

열 안정성이 향상되고 온도 상한이 확장된 Agilent J&W DB-HeavyWAX 컬럼

저자

Vanessa Abercrombie &
Laura Provoost
Agilent Technologies, Inc.

개요

WAX 컬럼으로도 알려진 100% 폴리에틸렌 글리콜 컬럼은 산업용 화학품, 향미 및 향기 등 다양한 응용에 사용됩니다. 전통적인 WAX 컬럼은 상대적으로 낮은 열 안정성으로 인해 온도 상한이 250/260°C이며, 이는 컬럼의 응용 범위를 제한하곤 했습니다. Agilent J&W DB-HeavyWAX는 온도 상한을 280/290°C로 높이고 열 안정성을 강화해 주입 간 재현성을 더욱 향상시켰습니다.

개요

오늘날의 치열한 GC 및 GC/MS 응용에서는 까다로운 분석물질의 정량 및 정성 분석에서 감도와 재현성에 역점을 둡니다. 100% 폴리에틸렌 글리콜(PEG) 고정상의 가스 크로마토그래피 컬럼은 산업용 화학품 분석 등을 포함한 넓은 범위에서 활용이 가능합니다. 폴리실록산 고정상에 비해 전통적인 WAX GC 컬럼의 최고 작동 온도는 250/260°C로 훨씬 낮습니다. 전통적인 WAX GC 컬럼 사용 시 명시된 최고 작동 온도 한계(MAOT)를 넘어서면 컬럼은 높은 블리딩 수준 및 열악한 열 안정성을 나타내며, 머무름 시간에 변화가 일어납니다.

Agilent J&W DB-HeavyWAX 컬럼은 최고 온도 한계가 280/290°C로 확장되었기 때문에 응용 범위가 훨씬 넓어지고 열 안정성이 크게 개선되었습니다. Benzene, toluene, ethylbenzene, *p*-xylene, *o*-xylene, *m*-xylene(BTEX로도 불림)은 PEG 고정상을 활용한 컬럼에서 분석되는 가장 중요한 산업용 화학품들입니다. 산업용 화학품의 분석(ASTM D2306¹, D6563²)에서 끓는점이 높은 화합물을 다루게 되는 것은 흔한 일입니다. 예전에 이와 같은 화합물을 용출해내는 유일한 방법은 컬럼을 최고 온도에서 오랜 시간 동안 유지하거나, 고정상 손상의 위험을 감수하고 컬럼을 MAOT 이상의 온도에 노출시키는 것밖에 없었습니다³.

DB-HeavyWAX 컬럼은 온도 상한을 높임으로써 컬럼 상의 열 안정성과 280°C 라는 높은 최종 온도를 동시에 유지할 수 있습니다. 애질런트는 DB-HeavyWAX 의 향상된 열 안정성을 증명하기 위해 BTEX 분석을 통해 전통적인 WAX 컬럼과 DB-HeavyWAX 컬럼의 열 안정성을 비교했습니다. 이 비교 실험에서 DB-HeavyWAX 컬럼이 전통 PEG 상 컬럼에 비해 우수한 안정성을 나타내는 것을 볼 수 있으며, 안정성 저하 없이 확장된 작동 온도 범위를 증명했습니다.

기기 조건

GC 조건	
컬럼	Agilent J&W DB-HeavyWAX, 30m × 0.25mm, 0.25µm(p/n 122-7132) 시판 WAX A, 30m × 0.25mm, 0.25µm 시판 WAX B, 30m × 0.25mm, 0.25µm
운반 가스	Helium, constant flow, 1mL/min
오븐	70°C(10.0min), Ramp 5°C/min to 120°C(1.0min), Ramp 20°C/min to 280°C(60min)
주입구	Split mode, 250°C, split ratio 200:1
Inlet liner	Ultra Inert, split, low pressure drop, glass wool(p/n 5190-2295)
GC/FID	Agilent 7890B GC equipped with FID
시료 주입기	Agilent 7693 autosampler
FID 조건	
온도	280°C
수소	30mL/min
공기	400mL/min
컬럼+메이크업 (make-up) 가스	25mL/min

재료 및 방법

- Agilent 7890 GC/FID, split/splitless inlet 장착
- Agilent 7693 autosampler
- Agilent MassHunter 제어 소프트웨어

표준품 준비

순수 benzene, toluene, ethylbenzene, *p*-xylene, *o*-xylene, *m*-xylene(BTEX)은 씨그마알드리치에서 구입하였습니다. 각 100ppm 표준품은 씨그마알드리치에서 구입한 메탄올을 이용해 준비되었습니다.

