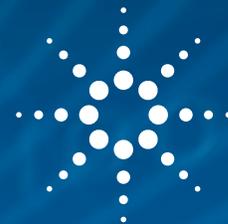


INTUVO 시스템을 위한 HJ679-2013 분석법 전환



Agilent Intuvo 9000 GC를 위해 530 μ m id 컬럼을 이용한 분석법을 250 μ m 또는 320 μ m 컬럼을 이용한 분석법으로 전환



개요

HJ 분석법 679-2013은 헤드스페이스-가스 크로마토그래피로 토양 및 퇴적물 내 아크롤레인, 아크릴로니트릴, 아세토니트릴을 검출하는 방법을 설명합니다. 이 분석법은 폴리에틸렌 글리콜 고정상의 30m \times 530 μ m 컬럼을 사용합니다. 이 분석법은 전통적인 너트와 페룰(ferrule) 연결 부품을 사용하는 일반적인 가스 크로마토그래피로 실행되어 왔습니다. 이를 직접 가열 및 원터치 끼움(click-and-run) 방식의 연결 등 Agilent Intuvo 9000 GC에 포함된 기술에 적용하려면, 250 μ m 컬럼을 이용한 분석법으로 전환해야 합니다. 원래 분석법과 전환된 분석법 간 동일한 고정상 비율을 유지함으로써, 유사한 크로마토그램, 머무름 시간, 용리 순서를 얻을 수 있습니다.

실험

원래의 HJ-679 분석법은 내부 직경이 530 μ m인 30m 컬럼을 사용합니다. 첫 성능평가에서는 Agilent 7697 headspace sampler 및 FID가 장착된 Agilent 7890 GC에 Agilent DB-Wax UI 컬럼(p/n 125-7032UI)이 사용되었습니다[1]. 250 μ m 고정상과 0.50 μ m 필름 두께를 가진 DB-Wax UI 컬럼(p/n 122-7033UI-INT)은 동일한 고정상 비율을 제공하며, 전환된 분석법을 시연하기 위해 최초로 Intuvo 9000 GC에서 처음 사용되었습니다(표 1 및 표 2). Method Translator 계산기는 전환된 분석법의 컬럼 유속을 결정하기 위해 사용됩니다(그림 1).

Intuvo 시스템에서 가능한 빠른 가열 속도의 이점을 이용하여, Method Translator를 통해 더 얇은 필름의 컬럼을 이용한 3번째 분석법이 개발되었습니다(그림 2).

추가 정보는 다음 사이트에서 확인하십시오.

www.agilent.com



Agilent Technologies

표 1. GC 분석법 조건

파라미터	Agilent 7890 분석법	Agilent Intuvo 9000 분석법	Agilent Intuvo 9000 빠른 분석법
주입구	150 °C Split 5:1		
컬럼	Agilent DB WaxUI, 30 m × 530 µm, 1.0 µm	Agilent DB WaxUI, 30 m × 250 µm, 0.50 µm	Agilent DB Wax UI, 30 m × 320 µm, 0.25 µm
컬럼 유속	4.5 mL/min	1.54 mL/min	3.5 mL/min
오븐	40 °C (5 minutes) then 5 °C/min to 60 °C then 30 °C/min to 150 °C (5 minutes)	40 °C (5 minutes) then 5 °C/min to 60 °C then 30 °C/min to 150 °C (5 minutes)	40 °C (1.34 minutes) then 18.6 °C/min to 60 °C then 112 °C/min to 150 °C (1.34 minutes)
FID	250°C		
Jumper chip	150 °C		
Bus 온도	켜짐(기본)		

표 2. Agilent 7697 Headspace Sampler의 기기 조건. 이 조건은 각 기기/분석법 전환 시마다 사용됨

파라미터	값
오븐	75°C
루프	105°C
이송 라인	150°C
바이알 평형화	30분
주입 시간	0.1분
바이알	20mL
흔들기	켜짐, 레벨 1
바이알 채우기 유속	50mL/분
바이알 채우기 압력	8psi
바이알 압력 평형화 시간	2분
루프 채우기 증가 속도	20psi/분
최종 루프 압력	1.2psi
루프 평형화	0.2분

