

응용 자료

무기 이온, 수질 검사,
광물질, 금속, 기본
화학물질



친수성 상호작용 크로마토그래피를 이용한 금속, 할로겐광물, 무기 이온 분석

저자

Anne Mack, Adam Bivens
Agilent Technologies, Inc.

개요

이 응용 자료는 친수성 상호작용 크로마토그래피(HILIC)를 이용한 다양한 종류의 무기 이온 분리를 소개합니다. 높은 극성을 띠는 이들 화합물의 분석은 한때 이온 교환(IX) 및 이온 크로마토그래피(IC)와 같은 특수 분석법으로만 수행이 가능했습니다. Agilent InfinityLab Poroshell 120 HILIC-Z 및 InfinityLab Poroshell 120 HILIC-OH5 등의 제품과 같이 HILIC 상 화학의 발전함에 따라, 이제 표준 HPLC에서도 물-아세트니트릴 그래디언트를 통해 이들 이온의 머무름을 유도하고 분석할 수 있게 되었습니다.

소개

무기 이온 분석은 많은 실험실들의 핵심 작업이지만, 역상 크로마토그래피로 쉽게 실현할 수 없습니다. 이는 상대적으로 비극성 상의 화학적 성질로 인해 높은 극성의 이온을 머무르게 하기 힘들기 때문입니다. 이온 교환(IEX) 및 이온 크로마토그래피(IC)는 긴 분석 시간이 소요되고 보다 전문적인 장비를 필요로 하는 등의 특징에도 불구하고 다년간 유일한 대안책이었습니다.

친수성 상호작용 크로마토그래피(HILIC) 상 화학이 발달하면서 이제는 무기 이온을 포함한 다양한 높은 극성 이온을 분석하는 것이 가능해졌습니다. HILIC는 또한 IEX 및 IC에 비해 독보적인 여러 이점을 자랑합니다.

- 양이온, 음이온, 극성 중성전하 화합물 등을 단일 주입에서 동시에 분석할 수 있습니다.
- 표준 물-아세토니트릴 용리액이 사용되며, 강산 또는 염기성의 첨가 물질이 필요하지 않습니다.
- 시스템이 재생, 억제제, 용리 생성제 등을 필요로 하지 않습니다.
- HILIC에는 폴리머 레진 대신 고효율 실리카겔 기반 미디어를 사용할 수 있습니다.

이와 같은 이점들에 더해 Agilent InfinityLab Poroshell 120 HILIC-Z와 Agilent InfinityLab Poroshell 120 HILIC-OH5는 2.7 μ m의 표면 다공성 입자를 사용해 높은 역압(backpressure) 없이 UHPLC 수준의 효율성과 분리능을 성취할 수 있습니다.

실험

시약 및 화학물질

모든 시약은 ACS 등급 이상입니다. HPLC 등급 아세토니트릴은 Honeywell (Muskegon, MI, USA)에서 구입하였습니다. 물은 EMD Millipore Milli-Q Integral System(Darmstadt, Germany)을 이용해 얻었습니다. 시약 등급 포름산 (FA, p/n G2453-85060)은 애질런트 테크놀로지스의 제품입니다. 포름산염

암모늄, 무기 이온 표준품은 Sigma-Aldrich (St. Louis, MO, USA)에서 구입한 제품입니다.

장비 및 재료

- Eppendorf pipettes & repeater
- Agilent InfinityLab solvent bottle, amber, 1,000 mL (p/n 9301-6526)
- Agilent InfinityLab Stay Safe cap, GL45, 3 ports, 1 vent valve (p/n 5043-1219)
- Vial, screw top, amber, write-on spot, certified, 2 mL, 100/pk. (p/n 5182-0716)
- Agilent bonded screw cap, PTFE/red silicone septa (p/n 5190-7024)
- Agilent vial insert, 250 μ L, deactivated glass with polymer feet (p/n 5181-8872)
- Agilent InfinityLab Quick Connect, Quick Turn fittings (p/n 5067-5957 & p/n 5067-5966)
- Low dispersion kit (p/n 5067-5963)

기기

이 실험에는 Agilent 1260 binary LC 시스템과 Agilent G4218A ELSD가 사용되었습니다. 시스템 분산을 최소화하기 위해 모든 연결 캐필러리는 0.12mm의 내부 직경과 짧은 길이를 사용합니다. 시스템 제어와 데이터 처리에는 애질런트 OpenLab 소프트웨어를 사용했습니다.