결과 및 토의

실험에서는 BTEX 표준품을 시판 WAX 컬럼에 주입하였습니다. DB-HeavyWAX 컬럼은 최종 피크인 *m*-xylene이 용출될 때까지 등온으로 유지되며, 마지막 피크가 용출된 후 최종 온도 280°C까지 상승하게 한 후 그 상태에서 1시간 동안 유지시킵니다.

그림 1은 최고 작동 온도가 250/260°C인 전통 WAX 컬럼의 한계를 보여줍니다. MAOT 이상의 온도로 상승했을 때, 컬럼의 고정상은 변화되기 시작하며 머무름 시간 변화를 야기했습니다. 이 시판 WAX 컬럼의 등온 MAOT는 250°C이고 프로그래밍

온도는 260°C입니다. MAOT를 넘어서는 280°C의 온도에서 사용했을 때, 이 컬럼에서는 즉각적인 머무름 시간 변화가 일어났습니다. 처음에는 작은 편이었던 머무름 시간 변화는 280°C에서 50시간 사용 후에는 매우 현저하게 나타났습니다.

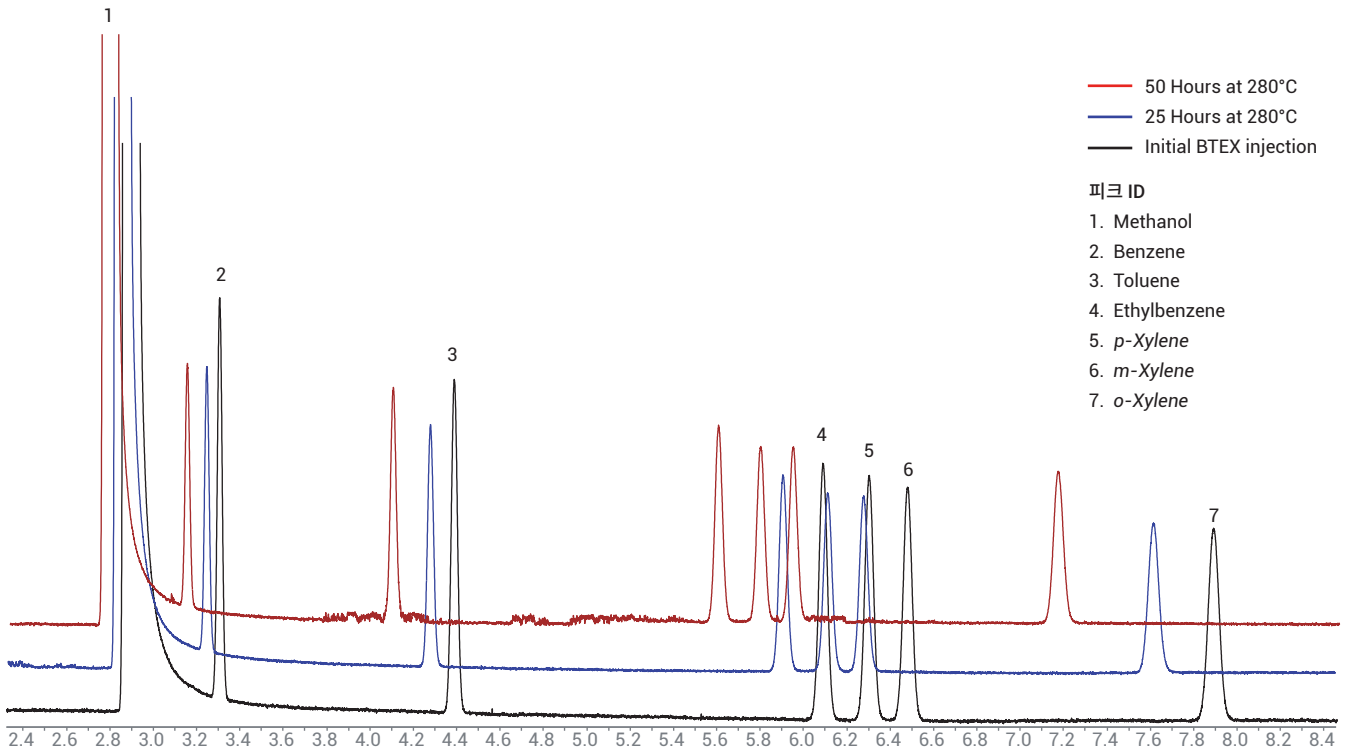


그림 1. 시판 WAX 컬럼을 280°C에서 사용하면 머무름 시간 변화를 나타냅니다.

