

# Application News

No. SSK-GCMS-1902

## GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

### Analysis of VOCs in water sample Using P&T-GC/MS

휘발성 유기화합물(Volatile organic compounds, 이하 VOCs)은 비점(끓는점)이 낮아 대기 중으로 쉽게 증발되는 유기화합물을 총칭하는 것으로 인체에 위해를 가할 수 있는 물질로 판명되어 전 세계적으로 수질기준 및 환경기준 등을 설정하여 규제하고 있다.

국내에서는 수질오염물질 배출허용기준과 먹는 물 수질기준을 마련하여 수질 중 VOCs 함유량을 규제·관리하고 있으며, 관련 공정시험법으로는 수질오염공정시험기준1)과 먹는 물 수질공정시험기준2) (이하 먹는 물 공정시험법)이 있다. 공정시험법 상 VOCs 분석을 위한 전처리법으로는 용매추출, Headspace 및 Purge & Trap(이하 P&T)을 이용한 방법을 소개하고 있으며, 이중 P&T 방식은 용매 추출 방식과 헤드스페이스 방식에 비해 VOCs를 효과적으로 Trap으로 이동시켜 분석하기 때문에 미량의 VOCs까지 분석할 수 있는 장점이 있다. 이에 P&T은 Aqua PT 6000(GL Sciences Inc.), GC/MS는 GC/MS-QP2020을 이용하여 VOCs 성분 56종에 대해 다성분 동시 분석을 검토하였다.

#### 장비 구성 및 분석 조건

표 1. 분석조건

Purge & Trap	: Aqua PT 6000
GC-MS	: GCMS-QP2020
Column	: Rxi-624Sil MS (60 m * 0.32 mm I.D * 1.8 μm)
<b>Purge &amp; Trap</b>	
Purge	: 60 mL/min (4 min)
Desorb	: 220 °C (4 min)
Sample	: 5 mL (60 °C)
Dry purge time	: 1 min
<b>GC</b>	
Injection Temp.	: 150 °C
Oven Temp.	: 35 °C (4 min) - (4 °C/min) → 220 °C (5 min)
Injection Mode	: Split (3:1)
Carrier Gas	: He (2 mL/min)
Purge Flow	: 3 mL/min
<b>MS</b>	
Interface Temp.	: 250 °C
Ion Source Temp.	: 200 °C
Acquisition Mode	: SIM

#### 실험방법

표준원액 (100 μg/mL in methanol, SUPELCO)을 증류수로 각 농도가 1, 2, 10, 20, 40 ng/mL가 되도록 제조한 뒤 P&T 전용 바이알에 공기층이 없도록 가득 채운 후 분석을 진행하였다.

방법검출한계(Method detection limit, 이하 MDL) 및 정량한계(Limit of Quantification, 이하 LOQ) 산출을 위해 증류수에 정량한계 부근인 1 ng/mL 표준물질 7개를 제조하고 이를 이용해 분석하였다. MDL은 분석된 표준물질 농도값의 표준편차 (Standard Deviation, 이하 SD)에 3.14를 곱한 값으로, LOQ는 SD값에 10을 곱한 값으로 계산하였다.

<표 2>는 VOCs 56 성분(내부표준물질 제외)의 검정곡선 결정계수(R<sup>2</sup>)와 MDL 및 LOQ를 나타내었다. 직선성(Linearity)은 56개 성분에서 R<sup>2</sup>=0.99 이상으로 우수하게 나타났으며, 먹는 물 공정시험법에서 제시하는 정도관리 목표치(검정곡선의 결정계수(R<sup>2</sup>) ≥ 0.98)에도 부합하는 수준으로 확인되었다. 또한, 각 물질의 LOQ 또한 수질 오염공정시험기준 및 먹는 물 공정시험법에서 제시하는 정도관리 목표치(0.001 mg/L 이하)에 부합하는 것으로 확인되었다.

