



Agilent EI GC/MS 기기에서 운반 가스를 헬륨에서 수소로 전환 사용자 가이드

공지

© Agilent Technologies, Inc. 2020, 2022

미국 및 국제 저작권법에 따라 이 설명서의 어떤 부분도 Agilent Technologies, Inc.의 사전 동의 및 서면 동의 없이 어떠한 형태나 어떠한 수단(전자 저장 및 검색 또는 다른 언어로 번역 포함)으로도 복제할 수 없습니다.

설명서 제품 번호

5994-2312KO

버전

2022년 10월, 제2판

한국에서 인쇄

Agilent Technologies, Inc.
서울특별시 서초구 강남대로 369,
A+ 에셋타워 9층, 06621

보증

이 문서에 수록된 내용은 "있는 그대로" 제공되며 항후 발행물에서 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다. 애질런트는 관련 법률이 허용하는 최대한의 범위 내에서 이 설명서 및 이 설명서에 포함된 모든 정보와 관련하여 명시적 또는 묵시적 보증을 포함해 어떠한 보증도 제공하지 않으며, 여기에는 특정 목적에 대한 적합성 및 상품성에 대한 묵시적 보증이 포함됩니다. 애질런트는 이 문서 또는 이 문서에 포함된 정보의 제공, 사용 또는 성능과 관련된 오류 또는 부수적이거나 결과적인 손상에 대한 책임을 지지 않습니다. 애질런트와 사용자가 이 문서의 내용을 포함하는 보증 조건과 관련해 별도의 서면 계약을 체결했고, 그러한 조건이 이 문서의 조건과 충돌하는 경우 별도의 계약에 포함된 보증 조건이 우선합니다.

기술 라이선스

이 문서에서 설명하는 하드웨어 및/또는 소프트웨어는 라이선스에 따라 제공되는 것이며, 이러한 라이선스 조건에 따라서만 사용 또는 복사할 수 있습니다.

제한된 권리 범례

미국 정부 제한 권리. 연방 정부에 수여한 소프트웨어 및 기술 데이터 권리(최종 사용자 고객에게 관습적으로 제공되는 권리만을 포함합니다. 애질런트는 FAR 12.211(기술 데이터) 및 12.212(컴퓨터 소프트웨어), 그리고 국방부의 경우 DFARS 252.227-7015(기술 데이터 - 상업용 품목) 및 DFARS 227.7202-3(상업용 컴퓨터 소프트웨어 또는 컴퓨터 소프트웨어 문서에 대한 권리)에 따라 소프트웨어 및 기술 데이터에 이 관례적 상용 라이센스를 제공합니다.

안전 공지

주의

주의 사항은 위험을 나타냅니다. 작동 절차, 관행 등을 올바르게 수행하거나 준수하지 않는 경우, 제품 손상 또는 중요한 데이터 손실로 이어질 수 있으므로 주의를 기울여야 합니다. 표시된 조건을 완전히 이해하고 충족할 때까지 주의 사항을 넘어 진행하지 마십시오.

경고

경고 공지는 위험을 나타냅니다. 작동 절차, 관행 등을 올바르게 수행하거나 준수하지 않는 경우, 신체적 상해 또는 사망으로 이어질 수 있으므로 주의를 기울여야 합니다. 명시된 조건을 완전히 이해하고 충족할 때까지 경고 공지의 범위를 넘어서는 작업을 수행하지 마십시오.

내용

서론	5
헬륨 절약 기술	6
수소 운반 가스로의 전환 준비	7
수소 운반 가스로 전환 시 안전 고려 사항	8
운반 가스로 사용하기 위한 수소 공급원	10
고압 실린더	10
수소 발생기	10
수소 운반 가스용 기기 배관	11
GC로의 운반 가스 흐름	11
전환에 필요한 MS 소스 구성 요소	14
전환에 필요한 MS 소스 변경	14
HydroNert 소스	14
컬럼 및 분석법 조건 선택	18
MS 수소 펌핑 용량	18
컬럼 및 분석법 조건 선택	19
서론	19
컬럼 전환에 대한 단순화된 접근 방식	20
컬럼 규격	21
유량 계산기 도구	23
분석법 변환기	25
수소 운반 가스를 이용한 초기 가동	28
높은 스펙트럼 백그라운드	28
신호대 잡음비 감소	28
소스 컨디셔닝	30
기대되는 성능 수준	32
신호대 잡음비	32
스펙트럼 정확도	32
기타 고려사항	34
요약	34