그림 2는 고온에서 장시간 사용 시 증명되는 DB-HeavyWAX 컬럼의 향상된 열 안정성을 보여줍니다. 280°C에서 50시간 이상 사용 후에도 머무름 시간이 변화하지 않았습니다. 280°C에서 100시간 사용 후에는 머무름

시간이 몇 초 정도 변화했습니다. 이 변화는 DB-HeavyWAX 컬럼이 시판 WAX 컬럼에 비해 상대적으로 우수한 열 안정성을 나타낸다는 것을 보여줍니다.

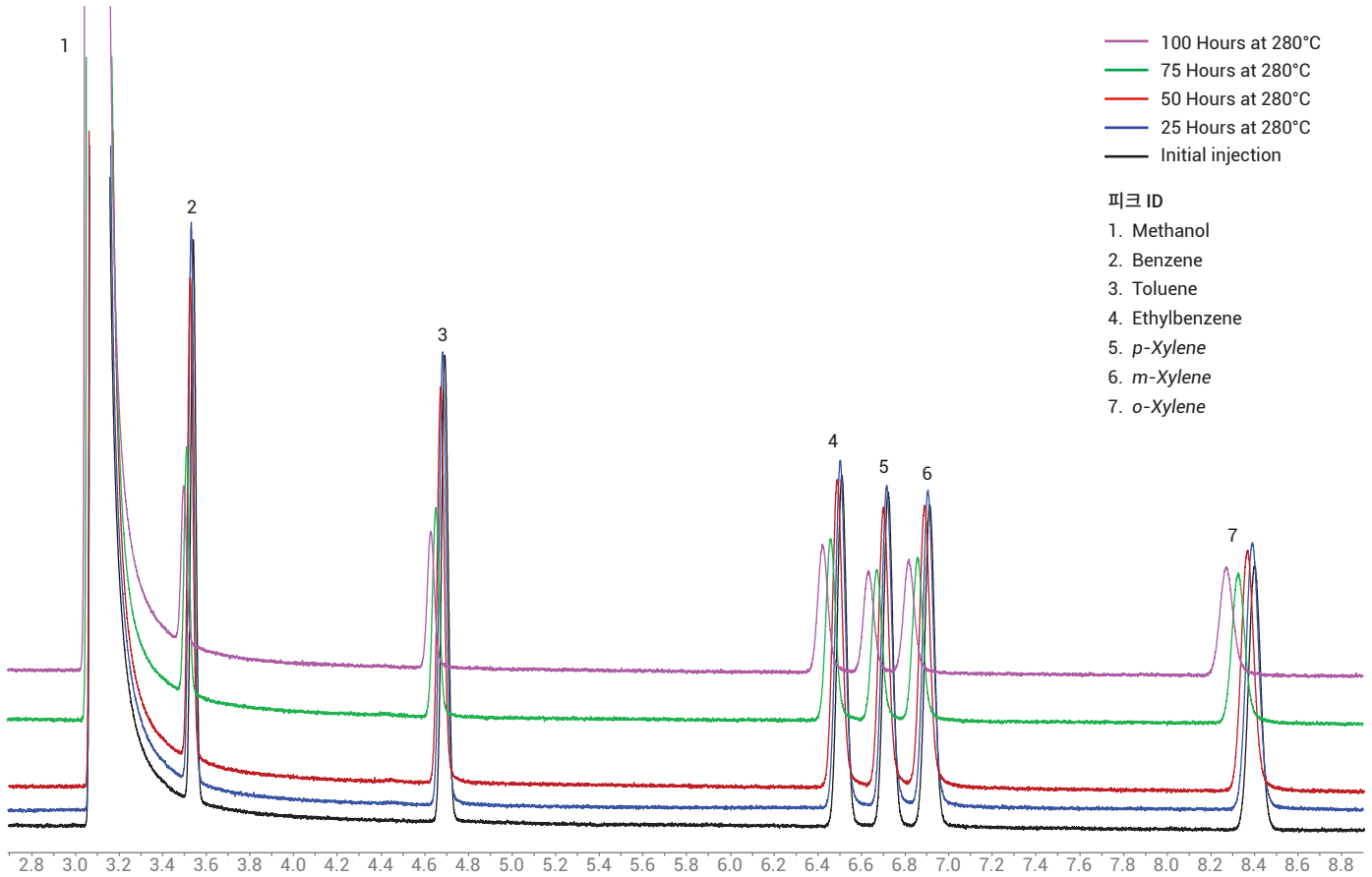


그림 2. 280°C에서 100시간 사용 후 Agilent J&W DB-HeavyWAX 컬럼. Y축은 오프셋.

