

# 감도 및 재현성이 향상된 제트 연료 내 극미량 지방산 메틸 에스테르 분석

Energy Institute Method IP 585를 Agilent J&W  
DB-HeavyWAX GC 컬럼에 적용하기

## 저자

Vanessa Abercrombie

## 개요

이 응용 자료는 Energy Institute Method IP 585를 Agilent J&W DB-HeavyWAX GC 컬럼에 적용했을 때 제트 연료 내 지방산 메틸 에스테르(FAME) 분석의 감도가 향상됨을 설명합니다. 온도 범위가 확장된 thick-film DB-HeavyWAX 컬럼(270°C 또는 280°C)은 극히 낮은 블리딩을 제공하며 GC/MS 응용에 매우 적합한 제품입니다. 열 안정성이 향상된 DB-HeavyWAX 컬럼은 SIM(selective ion monitoring) 모드 사용에 매우 이상적입니다. 이 컬럼은 전통적인 WAX 컬럼의 온도 상한인 250°C 이상의 온도에서 장시간 사용 시에도 재현성이 향상된 머무름 시간을 보이기 때문입니다.

## 개요

IP 585 분석법을 이용한 바이오디젤 내 지방산 메틸 에스테르(FAME) 분석은 제트 연료 시료가 운송 과정에서 오염되었는지를 확인하는 데 필수적인 실험입니다. 이 분석에는 WAX 컬럼을 이용하는 것이 가장 좋습니다<sup>1</sup>. 100% 폴리에틸렌 글리콜(PEG) 고정상의 가스 크로마토그래피 컬럼은 산업용 화학품 분석 등을 포함한 넓은 범위에서 활용이 가능합니다. 전통적인 thick-film GC 컬럼의 최고 작동 온도는 250°C로, 폴리실록산 고정상에 비해 훨씬 낮습니다.

전통적인 WAX GC 컬럼이 정해진 최고 작동 온도(MAOT)를 넘어선 온도에서 사용될 경우, 컬럼은 열악한 열 안정성과 높은 블리딩 현상을 나타냅니다<sup>2</sup>. IP 585에서 요구하는 최종 온도인 252°C에서 전통적인 WAX 컬럼을 사용할 경우 열 안정성 손실이 있을 것으로 보입니다. Agilent J&W DB-HeavyWAX thick-film 컬럼은 등온 상한이 270°C, 프로그래밍 온도 상한이 280°C에 달합니다. 때문에 IP 585를 이용한 제트 연료 내 FAME 분석에는 DB-HeavyWAX가 최적입니다.

DB-HeavyWAX 컬럼의 온도 한계가 확장되었기에, 고정상 손실 없이 최종 온도를 252°C로 유지하는 것이 가능해집니다. 또한 장시간 동안 최종 온도 270°C를 유지하거나, 프로그래밍 온도를 최고 280°C 까지 설정해 고분자량 화합물의 교차오염 확률을 낮추고 재현성을 높일 수 있습니다. 열 안정성이 향상된 DB-HeavyWAX 컬럼은 보다 안정적인 머무름 시간을 제공하며, 컬럼 상 훼손으로 인한 SIM 창 업데이트의 필요성 없이 장시간 동안 작업을 지속할 수 있게 해줍니다.

전통적인 WAX 컬럼은 250°C 이상 온도에서 컬럼 블리딩 현상을 나타내곤 하는데, DB-HeavyWAX 컬럼은 이러한 걱정 없이 낮은 베이스라인을 나타내며 저농도 FAME에서도 보다 정확한 정량화 결과를 보여줍니다.

## 기기 조건

GC 조건	
컬럼	Agilent J&W DB-HeavyWAX, 60m × 0.25mm, 0.5µm(p/n 122-7132) 시판 중인 전통적인 WAX column, 60m × 0.25mm, 0.5µm
운반 가스	Helium, constant flow, 12mL/min
오븐	150°C(5.0min), Ramp 12°C/min to 200°C(17.0min), Ramp 3°C/min to 252°C(10min)
주입구	Split mode, 260°C, split ratio 50:1
Inlet liner	Agilent 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
유동 경로 소모품	
Septum	Bleed and temperature optimized(BTO) 11mm septa(p/n 5183-4757, 50/pk)
Gold seal	Agilent Ultra Inert gold seals(p/n 5190-6145, 10/pk)
바이알	2mL, screw top, amber, write-on spot, certified, (p/n 5182-0716, 100/pk)
바이알 삽입튜브 (Insert)	250µL glass inserts, deactivated(p/n 5181-8872, 100/pk)
바이알 캡	9mm blue screw cap, PTFE/RS(p/n 5185-5820, 500/pk)
Inlet/FID/MSD	85:15 Vespel:graphite ferrules(p/n 5062-3508, 10/pk)
FID 조건	
온도	280°C
수소	30mL/min
공기	400mL/min
컬럼+메이크업 (make-up) 가스	25mL/min
MSD 조건	
모드	SIM/Scan
Scan 범위	33–320amu
용매 지연	20.0min
소스 온도	230°C
Quad 온도	150°C