서론

가스 크로마토그래프/질량 분석기(GC/MS) 기기는 식품 안전, 환경, 법의학 및 석유화학과 같은 분야의 다양한 중요 분석에 사용됩니다. 지금까지 GC/MS의 주요 운반 가스로 헬륨이 사용되어 왔습니다. 헬륨은 고분해능 분리에 적합한 크로마토그래피 특성을 가지고 있어 크로마토그래피 과정에서 분석물질의 원치 않는 반응을 최소화하는 불활성 가스입니다. 헬륨은 또한 감도 측면에서 전자 충돌(EI) MS와 함께 사용하기에 최적의 가스입니다. NIST와 같은 참조 라이브러리에 있는 대부분의 스펙트럼은 헬륨 운반 가스를 사용하여 수집됩니다.

최근 몇 년 동안 헬륨의 수급 상황과 가격이 반복적으로 악화하면서 GC/MS 사용자들이 대체 운반 가스로의 변경을 고려하게 되었습니다. MS가 없는 GC에서는 여러 가지 다양한 운반 가스가 성공적으로 사용되고 있습니다. 수소, 질소, 아르곤(메탄을 포함하거나 미포함)이 모두 사용되었습니다. 그러나 EI GC/MS의 경우 유일한 실용적 대안은 수소입니다. 수소는 헬륨과 비교했을 때 분석 속도 측면에서 크로마토그래피 특성이 우수하지만 반응성으로 인해 몇 가지 제한이 따를 수 있습니다. 수소는 EI MS와도 호환되지만 반응성과 감도 감소로 인한 일부 단점이 있습니다.

일반적으로 말해서, 헬륨은 GC/MS 분석에 항상 더 나은 선택입니다. 헬륨을 합리적인 가격으로 이용할 수 있다면 확실히 헬륨 사용이 권장됩니다. 하지만 그럴 여건이 안 된다면 수소도 고려해 볼 수 있습니다. 이 문서의 목적은 Agilent EI GC/MS 시스템 사용자들에게 수소를 분석용 운반 가스로 사용할 수 있는지, 그리고 성공적인 전환을 위해 어떤 고려 사항과 절차가 필요한지 판단하는 데 도움을 주기 위한 것입니다.

헬륨 절약 기술

분석법을 수소 운반 가스로 전환하기로 결정하기 전에 먼저 헬륨 절약 조치를 고려하는 것이 좋습니다. 절약 기술 중 다수는 신속하게 구현할 수 있으며 헬륨 사용률을 크게 줄일 수 있습니다. 수소로 전환하려는 경우에도 새로운 수소 분석법이 개발 및 검증되는 전환 기간 동안 헬륨 절약 조치를 이용해 헬륨 사용량을 줄일 수 있습니다.

이 가이드에서 몇 가지 주요 절약 조치에 대해 논의하겠지만, [Agilent.com](#)의 대체 운반 가스 솔루션 웹사이트에서 제공하는 헬륨 절약 기술에 관한 광범위한 정보도 자세히 검토해 볼 것을 권장합니다.

주의

GC 가스 흐름을 차단하면 **GC/MSD** 진공으로 인해 공기가 **GC** 주입구와 컬럼을 통해 뜨거운 소스와 사중극자로 유입되어 **MS**가 손상될 수 있으므로 그렇게 하지 않는 것이 좋습니다.

애질런트는 전환 중에 가스 흐름에 대해 다음과 같은 접근 방식 중 하나 이상을 이용할 것을 권장합니다.