그림 3은 DB-HeavyWAX 컬럼과 2가지 시판 WAX 컬럼을 280°C에서 100시간 동안 사용한 뒤 최종 용출 피크인, o-xylene의 머무름 시간을 비교한 것입니다. 280°C에서 100시간 사용 후 WAX 컬럼 A와 WAX 컬럼 B는 약 2분 가량의 머무름 시간 변화를 보인 것에 반해, DB-HeavyWAX 컬럼은 머무름 시간이 일정하게 유지되었습니다. 다른 2개의 시판 WAX 컬럼에 비해 DB-HeavyWAX 컬럼의 머무름 시간은 안정적이었으며, 이는 우수한 컬럼 성능과 안정성을 보여줍니다.

결론

Agilent J&W DB-HeavyWAX 컬럼은 열 안정성의 손실 없이 온도 상한을 높였습니다. 전통적인 WAX 컬럼은 280°C와 같은 고온에서 장시간 사용 시 머무름 시간이 안정적이지 못한 경우가 많습니다. 온도 상한이 향상된 DB-HeavyWAX 컬럼은 280°C에서 100시간 사용 후에도 뛰어난 열 안정성을 선보였습니다.

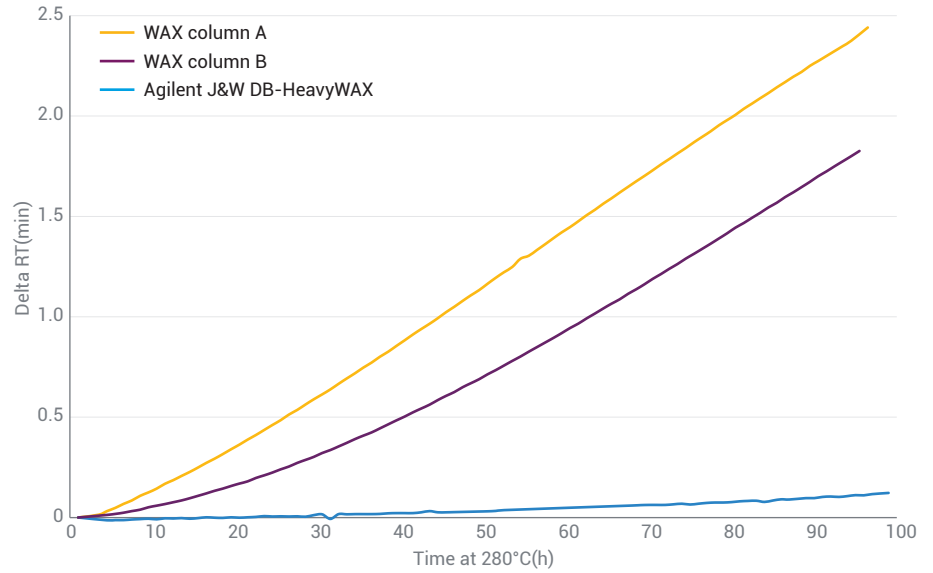


그림 3. 시판되는 두 가지 WAX 컬럼과 Agilent J&W DB-HeavyWAX 컬럼을 280°C에서 최대 100시간 동안 분석하여 o-Xylene의 머무름 시간 변화를 비교해 보았습니다.

참고문헌

1. ASTM D2306. Standard Test Method for C8 Aromatic Hydrocarbon Analysis by Gas Chromatography
2. ASTM D6563. Standard Test Method for Benzene, Toluene, Xylene (BTX) Concentrates Analysis by Gas Chromatography
3. Reese, A.; Vickers, A.; George, C. GC Column Bleed: A MASS PerSPECTive. *Agilent Technologies*, publication number B-0442, **2001**

www.agilent.com/chem

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2018
2018년 2월 20일, 한국에서 발행
5991-9035KO

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