시료 전처리

무기 이온은 염 형태로 물에 용해시킨 후 더이상의 시료 전처리 없이 개별적으로 주입해 분석하였습니다.

이동상 준비

포름산염 암모늄을 원하는 농도가 되도록 무게를 측정하고 물에 혼합하였습니다. 용리액은 그 후 포름산을 이용해 pH 3으로 조절되었습니다. HPLC 등급의 아세토니트릴은 더이상의 처리 없이 사용되었습니다.

참고: 포름산염 암모늄 버퍼는 시간에 따라 변질될 수 있으므로, 용리액은 1L 이하로 혼합하고 버퍼를 정기적으로 교체할 것을 권장합니다.

염 표준품

염	농도
Calcium chloride	2.4 mmol/L (0.4 mg/mL)
Lithium bromide	5.0 mmol/L (0.4 mg/mL)
Magnesium chloride	3.0 mmol/L (0.3 mg/mL)
Potassium bromate	2.1 mmol/L (0.3 mg/mL)
Potassium iodide	2.7 mmol/L (0.5 mg/mL)
Potassium phosphate	2.5 mmol/L (0.3 mg/mL)
Sodium bromide	3.4 mmol/L (0.3 mg/mL)
Sodium chlorate	3.4 mmol/L (0.4 mg/mL)

참고: 염 혼합물은 불용성 염(예를 들어 인산 칼슘) 형성 방지를 위해 용해도를 고려하여야 합니다.

기기 조건

파라미터	값
HPLC 조건	
컬럼	Agilent InfinityLab Poroshell 120 HILIC-Z, 2.1 \times 100 mm, 2.7 μ m (p/n 685775-924) Agilent InfinityLab Poroshell 120 HILIC-OH5, 2.1 \times 100 mm, 2.7 μ m (p/n 685775-601) Agilent InfinityLab Poroshell 120 HILIC, 2.1 \times 100 mm, 2.7 μ m (p/n 695775-901T)
유량	0.40 mL/min
컬럼 온도	30 °C
주입량	1 μ L
이동상 A	100 mM ammonium formate in water, pH = 3
이동상 B	Acetonitrile
ELSD 조건	
온도	40 °C
압력	3.5 psi
데이터 수집 속도	30 Hz

선택성 비교

3가지 InfinityLab Poroshell 120 HILIC 상은 무기 이온에 대해 각각 매우 다른 선택성을 나타냅니다.

표 1. Agilent InfinityLab Poroshell 120 HILIC 상 사이의 무기 이온 농도 및 머무름 시간

분석 물질*	농도	Agilent InfinityLab Poroshell 120 HILIC-Z를 이용한 머무름 시간	Agilent InfinityLab Poroshell 120 HILIC-OH5를 이용한 머무름 시간	Agilent InfinityLab Poroshell 120 HILIC를 이용한 머무름 시간
Chloride (Cl ⁻)	6.0 mmol/L (0.21 mg/mL)	4.37	3.62	0.97
Chlorate (ClO ₃ ⁻)	3.4 mmol/L (0.28 mg/mL)	1.08	0.89	0.62
Bromide (Br ⁻)	5.0 mmol/L (0.40 mg/mL)	2.26	1.55	0.69
Bromate (BrO ₃ ⁻)	2.1 mmol/L (0.27 mg/mL)	2.66	2.27	0.86
Iodide (I ⁻)	2.7 mmol/L (0.34 mg/mL)	0.94	0.75	0.56
Phosphate (H ₂ PO ₄ ⁻)	2.5 mmol/L (0.24 mg/mL)	8.40	8.79	6.05
Lithium (Li ⁺)	5.0 mmol/L (0.034 mg/mL)	6.34	5.26	3.39
Sodium (Na ⁺)	3.4 mmol/L (0.078 mg/mL)	6.15	6.65	4.21
Potassium (K ⁺)	2.7 mmol/L (0.11 mg/mL)	5.35	9.40	4.55
Magnesium (Mg ²⁺)	3.0 mmol/L (0.072 mg/mL)	10.20	8.09	6.19
Calcium (Ca ²⁺)	2.4 mmol/L (0.096 mg/mL)	10.73	8.55	6.48

