

고순도 *p*-자일렌 내 미량 *m*-자일렌의 일상 분석

Agilent 8890B GC 시스템 사용

저자

Scott Hoy
Agilent Technologies, Inc.

개요

이 응용 자료에서는 Agilent 8890B GC 시스템을 사용하여 고순도 *p*-자일렌 내 미량 *m*-자일렌을 분석하는 방법을 소개합니다. 두 가지 컬럼을 사용하여 시스템 안정성과 견고성을 우선시하는 고분리능의 분리법(19.3분)과, 더 좁은 컬럼을 사용해 일부 견고성을 절충하는 대신 분석 시간을 40% 단축한 고속 분석법(13.8분)을 입증했습니다. 10-50ppm *m*-자일렌 범위에서 직선성을 확립했으며, 고분리능 및 고속 분석법의 R^2 값은 각각 0.99950 및 0.99975였습니다. 50ppm *m*-자일렌을 200회 연속 주입하여 분석법 정밀도를 평가한 결과, 고분리능 및 고속 분석법에서 피크 면적 상대표준편차(RSD)는 각각 1.68% 및 2.88%였으며, 평균 신호 대 잡음비(S/N)는 각각 98.5 및 27.7이었습니다. 또한 8890B GC에 내장된 조기 유지보수 피드백(EMF) 카운터와 피크 평가 기능의 설정 및 사용 방법도 입증했습니다.

소개

Agilent 8890B GC 시스템은 Agilent 8890A GC의 탁월한 성능을 기반으로 하며, 초보자부터 전문가 수준의 작업자까지 사용자 경험을 향상하도록 설계된 다양한 기능이 추가되었습니다. 이 응용 자료에서는 까다로운 GC 순도 분석법인 *p*-자일렌(PM) 내 미량 *m*-자일렌(MX) 정량에 이러한 기능을 적용한 몇 가지 사용 사례를 살펴봅니다. 이 분리를 위해서는 속도, 분리능 및 감도와 같은 크로마토그래피 파라미터를 최적화하여 세심하게 균형을 맞춰야 합니다. 8890B GC에 통합된 조기 유지보수 피드백(EMF) 카운터 및 자동 피크 평가 기능을 비롯한 Agilent GC Assist 기능을 활용하면 분석법의 견고성과 기기 가동 시간을 극대화할 수 있습니다.

개념적으로는 간단하지만 *p*-자일렌에서 소량의 *m*-자일렌을 분리하고 측정하는 것은 정밀한 기기 제어와 최고 품질의 GC 부품 및 소모품이 필요한 까다로운 작업입니다. 두 화합물은 위치 이성질체이며 끓는점이 거의 동일하기 때문에, 전통적으로 폴리에틸렌 글리콜 "왁스" 상과 같은 길고 극성이 높은 컬럼을 사용하여 분리해 왔습니다. ASTM D7504에서는 60m × 0.320mm이고 고정상 두께가 0.25μm인 왁스 컬럼을 권장합니다. 분리능을 높이기 위해 0.50μm의 고정상 두께를 사용할 수 있습니다.¹ 분리는 약 1,000ppm의 *m*-자일렌을 함유한 *p*-자일렌 표준물질을 사용하여 검증합니다. 훨씬 낮은 농도의 *m*-자일렌을 측정하려면 MX와 PX 간 분리능을 높여야 하며, 이는 피크 확장을 감소하고 컬럼의 고정상 두께를 늘림으로써 달성할 수 있습니다. 이러한 피크 확장은 MX의 검출 한계(LOD)와 정량 한계(LOQ)에 부정적인 영향을 미치므로, 컬럼의 내경을 줄여 피크를 다시 날카롭게 함으로써 이를 상쇄해야 합니다. 이 응용 자료에서는 0.200mm 및 0.100mm 내경의 왁스 컬럼을 사용하여 최적화된 분리를 구현하고, 두 분리법의 장점과 한계를 제시합니다.

실험

8890B GC는 Agilent 7650A 자동 시료 주입기(ALS), 분할/비분할(SSL) 주입구 및 불꽃 이온화 검출기(FID)로 구성되었습니다. 두 가지 컬럼을 사용하여 서로 다른 두 가지 분리 속도를 살펴보았습니다. Agilent J&W DB-WAX FF 컬럼, 20m × 100μm, 0.2μm(부품 번호 127-7023FF)을 사용하여 시료 용량은 더 적지만 더 빠른 분리를 구현했으며, Agilent J&W HP-INNOWax 컬럼, 50m × 200μm, 0.4μm(부품 번호 19091N-205I)을 사용하여 시료 용량이 더 크고 분리능이 더 높은 분리를 구현했습니다.

두 분석법 모두 수소 운반 가스를 사용했으며, Agilent Gas Clean 필터를 사용하여 운반 가스와 FID 수소에서 수분, 탄화수소 및 산소를 제거했습니다. FID 공기는 수분과 탄화수소를 제거하도록 필터링했습니다. GC 구성과 분석법에 대한 자세한 내용은 각각 표 1과 2에서 확인할 수 있습니다.

고순도 *p*-자일렌은 ASTM D7504에 명시된 재결정화 절차를 사용하여 시약 등급 *p*-자일렌(부품 번호 134449, Sigma-Aldrich)으로부터 제조했습니다. 저농도 *m*-자일렌 표준물질은 정제된 *p*-자일렌과 99% *m*-자일렌(부품 번호 296325, Sigma-Aldrich)을 사용하여 중량법으로 제조했습니다. 데이터 수집 및 분석에는 Agilent OpenLab CDS v2.8을 사용했습니다.

주입구 소모품은 불활성, 수명 및 비용 간의 최적의 균형을 고려하여 선택했습니다. Agilent Advanced Green 셉텀(부품 번호 5183-4759)은 블리드가 매우 낮으며, 주입구 온도가 300°C 미만인 이 분석법 조건에서 수명이 깁니다. 5μL Agilent Blue Line 자동 시료 주입기 시린지(부품 번호 G4513-80206)의 테이퍼형 니들은 코어링을 줄여 셉텀 수명을 더욱 연장합니다. 애질런트 불활성 분할 주입구 라이너(부품 번호 5183-4647)에는 셉텀 조각을 포집하고 시린지 니들 끝을 닦아주는 유리섬이 들어 있어 주입 부피의 정밀도를 높여줍니다.

표 1. Agilent 8890B GC 구성.

구성		
	고분리능 분석법	고속 분석법
샘플러	7650A 자동 액체 시료 주입기 (ALS)	7650A 자동 액체 시료 주입기 (ALS)
주입구	고압 분할/비분할	고압 분할/비분할
컬럼	HP-INNOWax 50m × 0.200mm, 0.4μm(부품 번호 19091N-205I)	DB-WAX FF 20m × 0.100mm, 0.2μm(부품 번호 127-7023FF)
검출기	FID	FID
운반 가스	수소	수소
소모품		
주입구 셉타	Nonstick Advanced Green(p/n 5183-4759)	
주입구 라이너	불활성의 low pressure drop 유리섬 포함 분할 라이너(부품 번호 5183-4647)	
ALS 시린지	Blue Line, 5μL, 고정 니들, 23-26s/42/콘(부품 번호 G4513-80206)	
운반 가스 필터	운반 가스용 Agilent Gas Clean purifier 키트, 1/8인치(부품 번호 CP17976)	
FID 수소 가스 필터	운반 가스용 Agilent Gas Clean purifier 키트, 1/8인치(부품 번호 CP17976)	
FID 공기 가스 필터	Agilent Gas Clean moisture purifier(부품 번호 CP17971) 및 Agilent Gas Clean hydrocarbon purifier(부품 번호 CP17972)	

표 2. 분석법 조건.