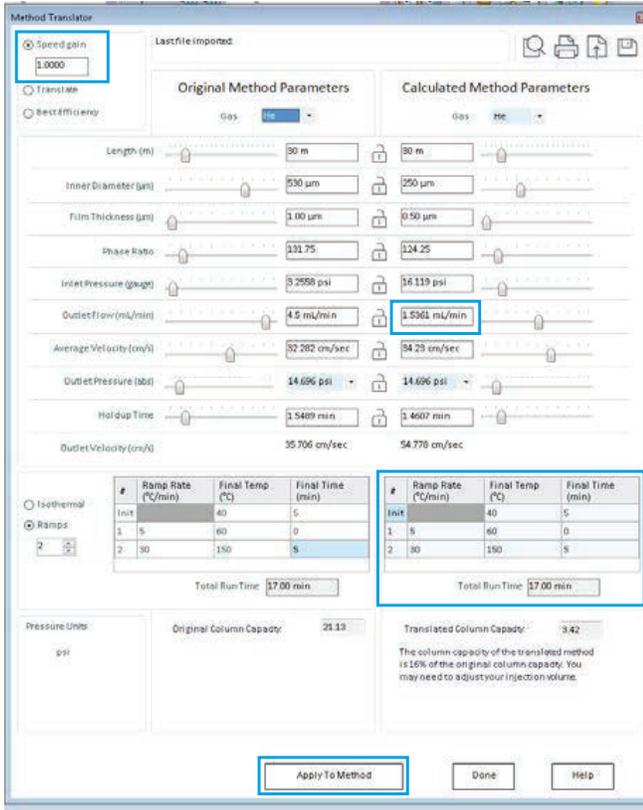


그림 1. 사용 가능한 GC 계산기 중 하나인 Method Translator를 통해 530µm id 컬럼을 사용하는 Agilent 7890 분석법을 250µm id 컬럼을 사용하는 Agilent Intuvo 9000에 적용할 수 있음

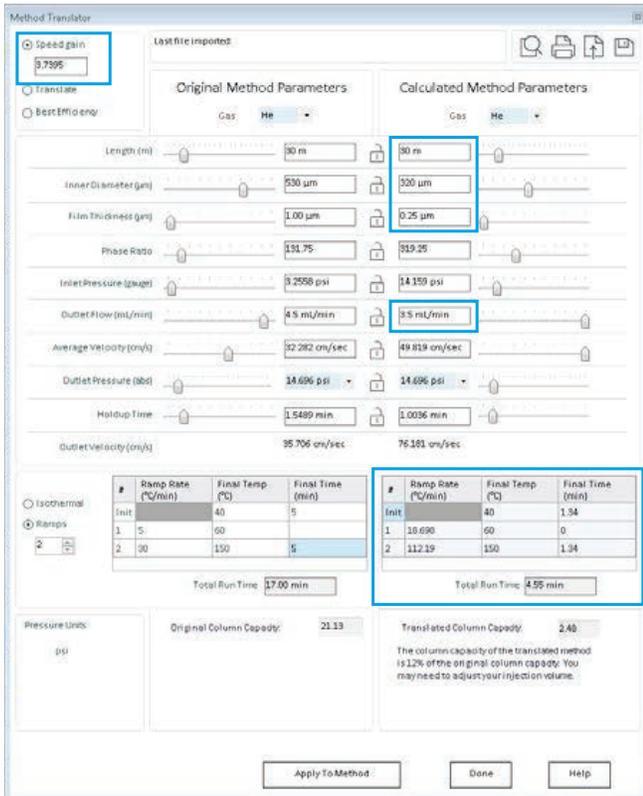


그림 2. 얇은 필름 두께로 전환된 분석법을 통해 3.7의 속도 향상이 가능한 빠른 분석법 제공

결과 및 토의

Method Translator 계산기는 분석법 전환을 간단하고 직관적으로 만들어줍니다. 원래 컬럼 및 분석법 파라미터는 왼쪽 열 **Original Method Parameters**에 입력되었습니다. Intuvo 컬럼에는 고유한 스마트 키가 있으므로, 올바른 컬럼 정보와 함께 기기 및 분석법이 사전 설정되어, 오른쪽 열 **Calculated Method Parameter**에 미리 입력됩니다. 새로운 유속과 오븐 프로그램은 원래 컬럼 파라미터 및 새로운 컬럼 파라미터에 기반해 계산됩니다. 유사한 고정상 비율의 컬럼, 그리고 **Speed gain 1**을 선택함으로써, Calculated Method를 위한 새로운 유속이 결정되거나 오븐 프로그램은 변경되지 않은 채로 남습니다. **Apply to Method** 버튼을 사용해 새로운 분석법 파라미터가 현재의 분석법에 추가됩니다.