*참고: 동일한 양이온 또는 음이온의 염에 대해 가장 높은 농도가 사용되었습니다.

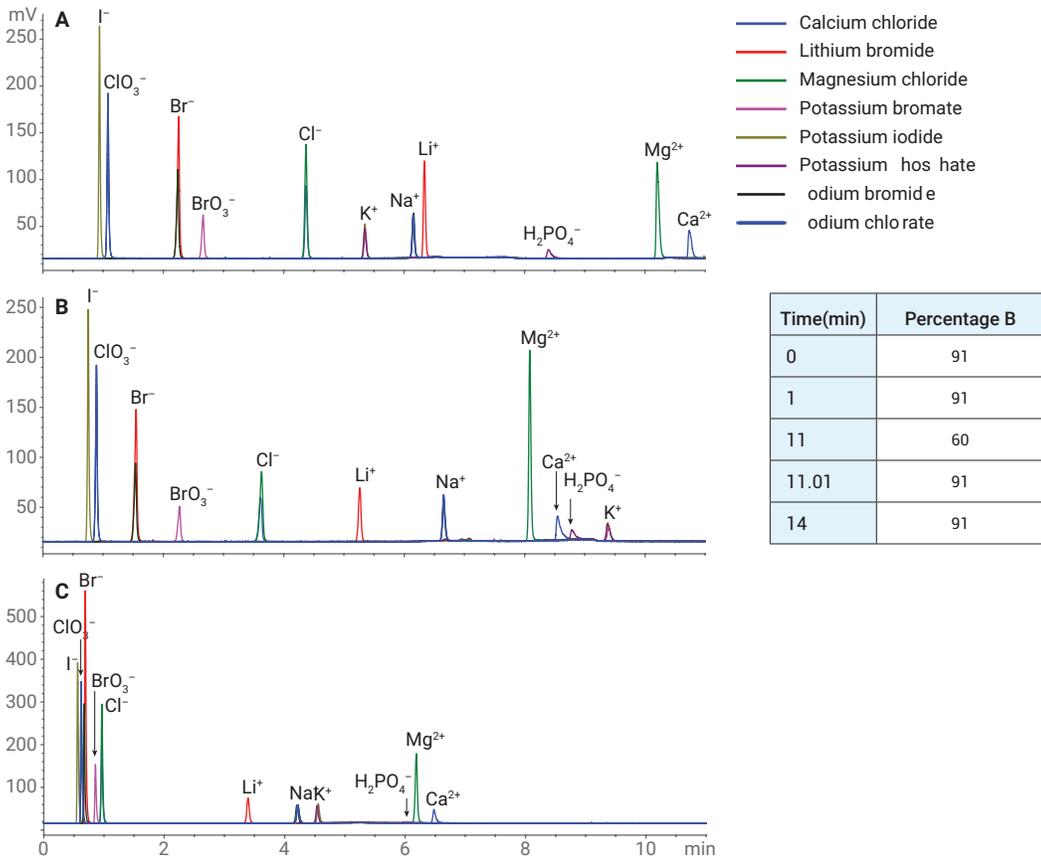


그림 1. Agilent InfinityLab Poroshell 120 HILIC-Z(A), HILIC-OH5(B), HILIC(C) 컬럼 간 선택성 비교

그레디언트 최적화

2파트 그레디언트를 이용해 분석법이 더욱 최적화될 수 있으며, 이를 통해 속도, 피크 모양, 주요 쌍 분리능이 향상될 수 있습니다.