- **가스 절약 모드** - 대부분의 GC/MS 시스템은 분할/비분할(SSL) 또는 다중 모드(MMI) 주입 구를 사용합니다. 컬럼 유량은 일반적으로 매우 낮으며, 보통 ~ 1mL/분입니다. 컬럼 흐름 외에도 일반적으로 3mL/분인 셱타 퍼지가 있습니다. 분할 배출 유량은 기본적으로 50mL/분으로 일정하게 설정되지만 응용 목적에 따라 크게 달라질 수 있으며 분할 주입 중, 그리고 분할 없는 주입이 끝날 때 상당히 높을 수 있습니다. 분할 또는 비분할 주입이 완료된 후, 가스 절약 파라미터를 사용하여 분할 유량을 20mL/분으로 줄일 수 있습니다. 그러면 주입 중을 제외하고 분할 유량이 항상 20mL/분으로 유지됩니다. 많은 경우에 가스 절약 기능만 사용해도 GC/MS 시스템에서 사용하는 총 유량을 50% 이상 줄일 수 있습니다.
- **헬륨 사용 감사** - 애질런트는 여러 시스템에 헬륨을 사용하는 실험실에서 정기적인 헬륨 사용 감사와 누수 점검을 실시할 것을 권장합니다. 각 시스템의 헬륨 사용량을 기록하고 모든 시스템의 총 유량을 계산하십시오. 이 값을 헬륨을 공급하는 실린더에서 사용되는 헬륨 사용량과 비교하십시오. 예를 들어, 실험실에서 사용하는 모든 헬륨 기기의 총 유량이 500mL/분이고 이 헬륨이 8,000L 용량(STP에서) 실린더에서 공급된다면 실린더가 약 10~11일 동안 지속해서 헬륨을 공급해야 합니다. 실린더를 5일마다 교체해야 하는 경우 시스템의 누수 여부와 알려지지 않은 소비 지점이 있는지 점검해야 합니다. 특히 대형 헬륨 분배 매니폴드를 갖춘 실험실에서는 감사를 수행하여 상당한 비용 절감 효과를 거두는 경우가 많습니다. 예를 들어, 애질런트는 엘라웨어주 월밍턴 현장에서 감사를 수행한 후 헬륨 소비량을 40% 줄였습니다.
- **프로그래밍 가능 헬륨 절약 모듈** - 일부 GC/MS 시스템은 지속적으로 사용되지 않으며 대기 상태로 있는 시간이 상당할 수 있습니다. 이러한 시스템을 위해 애질런트는 프로그래밍 가능한 헬륨 절약 모듈을 제공합니다. 이 장치는 Agilent 8890 및 7890 GC에 옵션으로 제공됩니다. 이 모듈은 GC/MS를 사용하지 않을 때 주입구 하위 시스템을 질소 운반 가스로 자동 전환하는 기능을 제공합니다. GC/MS를 사용하려고 할 때는 모듈이 다시 헬륨을 운반 가스로 제공하도록 전환됩니다. 시스템에서 질소를 제거하고 사용할 준비를 갖추는 데 일반적으로 15~30분이 소요됩니다. 가스 간 전환은 시간 프로그래밍이 가능합니다. 예를 들어 시스템을 금요일 저녁에 질소로 전환한 다음, 월요일 아침 GC/MS를 사용하기 30분 전에 자동으로 헬륨으로 되돌릴 수 있습니다. 이를 통해 헬륨 소비량을 크게 줄이는 동시에 짧은 시간 내에 기기 사용 준비를 마칠 수 있습니다.

수소 운반 가스로의 전환 준비

일반적으로 최적화가 덜 필요한 분석법에는 다음과 같은 분석물질이 포함됩니다.

- PAH, 탄화수소 및 기타 반응성이 낮은 화학종과 같은 내구적 화합물
- 고농도에서 분석
- 분할 주입으로 분석되는 물질
- 유도체화된 물질

일반적으로 더 많은 최적화가 필요한 분석법에는 다음과 같은 분석물이 포함됩니다.

- 취약한 화합물
- 수소와 반응하는 화합물
- 미량 농도에서 분석

적용하는 분석법에 관계없이 최소한으로 몇 가지 변경이 필요합니다. 따라서 SOP 및 분석법 검증에 필요한 업데이트를 적용할 시간을 배정해야 합니다.

수소와 헬륨 운반 가스 사용의 차이점을 인식하는 것이 중요합니다. 분석법을 조정하고, 최적화하고, 잠재적인 문제를 해결하는 데 필요한 시간을 배정해야 합니다.