	고분리능 분석법	고속 분석법
실행 시간	19.3분	13.83분
ALS 및 주입구		
운반 가스	수소, 1.5mL/분 일정 유량	수소, 0.5mL/분 일정 유량
셉텀 퍼지	6mL/분	6mL/분
주입 부피	0.3μL	0.3μL
모드	분할, 250:1	분할, 750:1
온도	250°C	240°C
오븐 프로그램		
초기 온도	40°C	40°C
초기 유지	0분	0분
램프 번호 1 속도	3°C/분	3°C/분
램프 번호 1 설정값	85°C	65°C
램프 번호 1 유지 시간	-	-
램프 번호 2 속도	50°C/분	50°C/분
램프 번호 2 설정값	250°C	240°C
램프 번호 2 유지 시간	1분	2분
검출기		
데이터 수집 주기	10Hz	10Hz
온도	260°C	240°C
공기	300mL/분	300mL/분
수소	30mL/분	30mL/분
보충 가스(N ₂)	25mL/분	25mL/분

결과 및 토의

분석법의 장기적인 안정성을 확립하고 유지하려면 시스템 내 산소량을 제한하여 컬럼 고정상을 보호해야 합니다. 일반적으로 운반 가스 오염이 불필요한 산소 유입의 가장 큰 원인이지만, 반복적인 시린지 주입으로 주입구 셉텀에 구멍이 생기면서 산소가 유입될 수도 있으므로 셉텀을 정기적으로 교체해야 합니다. 애질런트의 소모품 및 공급품 포트폴리오는 이러한 문제를 해결하도록 특별히 설계된 여러 솔루션을 제공합니다. Gas Clean 정제 시스템에는 산소, 수분 및 탄화수소를 제거하는 운반 가스 필터와 필터 수명을 나타내는 색상 변화 시각 표시기가 포함되어 있으며, 옵션 광학 센서를 사용하면 8890B GC에서 이를 원격으로 모니터링할 수 있습니다. Advanced Green 셉텀은 낮은 블리드와 뛰어난 내구성을 제공하도록 설계되었으며, 테이퍼형 니들이 장착된 Blue Line 자동 시료 주입기 시린지를 사용하면 셉텀의 물리적 코어링을 줄여 내구성을 더욱 높일 수 있습니다. 이러한 부품을 정기적으로 유지보수하면 기기 가동 시간을 극대화할 수 있습니다. 8890B GC에는 유지보수 시기가 다가오면 경고하고, 유지보수가 필요할 때 이를 지원하며, 유지보수 완료 시점을 추적하도록 설계된 여러 기능이 있습니다.

Method	Sequences	DA Express	Diagnostics	Maintenance	Logs	Settings	Developer Tools	Help
< Overview					Perform Maintenance			
Front Inlet - S/SL					Reset All			
Part		Status						
✓ Gold seal age	10 months 3 weeks			Details	Reset			
✓ Gold seal injections	937 injections			Details	Reset			
✓ Liner age	1 week 1 day			Details	Reset			
✓ Liner injections	213 injections			Details	Reset			
✓ Liner o-ring age	1 week 1 day			Details	Reset			
✓ Liner o-ring injections	213 injections			Details	Reset			
✓ Septum injections	213 injections			Details	Reset			
✓ Split vent trap age	10 months 3 weeks			Details	Reset			
✓ Split vent trap injections	937 injections			Details	Reset			

그림 1. 전면 주입구 소모품의 경과 시간 및 주입 횟수를 추적하는 조기 유지보수 피드백(EMF) 카운터.

8890B GC는 주입 횟수 및 시간을 기반으로 하는 카운터를 사용하여 소모품의 사용 기간을 지능적으로 추적하는 기능을 제공합니다. 이러한 EMF 카운터에는 사용자가 설정할 수 있는 두 가지 선택적 경고 임계값인 “서비스 경고”와 “서비스 필요”가 있으며, 차량 대시보드의 오일 경고등처럼 유지보수 시기가 다가오고 있음을 사용자에게 알려줍니다. EMF 카운터는 GC 터치스크린 또는 GC Assist 인터페이스를 통해 직접 액세스할 수 있습니다. 그림 1은 전면 주입구의 EMF 카운터 개요를 보여주며, 그림 2는 현재 셉텀의 누적 주입 횟수를 포함하여 셉텀 유지보수에 대한 상세 이력을 보여줍니다. 터치스크린 또는 GC Assist 인터페이스의 안내식 유지보수 프로세스를 사용하여 8890B GC에서 유지보수를 수행하면 절차가 끝날 때 EMF 카운터가 자동으로 재설정되며, 수동으로 재설정할 수도 있습니다. 이 응용 자료에서는 셉텀, 라이너, 시린지, 컬럼, 주입구 골드 씰 및 운반 가스 필터에 대한 EMF 카운터와 적절한 경고 임계값을 살펴봅니다.

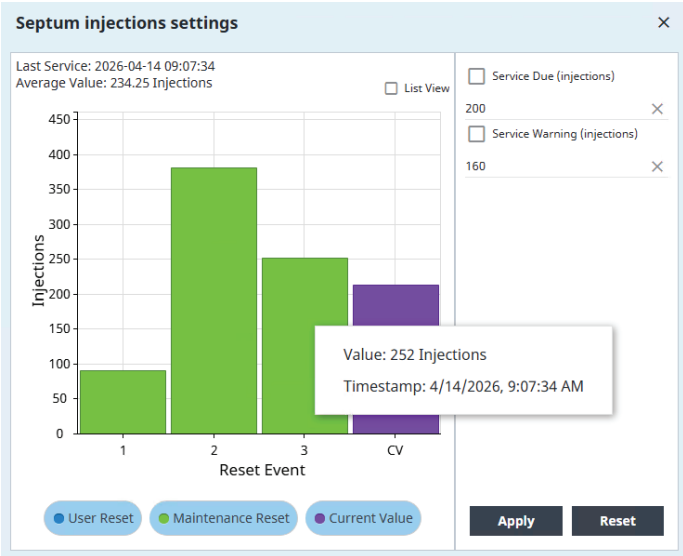


그림 2. 현재 및 이전 전면 주입구 셉텀의 주입 횟수를 보여주는 EMF 카운터 상세 이력.

컬럼 성능

MX와 PX를 분리할 때 중요한 문제 중 하나는 PX 피크가 과부하되기 때문에 주입되는 시료량이 달라짐에 따라 두 피크 모두에서 머무름 시간 이동이 발생한다는 것입니다. 8890B GC는 애질런트 7세대 전자식 공압 제어(EPC) 모듈의 탁월한 공압 정밀도와 고급 제어 기능을 활용합니다. 이러한 EPC는 GC 주변의 국부적인 온도 및 대기압 변화를 보정하여 주입 시 주입구에서 시료가 일관되게 분할되도록 합니다. 그 결과 그림 3과 4에서 볼 수 있듯이 MX에 대해 탁월한 머무름 시간 정밀도를 얻을 수 있습니다. 이 그림들은 OpenLab CDS의 Peak Explorer를 사용하여 생성되었습니다. Peak Explorer를 사용하면 대규모 데이터 세트에서 크로마토그램 간의 차이를 신속하게 식별할 수 있습니다. 이 도구는 각 실행의 크로마토그래피 피크를 수평 시간축의 원형 마커로 단순화하고, 첫 번째 주입이 맨 위에, 마지막 주입이 맨 아래에 오도록 실행 결과를 세로로 누적하여 표시합니다. 이러한 시각화 형식을 사용하면 이상치 실행을 빠르게 식별하고 크로마토그래피 거동의 추세를 쉽게 관찰할 수 있습니다.