## 실험

### 재료 및 방법

GC/MSD 실험에 split/splitless inlet이 장착된 Agilent 7890 GC/FID, Agilent 7010 MSD, Agilent 7693 autosampler, Agilent MassHunter 제어 소프트웨어가 사용되었습니다.

## 시료 전처리

검량 표준품은 AccuStandard에서 구입하였으며, 작업 표준품은 IP 585 기준에 따라 핵산(Sigma)을 이용하여 2, 10, 25, 50, 75mg/g의 농도로 준비되었습니다.

## 결과 및 토의

실험은 FAME 혼합물 표준품을 주입한 DB-HeavyWAX 컬럼을 이용하여 IP 585에 따라 실행되었으며, 최종 온도는 252°C였습니다. 먼저 불꽃 이온화 검출기(FID)로 혼합물을 분석하여 컬럼 블리딩을 측정하였습니다. 그림 1에서 전통적인 thick-film WAX 컬럼에 비해 DB-HeavyWAX 컬럼의 블리딩 현상이 줄어든 것을 볼 수 있습니다. DB-HeavyWAX 컬럼은 고온에서 전통적인 WAX 컬럼에 비해 컬럼 블리딩 현상이 줄어든 것을 관찰 수 있는데, 이는 DB-HeavyWAX 컬럼의 전반적으로 우수한 열 안정성을 제공함을 의미합니다.

표 1. SIM 창

SIM Group	표적 화합물	유의어	기호	SIM 이온	Dwell
1	Methyl hexadecanoate	Methyl palmitate	C16:0	227*	75
				239	75
				270	75
				271	75
2	Methyl heptadecanoate-d33	Methyl margarate-d33	C17:0-d33(IS)	317	300
3	Methyl heptadecanoate	Methyl margarate	C17:0	241*	100
				253	100
				284	100
4	Methyl octadecanoate	Methyl stearate	C18:0	255*	100
				267	100
				298	100
5	Methyl octadecenoate	Methyl oleate	C18:1	264*	100
				265	100
				296	100
6	Methyl octadecadienoate	Linoleate	C18:2	262	60
				263*	60
				264	60
				294	60
				295	60
7	Methyl octadectrienate	Linolenate	C18:3	236*	75
				263	75
				292	75
				293	75