그림 3은 Agilent 7890 GC 시스템에서 얻어진 원래의 크로마토그램을 보여줍니다. 그림 4의 크로마토그램은 그림 1의 전환된 분석법 파라미터를 Intuvo 9000 GC 시스템에 적용함으로써 얻어졌습니다. 원래 7890 분석법과 동일한 오븐 프로그램에서 3개 화합물 간 분리능은 유지되었습니다. 전환된 분석법으로 측정된 아크롤레인, 아크릴로니트릴, 아세토니트릴의 머무름 시간은 각각 4.1분, 8.4분, 8.8분이었습니다. 7890과 Intuvo 시스템의 컬럼 필름 두께 상 비율이 유사하나 동일하지 않기 때문에, 머무름 시간의 변화가 예상되었습니다. 그러나 피크 간 분리능은 유지되었습니다. 7890 시스템에서 계산된 아크롤레인과 아크릴로니트릴 간 분리능은 58이며, 아크릴로니트릴과 아세토니트릴 간 분리능은 5.3입니다. Intuvo 크로마토그램에서 계산된 아크롤레인과 아크릴로니트릴 간 분리능은 56이며, 아크릴로니트릴과 아세토니트릴 간 분리능은 5.8입니다. 2개의 GC 시스템 간 머무름 시간을 맞추기 위해 머무름 시간 고정을 사용할 수 있습니다.

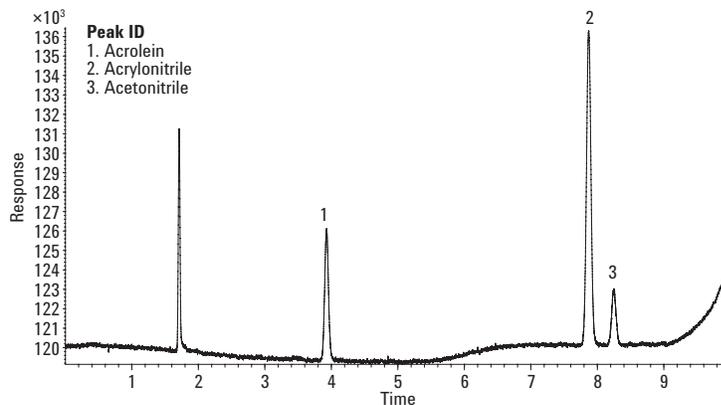


그림 3. 530µm id 컬럼을 사용한 Agilent 7890 GC 시스템에서 얻은 원래 크로마토그램. 아크롤레인(1), 아크릴로니트릴(2) 및 아세토니트릴(3)의 머무름 시간은 각각 3.9분, 7.9분, 8.3분임

원래의 HJ679-2013 분석법을 Intuvo 시스템에 맞게 전환 시 다른 컬럼이 사용되므로, 온도 프로그래밍 상승 속도를 250°C/분까지 설정 가능한 Intuvo의 추가 특징인 직접 가열 기능 등의 이점을 누릴 수 있는 새로운 분석법이 개발되었습니다. 더 얇은 컬럼 고정상을 사용함으로써 분석 시간은 단축되고 처리량은 향상되었습니다. 그림 2에 나타난 Method Translator의 컬럼 규격을 사용함으로써 새로운 유속 및 오븐 프로그래밍 속도가 산출되고 Intuvo 분석법에 적용되었습니다. 그림 5와 같이 동일한 3개 분석성분이 3분 이내에 분리되었습니다. 동일한 컬럼 고정상이 사용되었으므로 용리 순서는 변경되지 않고 유지되었습니다. 고정상 비율은 변경되었으며, 분리능(피크 간격)이 감소되었으나, 여전히 2.5의 베이스라인 분리능 요구를 초과했습니다.