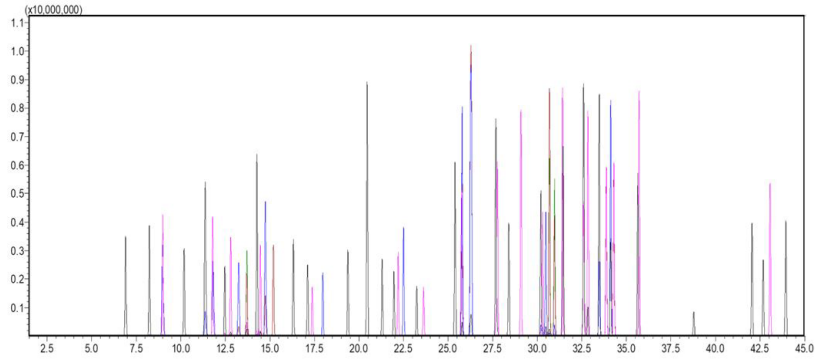


그림 1. 휘발성유기화합물(VOCs) 56 성분의 크로마토그램 (40 ng/mL).

## ■ 분석결과

표 2. 검량곡선의 직선성 (1, 2, 10, 20, 40 ng/mL), MDL 및 LOQ (1 ng/mL, n=7)

성분명	R <sup>2</sup>	MDL (mg/mL)	LOQ (ng/mL)	성분명	R <sup>2</sup>	MDL (mg/mL)	LOQ (ng/mL)
1	0.999	0.148	0.473	30	0.996	0.120	0.382
2	0.999	0.099	0.315	31	0.995	0.069	0.219
3	0.999	0.163	0.518	32	0.995	0.125	0.398
4	0.999	0.203	0.645	33	0.995	0.118	0.377
5	0.999	0.121	0.386	34	0.996	0.172	0.547
6	0.998	0.116	0.370	35	0.995	0.147	0.468
7	0.999	0.117	0.373	36	0.995	0.090	0.288
8	0.999	0.162	0.515	37	0.996	0.173	0.551
9	0.999	0.092	0.294	38	0.995	0.177	0.562
10	0.999	0.105	0.336	39	0.995	0.127	0.403
11	0.999	0.115	0.367	40	0.995	0.134	0.428
12	0.999	0.121	0.385	41	0.996	0.186	0.591
13	0.999	0.127	0.403	42	0.996	0.179	0.571
14	0.999	0.116	0.369	43	0.995	0.179	0.570
15	0.998	0.065	0.206	44	0.994	0.154	0.491
16	0.999	0.092	0.294	45	0.995	0.150	0.479
17	-	0.137	0.435	46	0.995	0.148	0.472
18	0.999	0.123	0.391	47	0.996	0.148	0.471
19	0.998	0.089	0.282	48	0.996	0.156	0.496
20	0.999	0.090	0.288	49	0.996	0.149	0.475
21	0.998	0.074	0.237	50	0.996	0.152	0.486
22	0.997	0.108	0.345	51	0.994	0.134	0.426
23	0.998	0.129	0.412	52	0.996	0.166	0.528
24	0.997	0.127	0.404	53	0.993	0.120	0.382
25	0.996	0.081	0.258	54	0.996	0.203	0.647
26	0.998	0.139	0.443	55	0.995	0.225	0.718
27	0.996	0.097	0.308	56	0.995	0.153	0.488
28	0.996	0.080	0.256	57	0.996	0.192	0.611
29	0.996	0.083	0.265				

## ■ 결론

검량곡선의 직선성 및 MDL, LOQ는 모두 공정시험법에서 제시하는 정도관리 목표치에 부합하는 것으로 확인되었고, 이를 통해 P&T-GC/MS를 이용하여 수질 중 VOCs의 다성분 동시 분석이 가능함을 확인하였다.

## ■ 참고 문헌

- 1) 국립환경과학원고시 제2018-65호, 수질오염공정시험기준 (2018.12.21. 개정)
- 2) 국립환경과학원고시 제2018-66호, 먹는 물 공정시험기준 (2018.12.21. 개정)