EI GC/MS용 운반 가스를 헬륨에서 수소로 전환할 때 필요한 몇 가지 고려 사항이 있습니다.

다음과 같이 주의가 필요한 부분들을 다음 섹션에서 설명합니다.

- 수소 안전
- 수소 공급원
- 수소 배관
- GC/MSD 및 GC/TQ 하드웨어 변경
- 새로운 크로마토그래피 조건 선택
- 수소를 이용한 초기 가동
- 높은 잡음으로 인한 신호대 잡음비(2~5배 이상) 감소 가능성
- 일부 화합물의 스펙트럼 및 존재비 비율 변화
- 일부 분석물질의 활성 및 반응성

수소 운반 가스로 전환 시 안전 고려 사항

가스를 취급할 때는 안전이 항상 최우선이자 가장 중요한 고려 사항입니다. 불활성 가스인 헬륨은 상대적으로 우려할 만한 특성이 거의 없습니다. 고압 실린더의 적절한 취급 및 밀폐된 공간에서 사용할 경우 질식 가능성과 관련된 우려 사항만 있습니다.

수소에는 인화성에 대한 우려가 추가됩니다. 따라서 애질런트 GC/MS 시스템에서 수소 사용 시 안전 측면을 숙지하는 것이 필요합니다. 자세한 안전 정보는 **GC/MS에 대한 애질런트 수소 안전 설명서(품목 번호 G7003-90053)**를 참조하세요.

운반 가스로 수소를 연결하고 사용하기 전에 전체 안전 설명서를 읽고 이해해야 합니다. 다음은 이 문서에 나오는 수소와 관련된 몇 가지 주요 우려 사항입니다.

- GC 운반 가스, 검출기 연료 가스 또는 옵션인 JetClean 시스템에 수소를 사용하는 것은 잠재적으로 위험합니다.
- 수소를 운반 가스 또는 연료 가스로 사용하는 경우, 수소 가스가 GC 오븐으로 흘러들어 폭발 위험을 일으킬 수 있다는 점에 유의하십시오. 따라서 모든 연결이 완료될 때까지 공급 장치를 꺼두고, 기기에 수소 가스를 공급할 때는 항상 주입구 및 검출기 컬럼 피팅을 컬럼에 연결하거나 캡을 닫아두십시오.
- 수소는 가연성입니다. 밀폐된 공간에서 누수이 발생하면 화재 또는 폭발 위험이 있습니다. 수소를 사용하는 모든 경우, 기기를 작동하기 전에 모든 연결부, 라인 및 밸브에서 누수 테스트를 수행하십시오. 기기에서 작업하기 전에 항상 공급원에서 수소 공급을 중단하십시오.
- 실험실에 수소가 축적되는 것을 방지하려면 수소로 작동되는 모든 주입구의 분할 배기구 및 셉타 퍼지 포트를 음압 실험실 배기 시스템에 연결해야 합니다. 이는 수소를 운반 가스로 사용하는 여러 GC를 운영하는 실험실에 특히 중요합니다.

수소는 잠재적으로 폭발할 수 있으며 다른 위험한 특성을 가지고 있습니다.

- 수소는 광범위한 농도에서 가연성을 가지고 있습니다. 대기압에서 수소는 4~74.2%의 농도 일 때 불이 붙을 수 있습니다.
- 수소는 어떤 가스보다도 연소 속도가 빠릅니다.
- 수소는 점화 에너지가 매우 낮습니다.
- 고압에서 빠르게 팽창하는 수소는 자체 점화될 수 있습니다.
- 수소는 밝은 빛 아래에서는 보이지 않는 무광성 불꽃으로 연소됩니다.

수소 안전 설명서에 GC 및 MS의 안전한 작동에 대한 구체적인 세부 정보가 수록되어 있습니다. 필요한 모든 안전 예방 조치와 필요한 모든 작동 파라미터 차이를 준수하여 Agilent 597Xx, 7000X 및 7010X 시리즈 GC/MS 시스템을 작동하면 헬륨이 아닌 수소를 운반 가스로 사용해도 안전하다는 것이 입증되었습니다.

