SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

No. 01-00366-ENK

GC-MS GCMS-QP2020 NX

질소 캐리어 가스를 사용한 TD-GC/MS의 자동차 내장재 중 VOCs 측정

Measurement of VOCs in Vehicle Interiors Using Thermal Desorption GC-MS with Nitrogen as the Carrier Gas

사용자 활용 포인트

◆ 질소를 캐리어 가스로 사용하여 분석할 수 있으며, 헬륨 가스에 비해 저렴한 가격으로 분석할 수 있다.

◆ TD-GC/MS는 용매 추출이 필요하지 않기 때문에 많은 양의 VOC 분석을 쉽게 처리 할 수 있다.

◆ 샘플의 리트래핑 기능과 내부표준물질 자동 추가 기능으로 분석 효율을 높일 수 있다.

■ 서론

대기 중 독성 휘발성 유기화합물(VOC)의 양은 대기 오염 정도를 나타내는 지표 중 하나로 공장, 도시 지역, 실내 환경의 모니터링에 사용된다. VOCs는 용매 추출이 필요 없는 TD-GC/MS를 사용하여 효율적으로 측정할 수 있다. 헬륨은 일반적으로 GC/MS 분석을 위한 캐리어 가스로 사용되지만, 최근에는 공급 문제가 발생하고 있다. 헬륨 가스를 얻을 수 없으면 분석 자체가 중단 되는 문제가 발생하므로 본 뉴스레터에서는 캐리어 가스로 헬륨이 아닌 질소를 사용하여 분석을 수행하였다. 질소 가스는 헬륨 가스보다 덜 민감할 수 있지만, 저렴하고 쉽게 사용할 수 있다. 질소를 캐리어 가스로 하는 TD-GC/MS를 사용하여 자동차 내부 및 자동차 내장재의 자발적 평가에서 일반적으로 많이 분석 되는 VOCs를 분석하였다. 추가적으로 검정곡선, 반복성 및 리트래핑 기능의 효율성을 시험 하였다.

■ 분석 기기

TD-30R의 열탈착 장치에서는 시료관 내에 포집 된 시료가스를 열탈착 시킨 후 콜드트랩에 흡착 시켜 GC-MS에 주입하는 방식으로, TD-30R에서는 분리된 시료가스를 튜브에 다시 포집하는 리트랩핑 기능과 내부표준물을 자동으로 추가하는 기능이 있다. 이 리트래핑 기능을 사용하면 분석 실패 위험이 줄어들 수 있으며, 내부표준물질 자동 추가 기능을 함께 사용하여 보정된 값을 얻을 수 있다.

그림 1. TD-30R + GCMS-QP2020 NX

■ 측정

Toluene, Benzene, Ethylbenzene, *m, p, o*-Xylene, Styrene, 1,4-Dichlorobenzene, Tetradecane 각각의 표준품을 혼합하여 10, 40, 100, 400 및 1000 ppm의 농도로 제조하였다. 용매는 Methanol을 사용하였다. 조제한 표준 혼합물을 TENAX-TA 흡착관에 1 µL씩 첨가한 후 분석하였다. 분석 조건은 표 1과 같다. 분석 과정에서 TD-30R의 내부표준물질 자동 추가 기능을 이용하여 Toluene-d_8을 추가하였다.

표 1. 분석 조건

Model	: GCMS-QP 2020 NX
Autosampler	: TD-30R
[TD-30R]	
Tube Desorb. Temp.	: 280 °C (10 min)
Tube Desorb. Flow	: 60 mL/min
Trap Cooling Temp.	: -20 °C
Trap Desorb Temp.	: 280 °C (10 min)
Joint Temp.	: 250 °C
Valve Temp.	: 250 °C
Transfer Line Temp.	: 250 °C
Internal STD	: Variable volume (20 mL/min, 0.1 min)
Restore	: ON
Dry Purge	: -20°C (20 mL/min, 3 min)
[GC]	
Injection Mode	: Split
Split Ratio	: 50
Carrier Gas	: N_2
Carrier Gas Control	: Linear velocity (40 cm/sec)
Column	: SH-5MS (P/N 221-758555-30) (30 m × 0.25 mm I.D., 0.25 µm)
Column Temp.	: 40 °C(1min) - 10 °C/min - 100 °C - 40 °C/min - 200 °C - 20 °C/min - 300 °C (5 min)
[MS]	
Ion Source Temp.	: 230 °C
Interface Temp.	: 280 °C
Acquisition Mode	: Scan
Event Time	: 0.3 sec
m/z Range	: m/z = 45 - 600

■ 검정곡선, 반복성 및 리트래핑 결과

Toluene, Benzene, Ethylbenzene, *m, p, o*-Xylene, Styrene, 1,4-Dichlorobenzene 및 Tetradecane 혼합 표준물질을 측정하였다. TIC 크로마토그램은 그림 2와 같으며, 검정곡선의 직선성, 반복성, 리트래핑 결과는 표 2에 나타냈다. 생성된 검정곡선의 범위는 10 - 1000 ng이었으며, 모든 물질에 대하여 R값이 > 0.999로 양호한 결과를 얻었다.

대표적으로 톨루엔의 검량선을 그림3에 나타내었다. 또한 검량선의 최저농도인 10 ng에서 모든 물질에 대한 반복성을 확인하였을 때, %RSD(n = 5)가 5% 이하로 나타났다. 더 나아가 TD-30R 리트래핑(Restore) 기능을 이용하여 10 ng에서 측정 반복성을 확인하였을 때, 모든 물질의 %RSD(n = 5)는 6% 이하였다.