그림 3과 4는 50ppm MX를 200회 주입하는 동안 두 컬럼에서 나타난 PX(왼쪽 원)와 MX(오른쪽 원)의 장기적인 머무름 거동을 보여줍니다. 내경 100µm의 DB-WAX FF 컬럼은 PX와 MX를 각각 약 7.63분 및 7.68분의 머무름 시간으로 분리하며, 총 실행 시간은 13.83분이고 주기 시간은 약 17.5분입니다. 내경 200µm의 HP-INNOWax 컬럼은 100µm DB-WAX FF 컬럼보다 머무름 시간이 더 길며, PX와 MX의 머무름 시간은 각각 12.90분 및 13.04분입니다. HP-INNOWax 컬럼의 총 실행 시간은 19.3분이며 주기 시간은 약 23.25분입니다. 요약된 주요 성능 지표를 표 3에 나타내었습니다.

표 3. 두 분석법 모두에서 50ppmw MX 표준물질을 200회 연속 주입하여 얻은 주요 성능 지표.

	머무름 시간(분)		피크 면적		분리능(USP)		S/N	
	고속	높은 분리능	고속	높은 분리능	고속	높은 분리능	고속	높은 분리능
평균	7.6018	13.0410	0.2951	1.3736	0.4966	1.2758	27.65	98.47
표준편차	0.0049	0.0010	0.0085	0.0231	0.0085	0.0147	2.36	9.86
%RSD	0.06	0.01	2.88	1.68	1.71	1.15	8.55	10.02

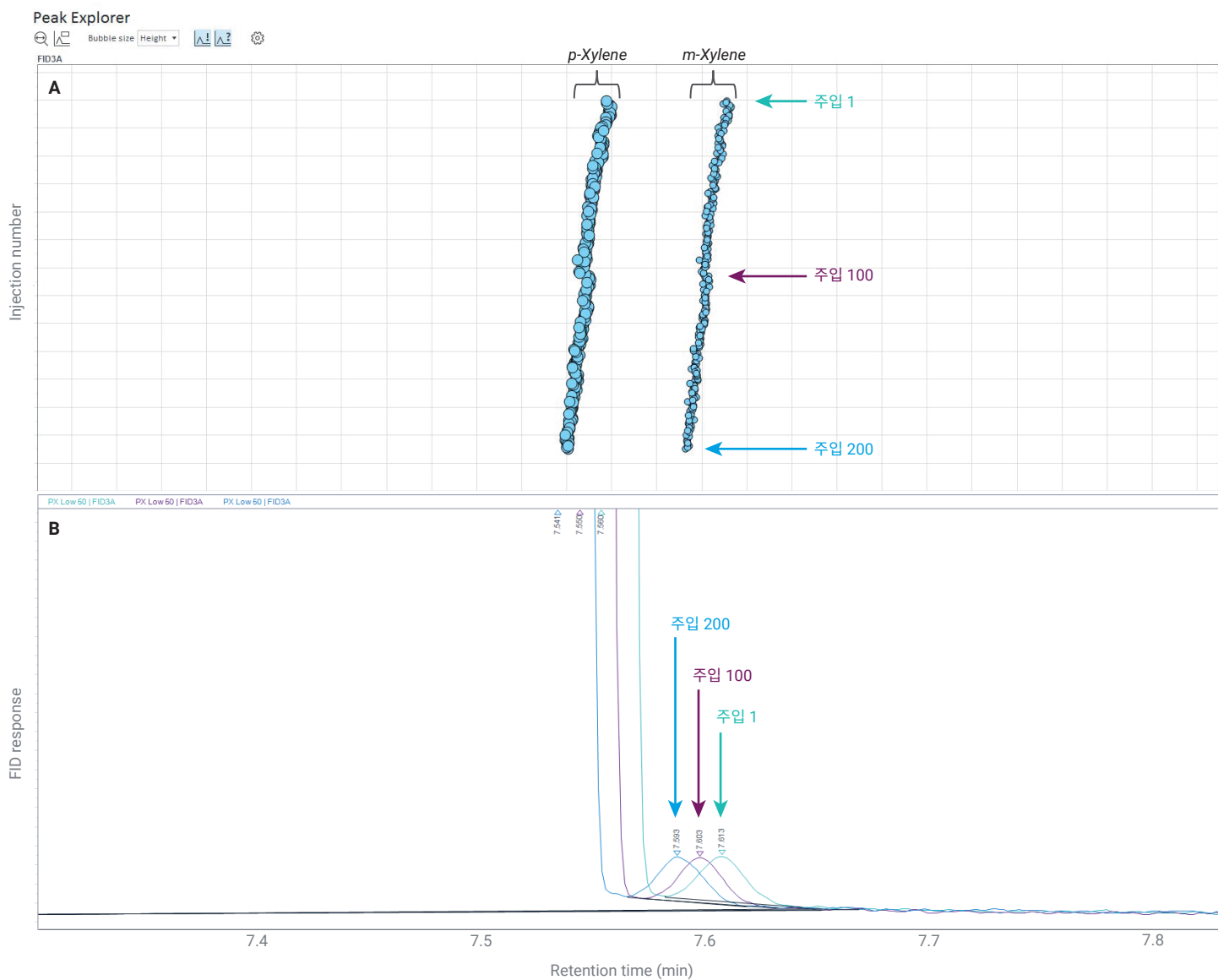


그림 3. Agilent J&W DB-WAX FF 컬럼을 사용하여 PX 내 50ppm MX를 200회 주입했을 때의 머무름 정밀도를 (A) Peak Explorer 및 (B) Agilent OpenLab CDS의 크로마토그램 오버레이로 시각화한 결과.