\*quant 이온을 가리킴

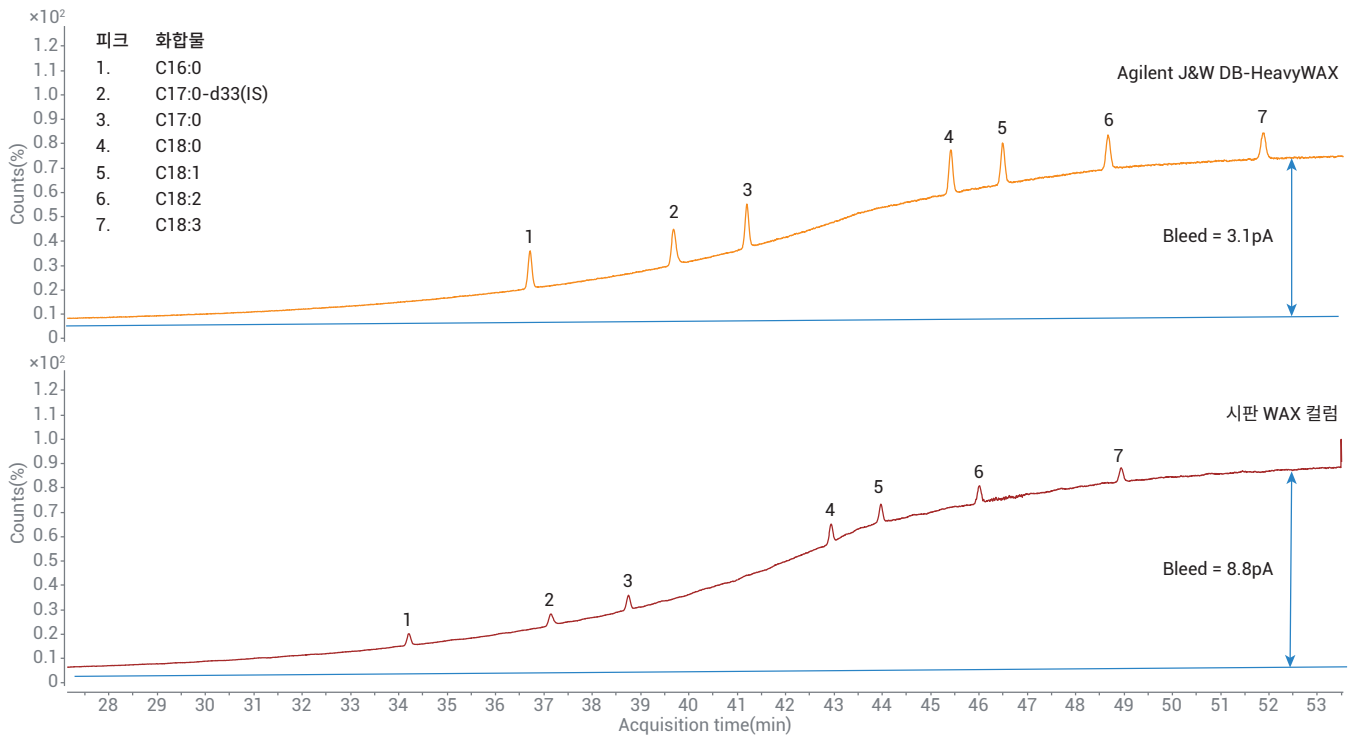


그림 1. Agilent J&W DB-HeavyWAX 컬럼 및 시판 WAX 컬럼에서 FID로 수집된 10mg/g FAME 표준품

그림 2는 FID로 측정된 DB-HeavyWAX의 낮은 블리딩 현상 덕분에, 컬럼이 질량 분석기에서 사용되었을 시 낮은 신호 대 잡음 비율(S/N)을 나타냄을 보여줍니다.

DB-HeavyWAX 컬럼의 S/N은 전통적인 WAX 컬럼에 비해 향상되었기 때문에, 250°C 이상의 온도에 장시간 노출되어야 하는 바이오디젤 내 FAME 정량 분석에서 더 정확하고 높은 감도를 제공할 수 있습니다.

그림 3은 DB-HeavyWAX의 낮은 블리딩 수준이 SIM 또는 Scan 모드에서 FAME 분석에 주는 이점을 보여줍니다. 분석물 농도가 2mg/g까지 낮은 분석에서도 DB-HeavyWAX 컬럼을 이용하여 Scan 모드에서 원하는 분석물을 검출할 수 있습니다.

