, 62, 2145-2148.