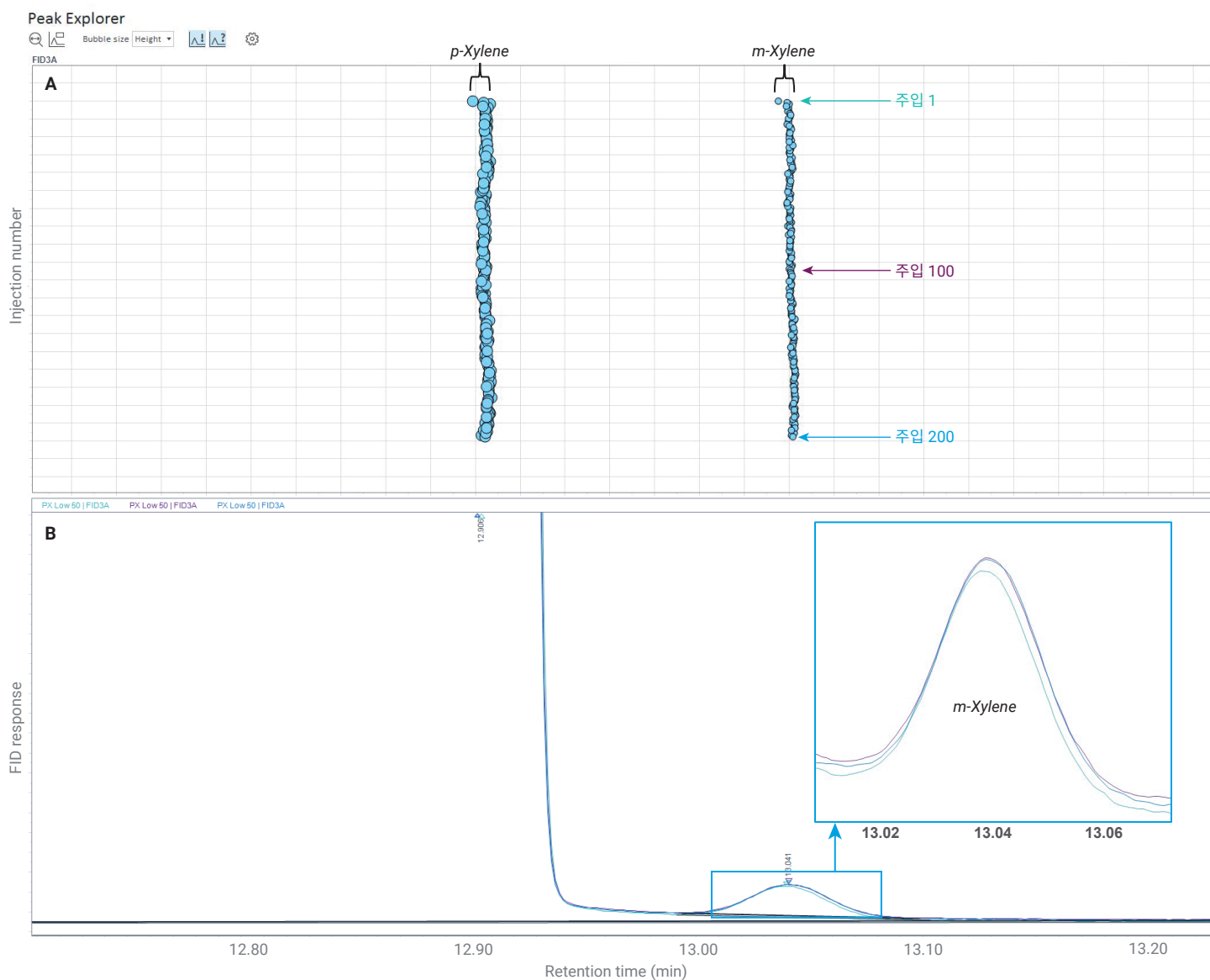


그림 4. Agilent J&W HP-INNOWax 컬럼을 사용하여 PX 내 50ppm MX를 200회 주입했을 때의 머무름 정밀도를 (A) Peak Explorer 및 (B) Agilent OpenLab CDS의 크로마토그램 오버레이로 시각화한 결과.

예상대로 더 좁은 DB-WAX FF 컬럼은 더 넓은 HP-INNOWax 컬럼보다 분리능은 낮지만 더 빠른 분리를 제공하며, OpenLab CDS에서 계산한 USP 분리능은 약 0.49입니다. 낮은 분리능의 주요 원인 중 하나는 DB-WAX FF 컬럼의 고정상이 더 얇다는 점이며, 이로 인해 컬럼의 시료 용량이 크게 감소하고 PX 매트릭스 피크가 더욱 넓어집니다. HP-INNOWax에서는 250:1보다 큰 750:1의 분할비를 사용하여 이를 부분적으로 상쇄했지만, 그 결과 S/N이 감소했으며 이에 따라 LOD와 LOQ도 대략 동일한 비율로 증가했습니다.

HP-INNOWax 컬럼은 OpenLab CDS의 USP 분리능 계산법을 사용했을 때 MX에 대해 약 1.28의 우수한 분리능을 제공합니다. PX 매트릭스 피크는 여전히 과부하 상태이지만, 고정상이 더 두꺼워져 시료 용량이 증가했기 때문에 피크가 훨씬 더 날카롭습니다. 이로 인해 MX의 피크 확장이 증가하지만, 분리능이 높아지므로 주입 부피를 늘려 LOD와 LOQ를 개선할 수 있습니다. 그림 5는 주입 부피 증가가 10ppm MX의 분리능과 S/N에 미치는 영향을 보여줍니다. 컬럼이 노화됨에 따라 분리능이 감소한다는 점에 유의해야 합니다. 따라서 이 구성을 사용하면 주입 부피를 조정하는 것만으로 감도와 견고성 간에 원하는 균형을 선택할 수 있습니다.

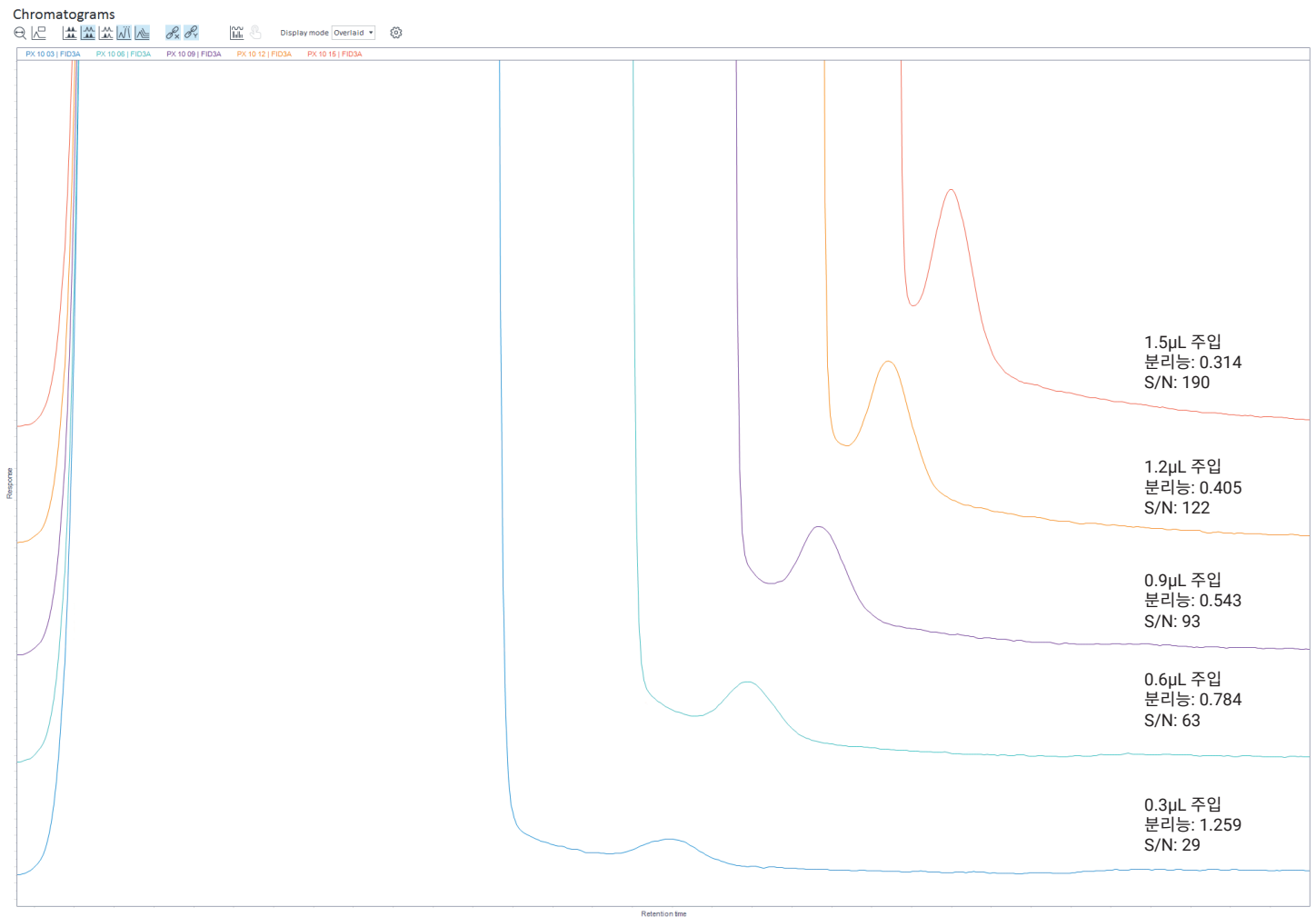


그림 5. Agilent J&W HP-INNOWax 컬럼을 사용하여 PX 내 10ppmw MX를 분석할 때 주입 부피가 분리능 및 신호 대 잡음비에 미치는 영향을 보여주는 크로마토그램 오버레이.