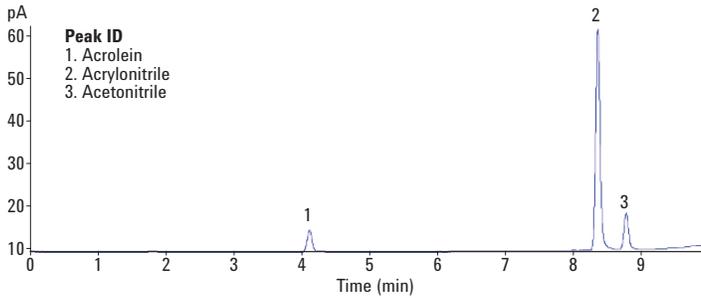


그림 4. 250µm id 컬럼을 사용한 전환된 분석법으로 Agilent Intuvo 9000 GC에서 얻은 크로마토그램, 원래 분석법과 동일한 용리 순서, 분리능 및 유사한 머무름 시간을 보여줌

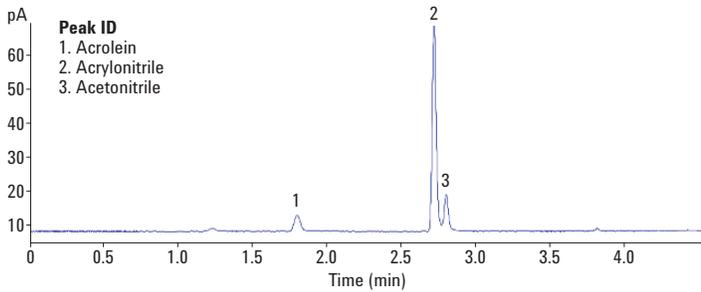


그림 5. 빠른 가열이 가능한 Agilent Intuvo 9000 GC 시스템의 이점을 활용한 전환된 분석법. 아크롤레인(1), 아크릴로니트릴(2) 및 아세토니트릴(3)의 머무름 시간은 각각 1.796분, 2.718분, 2.798분임

결론

애질런트 크로마토그래피 소프트웨어에서 사용할 수 있는 도구들을 통해 GC 플랫폼 간 분석법 전환이 쉽게 진행될 수 있습니다. 분석법 HJ 679-2013 예제에서, Agilent 7890 GC 시스템에 사용된 컬럼은 Agilent Intuvo 9000 GC에서 사용이 불가능했으므로, 고정상 비율이 유사한 컬럼이 선택되었습니다. 또한 원래 분석법과 동일한 오븐 프로그램이 유지되는 유사한 크로마토그래피를 얻는데 필요한 컬럼 유속을 결정하기 위해 Method Translator 계산기를 사용하였습니다. 용리 순서와 분리능은 유지되었습니다. 또한 속도가 최적화된 분석법을 얻기 위해 Method Translator 계산기를 사용하여 새로운 유속 및 오븐 프로그램을 결정하였습니다. 동일한 컬럼 고정상(DB-Wax UI)이 3개 예제 모두에 사용되었으므로 용리 순서는 변화하지 않았습니다. 그러나 필름 두께는 다르기 때문에 3번째 빠른 분석법에서는 분리능이 감소되었습니다. 두 분석법 모두 탁월한 크로마토그래피 결과를 획득했으며, 다양한 가스 크로마토그래피 플랫폼에서 사용되는 분석법들이 Intuvo 9000 GC 시스템에 쉽게 적용되고 최적화될 수 있음이 드러났습니다.

참고 문헌

1. Acrolein, Acrylonitrile, and Acetonitrile by HS-GC, *Agilent Technologies*, publication number 5991-8096EN (2017)

www.agilent.com
이 발행물의 정보, 설명, 사양은 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2017
2017년 8월 16일 한국에서 발행
5991-8331KO

서울시 용산구 한남대로 98, 일신빌딩 4층 우)04418
한국애질런트테크놀로지스(주) 생명과학/화학분석 사업부
고객지원센터 080-004-5090 www.agilent.co.kr



Agilent Technologies