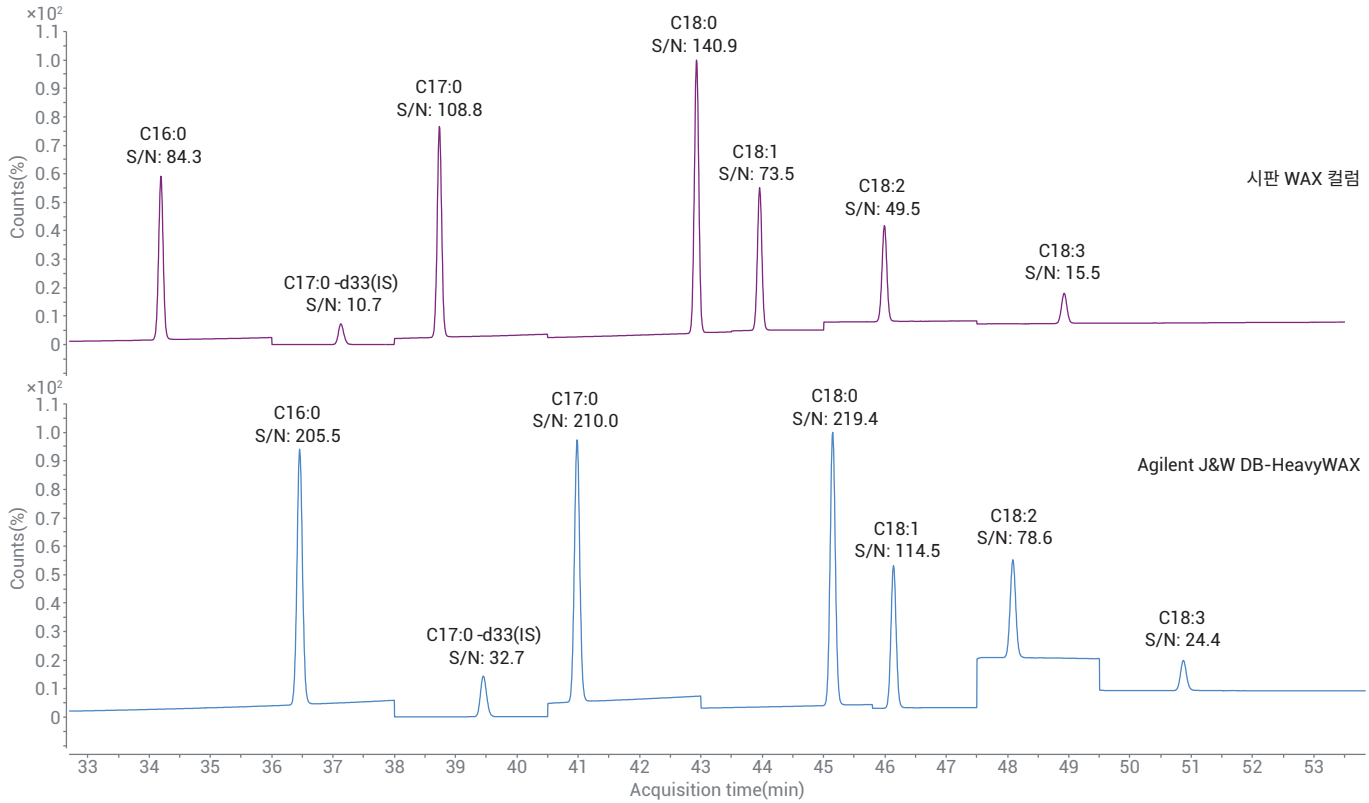


그림 2. Agilent J&W DB-HeavyWAX 컬럼 및 시판 WAX 컬럼의 SIM 모드에서 수집된 25mg/g FAME 표준품

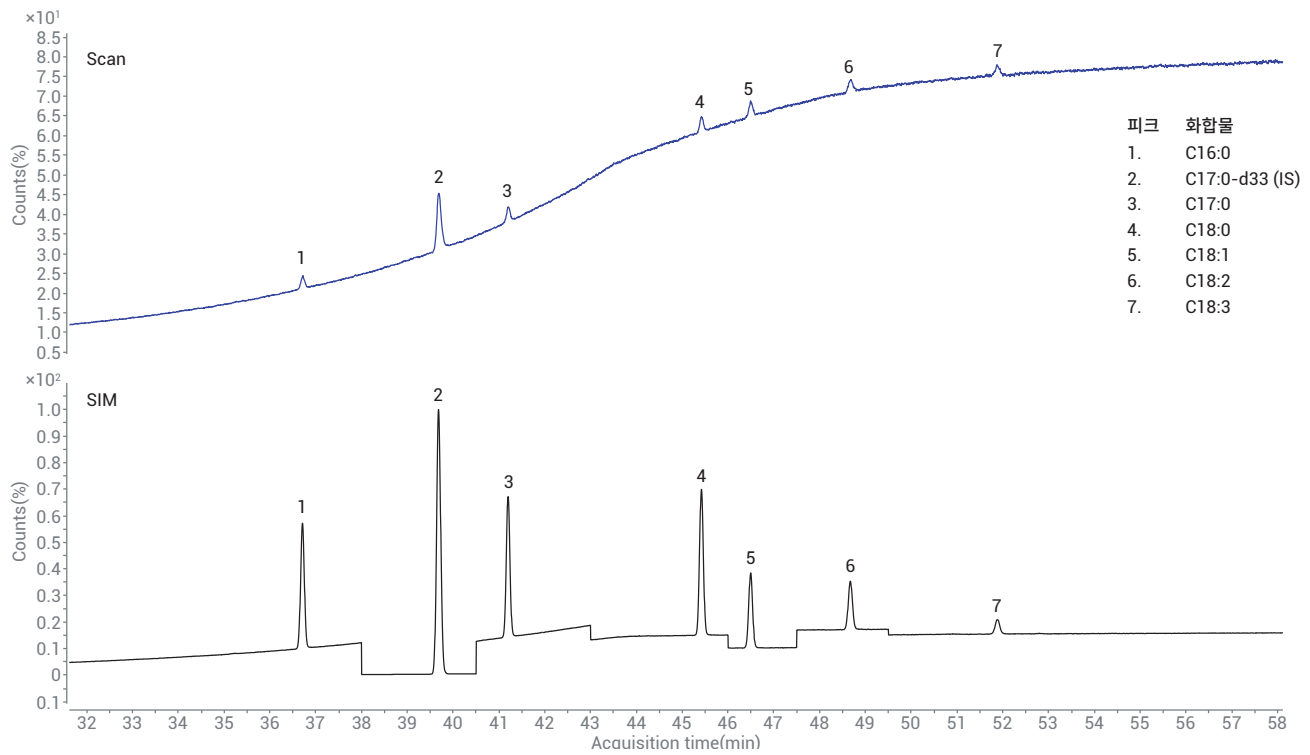


그림 3. Agilent J&W DB-HeavyWAX 컬럼의 Scan 및 SIM 모드에서 수집한 2mg/g 표준품

### 재현성 및 수명

표 2는 260°C의 온도에서 50시간 동안 SIM 모드로 총 200회의 주입을 반복하여 수집된 2mg/g FAME 표준품의 9개 재현 결과를 보여줍니다. 모든 화합물의 %RSD는 0.15% 이하로, 장시간 동안 유지되는 DB-HeavyWAX 컬럼의 안정성과 견고성을 나타냅니다.

표 2. Agilent J&W DB-HeavyWAX 컬럼을 260°C에서 50시간 이상 사용한 뒤 SIM 모드에서 수집한 2mg/g FAME 표준품의 9개 재현 결과

화합물	260°C에서 작동									평균	%RSD
	1	5	7	13	22	39	42	46	49		
C16:0	36.58	36.47	36.45	36.44	36.43	36.43	36.43	36.43	36.42	36.45	0.13%
C17:0 d33(ISTD)	39.57	39.47	39.45	39.44	39.44	39.44	39.44	39.44	39.44	39.46	0.11 %
C17:0	41.09	40.99	40.98	40.96	40.97	40.97	40.97	40.97	40.96	40.98	0.10 %
C18:0	45.26	45.16	45.15	45.13	45.14	45.15	45.15	45.15	45.14	45.16	0.08 %
C18:1	46.25	46.15	46.14	46.12	46.13	46.13	46.13	46.13	46.13	46.15	0.09 %
C18:2	48.20	48.10	48.09	48.07	48.08	48.07	48.08	48.08	48.07	48.09	0.09 %