미량 수준 직선성

저농도 *m*-자일렌 표준물질은 정제된 *p*-자일렌에 목표 농도 10, 20, 30, 40 및 50ppmw가 되도록 중량법으로 제조했으며, 실제 농도는 각각 9.98, 20.01, 30.34, 42.23 및 49.75ppmw였습니다. 각 표준물질을 3회 반복 분석하고 원점을 무시한 선형 최적 적합 모델을 사용하여 검량선을 작성했습니다. 두 컬럼에 대한

결과 모델은 그림 6과 7에 나와 있으며, R² 값은 각각 0.99975 및 0.99950입니다. 이러한 결과는 8890B GC의 고급 공압 및 온도 제어 기능의 장점을 잘 보여주며, LOD 및 LOQ에 가까운 농도의 MX에서도 일관된 크로마토그래피 성능과 선형 응답을 입증합니다.

Calibration Curve

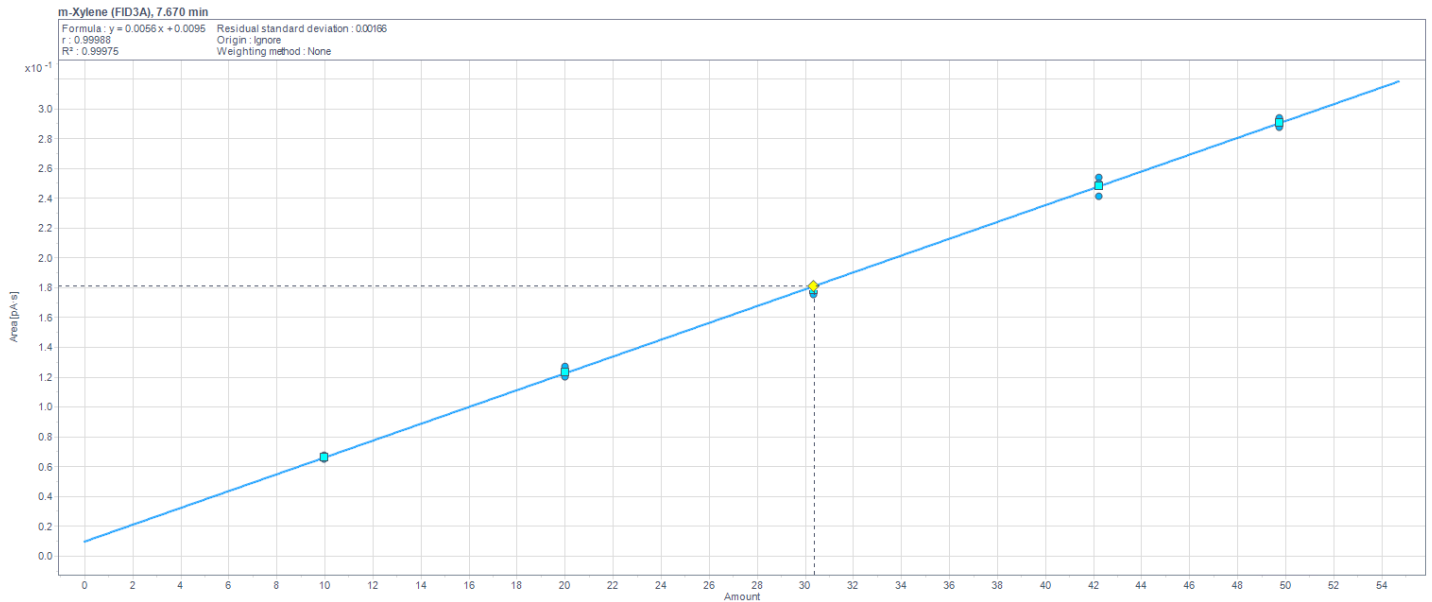


그림 6. Agilent J&W DB-WAX FF 컬럼을 사용하는 고속 분석법에서 10, 20, 30, 40 및 50ppmw 농도의 MX에 대한 검량 모델.

Calibration Curve

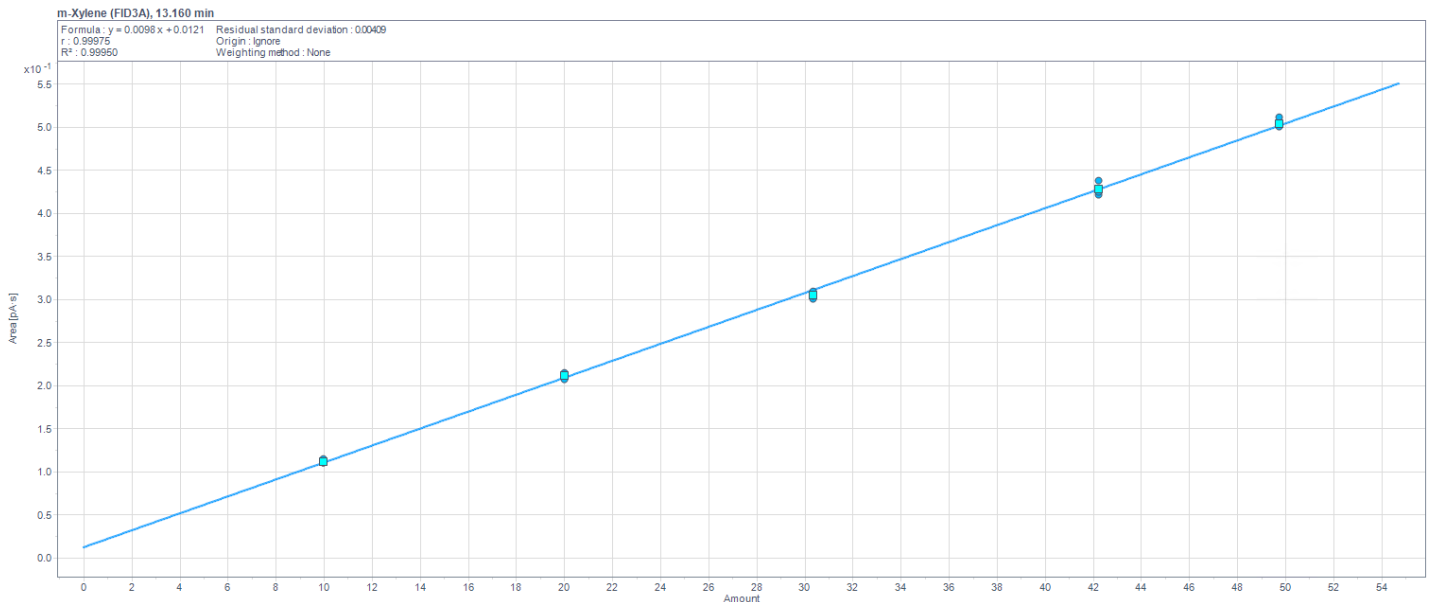


그림 7. Agilent J&W HP-INNOWax 컬럼을 사용하는 고분리능 분석법에서 10, 20, 30, 40 및 50ppmw 농도의 MX에 대한 검량 모델.

노이즈 감소

LOD와 LOQ를 계산하는 방법에는 여러 가지가 있으며, 대부분 측정 노이즈의 직접적 또는 간접적 함수입니다. 노이즈를 줄이는 것은 미량 분석에 유리하며, FID 가스에 필터를 사용하고 FID 데이터 속도를 10Hz로 낮춰 노이즈를 감소시켰습니다.