최적 그레디언트: Agilent InfinityLab Poroshell 120 HILIC-Z	
Time(min)	Percentage B
0	91
1	91
6	80
11	20
11.01	91
14	91

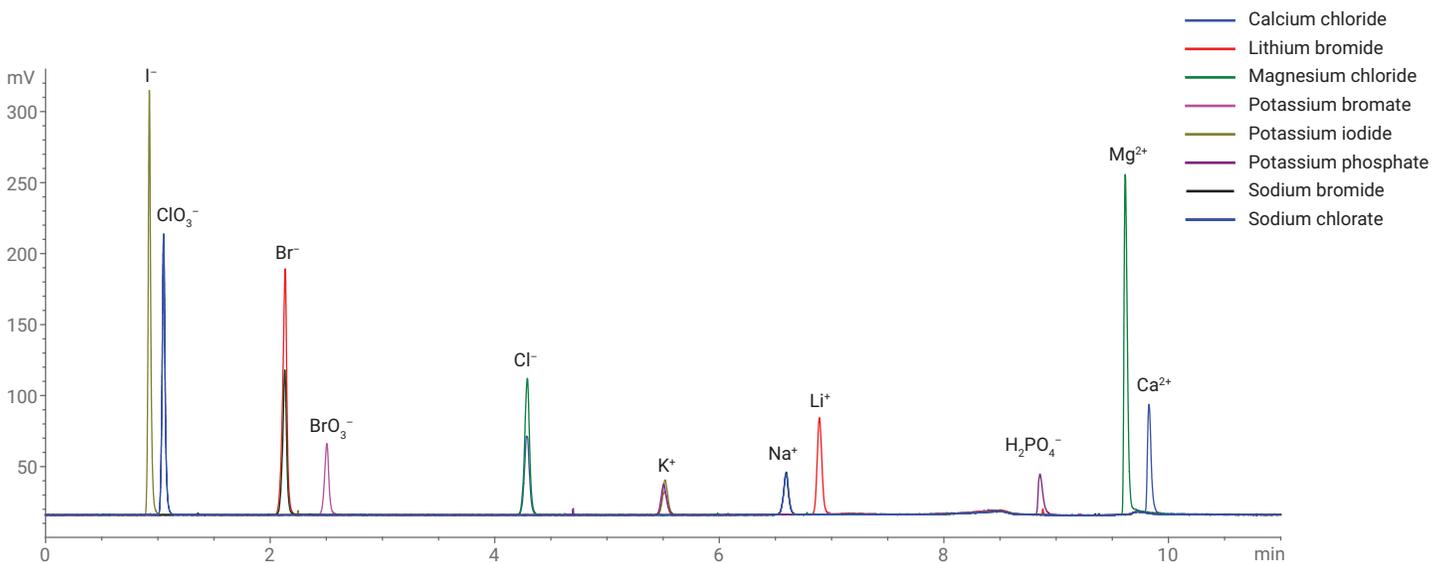


그림 2. Agilent InfinityLab Poroshell 120 HILIC-Z 상을 이용한 무기 이온의 최적화된 분리

결론

무기 이온 분리를 위한 HILIC 분석법이 성공적으로 개발되었으며, 다양한 대상 양이온과 음이온의 빠른 분리에 적용되었습니다. Fructan 결합상을 이용한 Agilent InfinityLab Poroshell 120 HILIC-OH5와 양쪽성 이온 결합상의 Agilent InfinityLab Poroshell 120 HILIC-Z는 각자에 대해 또 다른 선택성을 보여줍니다.

InfinityLab Poroshell 120 HILIC-Z 및 InfinityLab Poroshell 120 HILIC-OH5가 모두 머무름 효과 및 대부분의 이온, 특히 음이온 분리 성능 면에서 실리카 기반의 HILIC 상에서 현저하게 우수한 결과를 나타냈습니다.

www.agilent.com/chem

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2017
2017년 12월 1일 한국에서 인쇄
5991-8602KO

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