C18:3	51.01	50.89	50.87	50.85	50.84	50.86	50.86	50.87	50.86	50.88	0.10 %

## 결론

Agilent J&W DB-HeavyWAX thick-film 컬럼은 온도 상한이 향상되었으며 (270/280°C), 낮은 블리딩 현상을 나타냅니다. 확장된 온도 범위는 감도와 열 안정성의 향상으로 이어집니다. DB-HeavyWAX 컬럼은 열 안정성과 견고성이 향상되었기 때문에, 머무름 시간 재현성이 생산성에 매우 중요한 역할을 하는 IP 585와 같은 SIM 분석법에 매우 적합합니다. DB-HeavyWAX 컬럼은 극히 낮은 블리딩 현상을 나타내기 때문에 분석물질의 S/N을 높여주며, 이로 인해 SIM 또는 Scan 모드에서 데이터 수집 시 감도와 유연성이 향상됩니다.

## 참고문헌

1. McCurry, J. GC/MS Analysis of Trace Fatty Acid Methyl Esters (FAME) in Jet Fuel Using Energy Institute Method IP585, *Agilent Technologies*, publication number 5990-9432EN, **2011**
2. Abercrombie, V.; Provoost, L. Increased Thermal Stability and Maximum Temperature of the Agilent J&W DB-HeavyWAX Column, *Agilent Technologies*, publication number 5991-9035EN, **2018**

[www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2018  
2018년 3월 6일 한국에서 발행  
5991-9116KO

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