그림 8은 필터를 사용한 상태와 바이패스한 상태에서 분석한 10ppm MX를 비교한 것으로, 필터를 사용했을 때 ASTM 노이즈²(OpenLab CDS에서 계산)가 약 45% 낮았습니다. 필터의 영향은 가스 품질과 가스 공급원에서 GC까지 이어지는 라인의 청결도에 따라 사용자마다 다를 수 있다는 점에 유의해야 합니다.

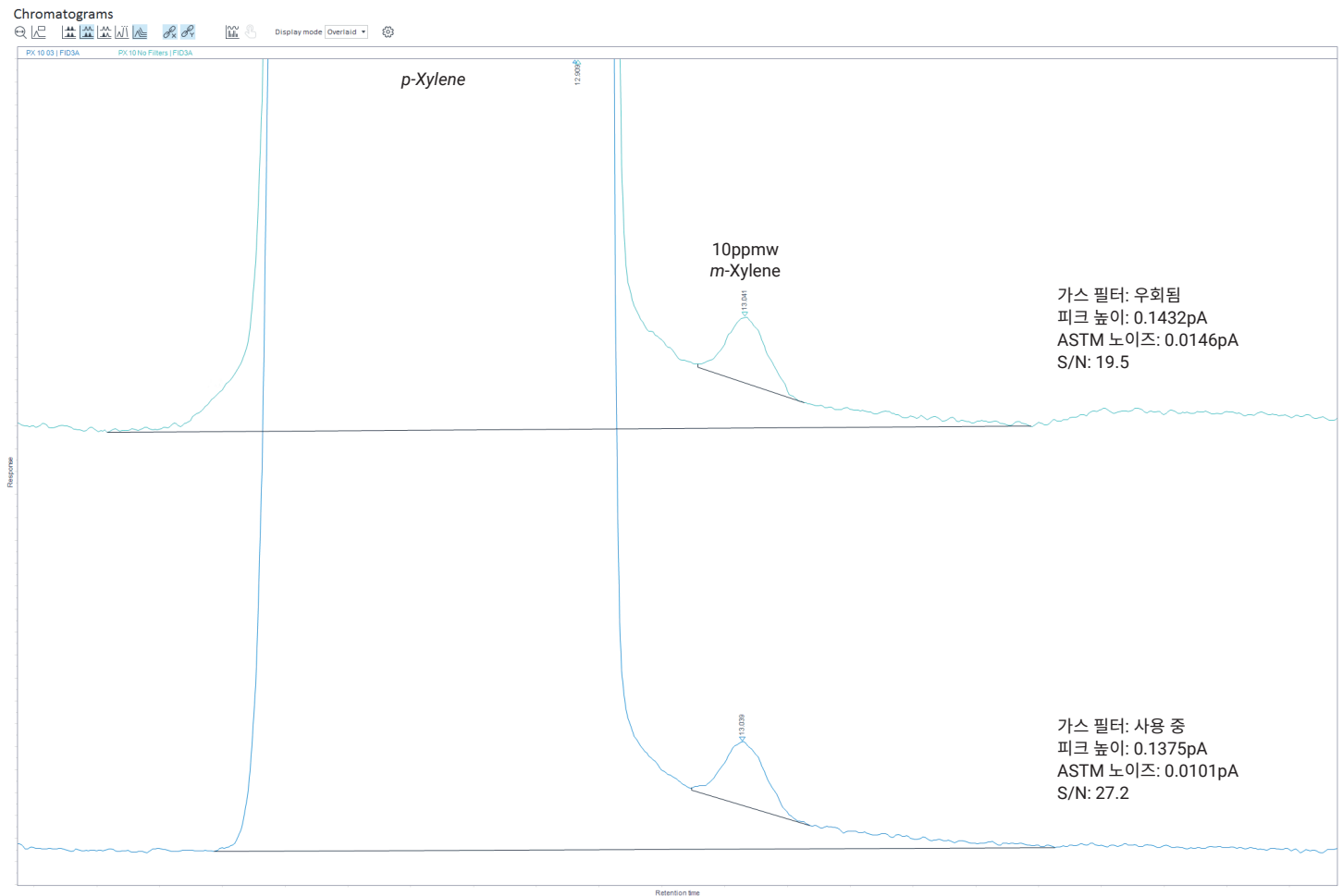


그림 8. 10ppmw MX의 피크 높이, 노이즈 및 신호 대 잡음비에 미치는 Agilent Gas Clean 운반 가스 필터 및 검출기 가스 필터의 영향을 보여주는 크로마토그램.

8890B GC FID는 매우 빠른 크로마토그래피에도 대응할 수 있도록 5-1,000Hz의 속도로 데이터를 수집할 수 있지만, 데이터 속도가 높을수록 노이즈가 증가합니다. 따라서 극미량 분석에서는 분석에 필요한 가장 낮은 데이터 수집 주기를 사용하는 것이 유리합니다. 그림 9는 50, 20 및 10Hz의 FID 데이터 속도로 수집한 10ppm MX와 이에 따른 피크 모양 및 ASTM 노이즈에 미치는 영향을

보여줍니다. 그림 9의 세 데이터 트레이스는 한 번의 주입에서 동시에 수집되었으므로, OpenLab CDS의 수집 방법에 신호 트레이스를 추가하여 데이터 속도가 결과에 미치는 영향을 쉽게 평가할 수 있습니다. 200 μ m HP-INNOWax 및 100 μ m DB-WAX FF 컬럼 구성 모두에 대해 10Hz를 최적의 데이터 속도로 선택했습니다.