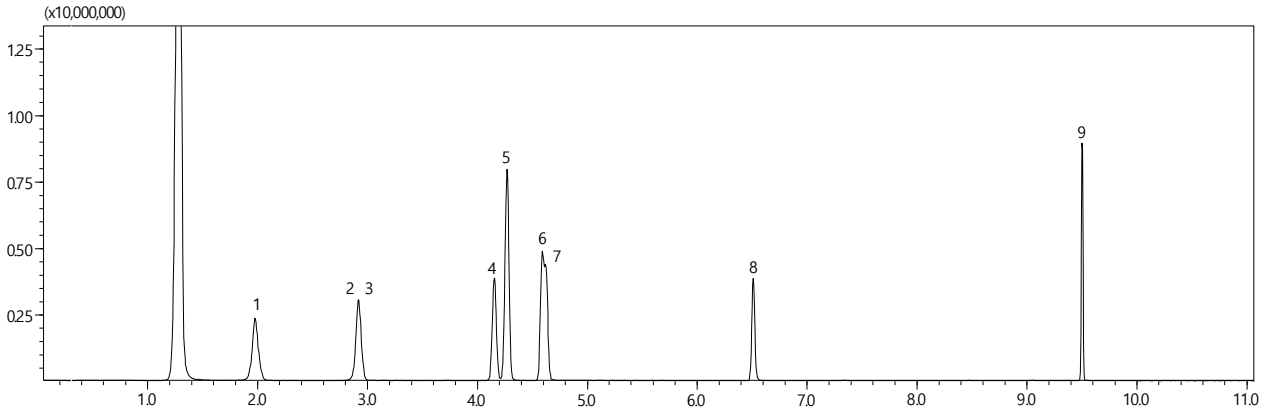

그림 2. 1000 ng 표준시료의 TIC Chromatogram

표 2. 검정곡선의 직선성 및 10 ng 표준시료의 반복성 및 리트래핑 결과

No.	Compound Name	Retention Time (RT)	m/z	Linearity (R)	10 ng Average Concentration (n = 5)		10 ng Concentration %RSD (n = 5)	
					1st time	Retrapping	1st time	Retrapping
1	Benzene	1.978	78	0.9997903	8.9	9.0	2.6	2.1
2	Toluene-D8	2.871	98	-	-	-	-	-
3	Toluene	2.918	91	0.9998511	9.3	9.2	4.6	3.6
4	Ethylbenzene	4.154	91	0.9997918	8.4	8.4	3.9	1.7
5	*m,p*-Xylene	4.270	91	0.9998336	9.3	9.3	2.3	3.6
6	Styrene	4.587	104	0.999927	10.7	10.5	3.8	3.5
7	*o*-Xylene	4.624	91	0.9997498	9.4	9.3	3.7	5.9
8	Benzene, 1,4-dichloro-	6.510	146	0.999958	9.7	9.7	3.9	5.9
9	Tetradecane	9.502	57	0.9999466	11.1	10.8	2.1	2.3

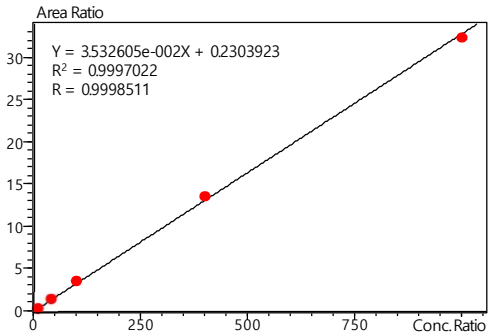

그림 3. 질소가스를 사용하여 분석한 Toluene의 검정곡선 (10 ng, 40 ng, 100 ng, 400 ng, 1000 ng)

■ 결론

본 뉴스레터에서는 질소 캐리어 가스를 사용한 TD-30R + GCMS QP2020 NX를 이용하여 차량 내부 및 차량 내장재의 자발적 평가에서 자주 분석 되는 VOCs를 측정한 결과, 검정곡선, 반복성 및 리트래핑 결과에 대해 만족할만한 값을 얻었다. 이러한 조건으로 질소를 캐리어 가스로 사용하여 차량 내부에서 9개의 VOCs(Toluene, Benzene, Styrene, Ethylbenzene, *m, p, o*-Xylene, 1,4-Dichlorobenzene, Tetradecane)를 측정할 수 있었다.

01-00366-ENK

SHIMADZU
Shimadzu Corporation
www.shimadzu.com/an/
Shimadzu Scientific Korea
www.shimadzu.co.kr

For Research Use Only. Not for use in diagnostic procedures. Not available in the USA, Canada, and China.
This publication may contain references to products that are not available in your country. Please contact us to check the availability of these products in your country.

The content of this publication shall not be reproduced, altered or sold for any commercial purpose without the written approval of Shimadzu.
Company names, products/service names and logos used in this publication are trademarks and trade names of Shimadzu Corporation, its subsidiaries or its affiliates, whether or not they are used with trademark symbol "TM" or "®".
Third-party trademarks and trade names may be used in this publication to refer to either the entities or their products/services, whether or not they are used with trademark symbol "TM" or "®".
Shimadzu disclaims any proprietary interest in trademarks and trade names other than its own.

The information contained herein is provided to you "as is" without warranty of any kind including without limitation warranties as to its accuracy or completeness. Shimadzu does not assume any responsibility or liability for any damage, whether direct or indirect, relating to the use of this publication. This publication is based upon the information available to Shimadzu on or before the date of publication, and subject to change without notice.

Copyright © 2023 SHIMADZU group. All rights reserved.