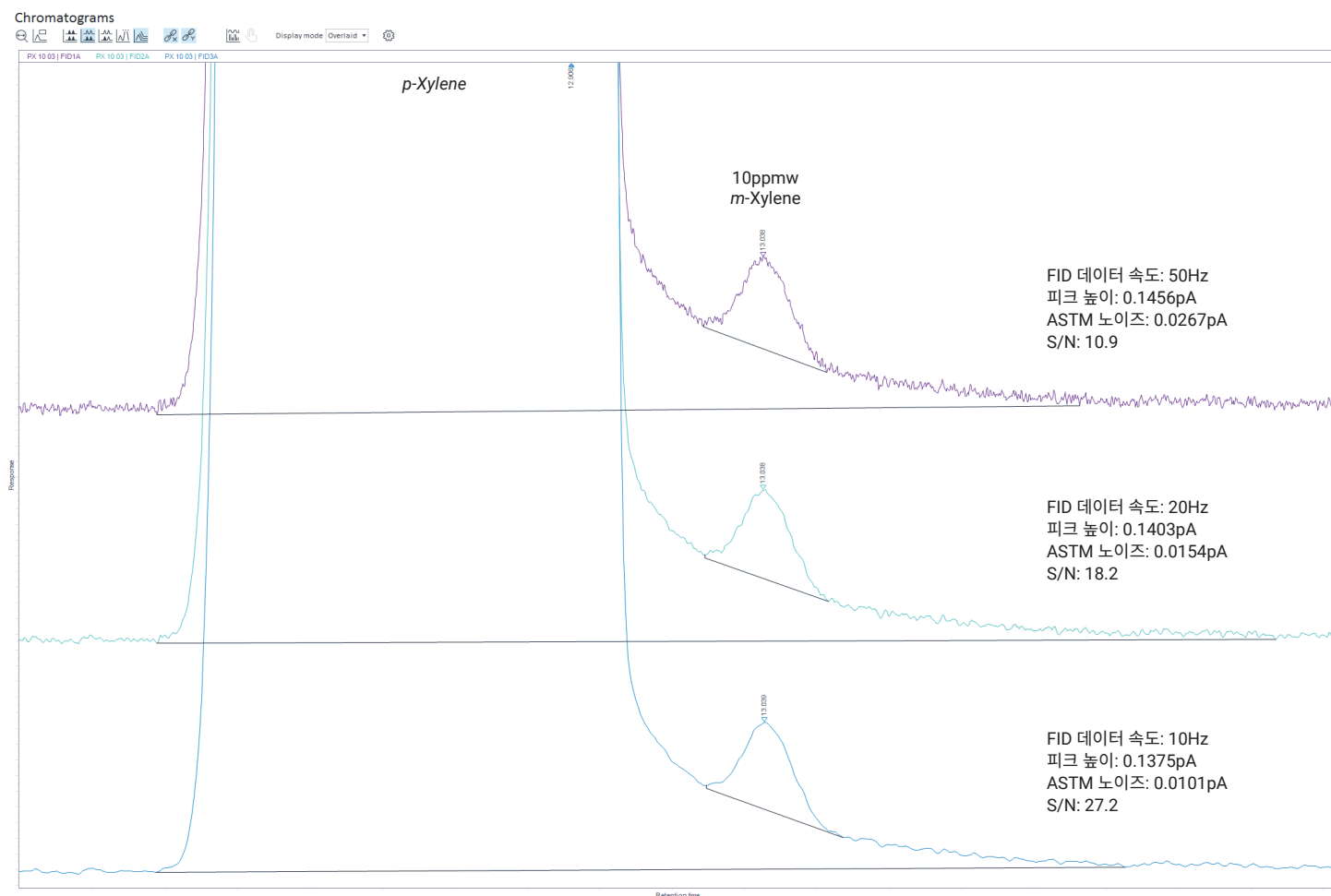


그림 9. 10ppm MX의 피크 높이, 노이즈 및 신호 대 잡음비에 대한 FID 데이터 속도의 영향.

GC Assist: EMF 카운터 임계값

8890B GC에서 유용하게 활용되는 EMF 카운터는 기기 소모품의 상태를 추적하고 사용자가 정의한 주입 횟수 또는 시간 임계값을 초과하여 부품의 유지보수 시기가 다가오면 경고를 제공함으로써 기기 가동 시간을 극대화하는 데 도움이 됩니다. 각 EMF 카운터에는 “서비스 경고” 및 “서비스 필요” 임계값이 설정되어 있어, 사용자가 문제가 발생한 후 사후 대응식으로 수리하는 대신 기기를 선제적으로 관리할 수 있도록 지원합니다. 임계값에는 기본값이 사전 구성되어 있지만, 여러 요인에 따라 각 분석법과 기기 구성의 최적값이 달라집니다. 이 섹션에서는 본 응용 자료에 기술된 소모품의 적절한 임계값을 설명하여 사용자가 활용할 수 있는 신뢰성 높은 초기 기준을 제공합니다. 사용자는 특정 사용 사례, 시료 처리량 및 유틸리티 품질에 따라 이러한 값을 조정해야 할 수 있습니다. 이러한 임계값에 영향을 줄 수 있는 주요 요인은 다음과 같습니다.

- **시료 청결도:** 공정 관리 시료는 완제품 시료에 비해 소모품 수명을 단축시킬 수 있는 오염물질을 포함할 가능성이 더 높습니다.
- **가스 청결도:** 오염도가 높은 가스와 오염된 공급 시스템(배관, 튜빙, 밸브 등)은 필터와 고정상을 더 빠르게 열화시킵니다.

주입구 셉텀

250-300회 주입 시 서비스 경고: Advanced Green 셉텀은 시린지 니들에 의한 코어링으로 인해 결국 기능을 상실합니다. 23/26게이지 테이퍼형 니들을 사용하면 이 과정을 늦출 수 있습니다. 컬럼의 산소 노출을 줄이려면 셉텀이 손상되기 전에 교체해야 합니다.

주입구 라이너

500-1,000회 주입 시 서비스 경고: 주된 라이너 오염물질에는 셉텀 입자와 크로마토그램에서 고스트 피크를 발생시킬 수 있는 공정 시료의 오염물질이 포함됩니다. 셉텀을 3-4회 교체할 때마다 또는 필요에 따라 라이너를 교체하십시오.

가스 필터 유지보수

서비스 기한: 365일 Gas Clean 필터는 매년 또는 표시기의 색상이 변할 때 교체해야 합니다. 가스 품질은 이러한 교체 주기에 큰 영향을 미칩니다. 옵션인 Gas Clean 필터 센서는 필터 수명을 모니터링하고 필터가 포화되면 사용자에게 알리며, 새 필터를 설치하면 EMF 카운터를 자동으로 재설정합니다.

시린지 주입 횟수

2,000회 주입 시 또는 필요에 따라 서비스 경고: 시린지의 고장 시점을 예측하기는 어려우며, 시료의 청결도에 크게 좌우됩니다. PX 시료는 시린지 수명에 부정적인 영향을 미치지 않을 것으로 예상되므로, 필요에 따라 시린지를 교체해야 합니다. 피크 평가를 활용하여 PX 피크 높이를 모니터링하면 현재 시린지 수명을 추가로 파악할 수 있습니다.

마지막 컬럼 트리밍 이후 주입 횟수

10,000회 주입 시 서비스 경고: 시료에 포함된 다량의 오염물질은 결국 컬럼 헤드를 오염시키고 MX와 PX 사이의 분리능 저하를 초래합니다. 필요에 따라 컬럼을 트리밍해야 합니다. 고순도 시료를 주입하고 고순도 가스를 사용하는 시스템에서는 이 작업을 자주 수행할 필요가 없습니다.

주입구 골드 씬

기본 임계값을 사용하거나 필요에 따라 조정: PX 시료에는 일반적으로 골드 씬을 손상시킬 수 있는 물질이 포함되어 있지 않습니다. 라이너를 교체할 때마다 골드 씬을 육안으로 검사할 수 있으며, 변색이나 이물질이 보이면 골드 씬을 교체해야 합니다.

GC Assist: 피크 평가

EMF 카운터 외에도 8890B GC에는 GC Assist라는 자체 모니터링 및 평가 기능 모음이 있습니다. 피크 평가는 GC Assist의 기능으로, 사용자가 정의한 기준 크로마토그램과 비교하여 하나 이상의 피크에 대한 크로마토그래피 성능을 GC가 모니터링할 수 있도록 합니다. 시료에서 기준 크로마토그램과 크게 다른 데이터가 생성되면 사용자에게 알림이 제공됩니다. 피크 평가는 개념적으로 품질 관리 차트와 유사하지만, 분석법의 성능과는 별개로 GC의 성능을 평가하는 데 사용됩니다. 이 섹션에서는 PX 내 MX의 미량 분석을 위해 8890B GC를 장기간 사용할 때 피크 평가를 활용하는 방법을 설명합니다.

피크 평가를 활성화하려면 비교를 위한 기준 크로마토그램을 생성하고, 원하는 비교 지표에 대한 상한 및 하한 상대 백분율 임계값을 설정한 다음, 해당 설정을 수집 방법에 적용해야 합니다. MX와 PX를 분리할 때 두 피크 간 분리능을 모니터링하도록 피크 평가를 구성하면 컬럼 유지보수를 위한 가동 중단 시점이 임박했음을 조기에 파악할 수 있습니다. 또한 PX 피크 높이를 모니터링하면 주입에 문제가 있음을 사용자에게 알려줄 수 있습니다. 표 4에는 PX 피크 높이, MX 분리능 및 두 화합물의 머무름 시간을 모니터링하기 위한 권장 피크 평가 임계값이 제시되어 있습니다.

표 4. 크로마토그래피 성능을 모니터링하기 위한 MX 및 PX의 권장 초기 피크 평가 임계값.

화합물명	지표	하한(%)	상한(%)	비교 피크
p-Xylene	머무름 시간	5	5	-
	피크 높이	5	5	-
m-Xylene	머무름 시간	5	5	-
	분리능	10	10	p-Xylene

이러한 지표는 주입할 때마다 모니터링할 수 있지만, 공정 관리 시료는 조성이 예기치 않게 달라질 수 있으며 이로 인해 위양성 실패 판정이 발생할 수 있다는 점에 유의해야 합니다. 피크 평가에 사용되는 기준 크로마토그램은 개별 수집 방법에 연결되어 있으므로, 시료 유형별로 고유한 이름의 수집 방법을 사용하면 서로

다른 시료 유형에 대해 서로 다른 특성을 모니터링할 수 있습니다. 예를 들어 공정 관리 시료와 제품 인증 시료를 모두 분석하는 제조 현장 실험실에서는 품질 관리 시료에서 MX와 PX 사이의 분리능을 모니터링하는 동시에 모든 시료에서 PX 피크 높이를 모니터링할 수 있습니다. 이 예에서 피크 평가는 조성이 일정한 품질 관리 시료를 사용하여 분리 상태를 장기적으로 모니터링하는 동시에 모든 PX 시료에서 부적절한 주입이 발생하면 즉시 경고를 제공합니다. 그림 10은 5% 임계값을 사용했을 때 GC Assist 인터페이스에 표시되는 PX 피크 높이의 추세를 보여줍니다. 피크 평가 임계값을 초과하면 8890B GC가 시퀀스를 중단하거나 계속 실행하도록 설정할 수 있습니다. 이러한 방식으로 크로마토그래피 성능 모니터링을 사용자의 요구에 따라 매우 세부적으로 맞춤 설정할 수 있습니다.

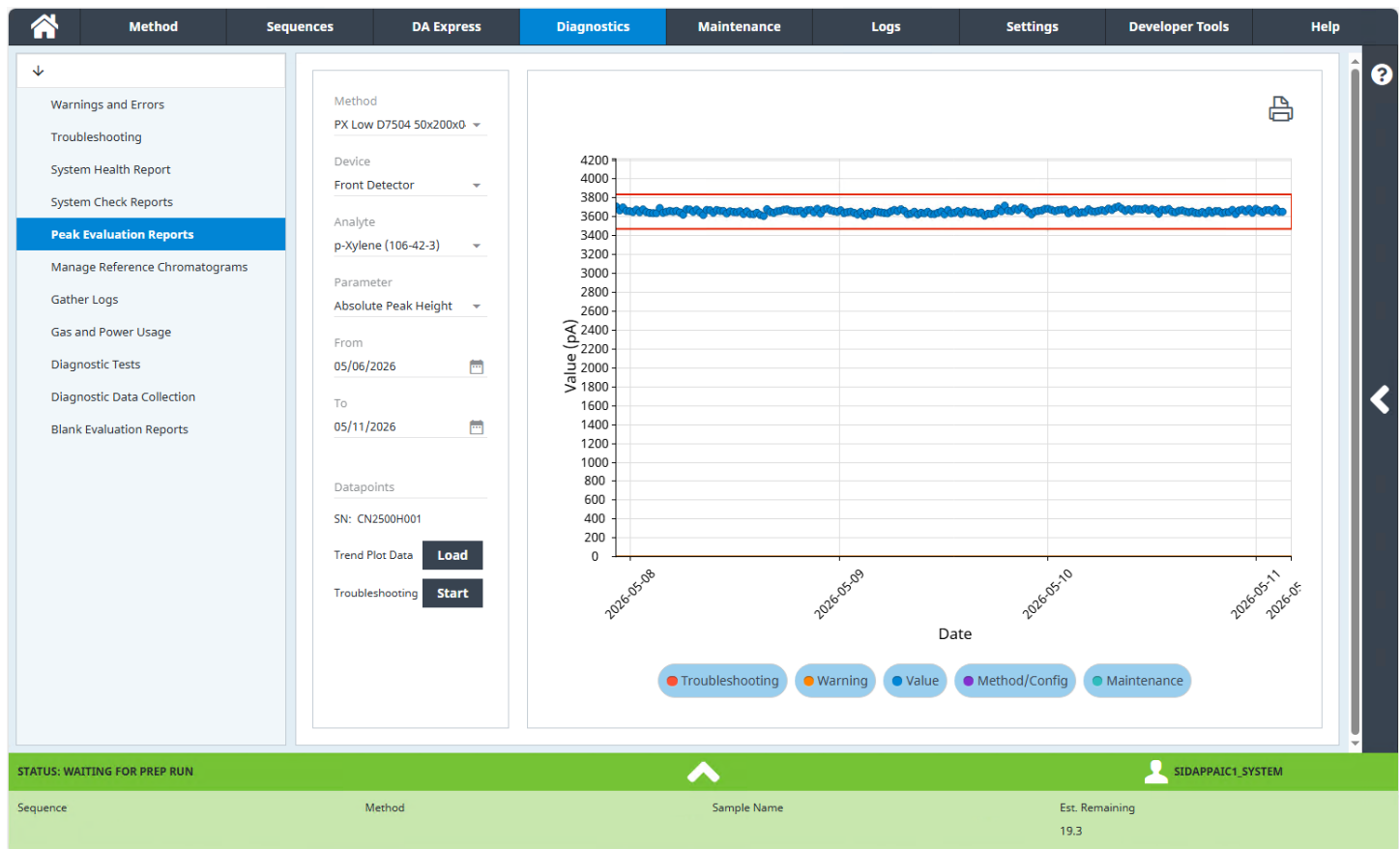


그림 10. Agilent GC Assist 인터페이스에서 5% 임계값(빨간색 선)을 적용했을 때 PX 피크 높이의 추세를 보여주는 피크 평가 보고서.

결론

최고 품질의 애질런트 컬럼과 공급품을 사용한 Agilent 8890B GC 시스템은 *p*-자일렌(PX) 내 미량 *m*-자일렌(MX)을 측정하기 위한 견고하고 감도가 뛰어난 솔루션을 제공합니다. Agilent J&W HP-INNOWax 컬럼은 가장 높은 분리능의 분리과 가장 우수한 머무름 시간 안정성을 제공했으며, 50ppm MX에서 S/N 비율은 98.5였습니다. 내경이 더 작은 Agilent J&W DB-WAX FF 컬럼은 분리능과 머무름 시간 안정성이 저하되는 대신 분석 시간을 40% 단축했으며, 50ppm MX에 대한 S/N 비는 27.7이었습니다. 통합된 Agilent GC Assist 기능인 피크 평가 및 조기 유지보수 피드백(EMF) 카운터는 시스템 및 분리 상태를 지능적이고 자동으로 모니터링하여 기기 가동 시간을 극대화하고 일상적인 미량 분석에서 장기적인 성공을 지원합니다.

참고 자료

1. ASTM International. Standard Test Method for Trace Impurities in Monocyclic Aromatic Hydrocarbons by Gas Chromatography and Effective Carbon Number; ASTM D7504-23; ASTM International: West Conshohocken, PA, **2023**. <https://www.astm.org/d7504-23.html>
2. ASTM International. Standard Practice for Testing Fixed-Wavelength Photometric Detectors Used in Liquid Chromatography; ASTM E685-93(2021); ASTM International: West Conshohocken, PA, **2021**. <https://www.astm.org/e0685-93r21.html>

www.agilent.com

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2026
2026년 7월 10일, 한국에서 인쇄
5994-9329KO

한국애질런트테크놀로지스(주)
대한민국 서울특별시 서초구 강남대로 369,
DF타워 9층, 06621
전화: 82-80-004-5090(고객지원센터)
팩스: 82-2-3452-2451
이메일: korea-inquiry_lsca@agilent.com