그림 1은 애질런트 안전 엔지니어가 보낸 서한입니다. 이 서한에는 Agilent 8890 GC의 수소 안전 기능이 설명되어 있습니다. Intuvo 9000 및 7890 GC에도 이와 같은 서한이 있습니다. 귀사 시설 안전 담당자가 이 서한을 요청하면 도움이 될 수 있습니다.

수소 안전과 관련된 Agilent 8890 및 7890 GC, 및 MS 시스템의 주요 기능 일부를 소개하면 다음과 같습니다.

- 안전 차단 - 가스 압력 설정값에 도달하지 못하면 폭발 방지를 위해 밸브와 히터가 차단됩니다.
- 흐름 제한 프릿 - 밸브가 열린 위치에서 고장 나면 주입구 프릿이 흐름을 제한합니다.
- 오븐 ON/OFF 시퀀스 - 히터를 켜기 전에 팬이 오븐을 퍼지하여 쌓인 수소 가스를 제거합니다.
- 폭발 테스트 - GC와 MS는 폭발 시 부품을 보호하도록 설계되었습니다.

- 수소 센서(옵션) - 애질런트는 GC용 오븐 수소 센서 액세서리 옵션을 제공합니다. 수소 센서는 오븐에서 수소 누수이 감지되면 시스템을 종료하여 가능한 위험한 상황을 방지합니다. 센서의 이점:
 - 가스 크로마토그래프에 통합
 - 잠재적인 누수를 조기에 감지하여 시스템을 안전한 대기 상태로 전환
 - 장기적인 신뢰성을 보장하기 위한 센서 보정 통합



Agilent Technologies Inc. andrew_deionno@agilent.com
2850 Centerville Rd.
Wilmington, DE 19808-1610

April 15, 2019

Subject: Use of Hydrogen in the 8890 Gas Chromatograph (GC)

Dear Customer:

I am pleased to respond to your request for information concerning the use of hydrogen as a carrier gas in the 8890 Gas Chromatograph produced by Agilent Technologies.

This instrument was designed to use hydrogen as a carrier gas. The Agilent 8890 Gas Chromatograph Safety Manual and the operation manual for the instrument contain safety instructions; but it is recommended that anyone working with flammable or explosive gases take a lab safety course covering proper gas handling and use.

Some laboratory precautions that are recommended for controlling hydrogen build up include directing vent lines into a fume hood and leak-testing the gas connections, lines, and valves before operating the instrument. Because hydrogen leaks frequently originate in tubing and connections external to the gas chromatograph (e.g., at the tank), hydrogen leak-testing throughout the lab should be performed at least weekly and whenever a tank is changed.

The Agilent 8890 gas chromatograph is not designed for use in hazardous atmospheres, but the GC has built-in safety features to reduce the risk of and the potential for injury from oven explosions when used in a standard laboratory environment. Enclosed is a set of frequently asked questions which should answer your questions about the use of hydrogen in the oven.

Lastly, it should be noted that we have not received any reports of injuries due to the use of hydrogen in this instrument.

Agilent appreciates your interest in ensuring safe use of your instruments. Should you require any additional information on this subject, please do not hesitate to contact us.

Sincerely,

Andrew Delonno
Product Safety Engineer

그림 1. 8890 가스 크로마토그래프에서 수소 운반 가스 사용의 적합성에 관한 애질런트 안전 엔지니어의 서한.

운반 가스로 사용하기 위한 수소 공급원

모든 운반 가스와 마찬가지로 초고순도 수소만 사용하는 것이 중요합니다. 용접과 같은 응용 분야에 사용할 수 있는 여러 등급의 수소가 있는데, 이는 물과 산소 같은 불순물 농도가 높아 운반 가스로 사용하기에 부적합합니다.

GC/MS 시스템에 수소를 제공하는 두 가지 주요 접근 방식이 있습니다.

- 고압 가스 실린더
- 수소 발생기

고압 실린더

실린더는 처음에는 가격이 더 저렴합니다. 처음으로 수소 사용을 평가하고 일상적인 사용에 채택할지 확신이 없다면 실린더가 수소를 시험해 볼 수 있는 가장 간단한 방법일 수 있습니다. 새로 운 수소 운반 가스 분석법을 개발하고 테스트하는 과정에서 실린더를 사용할 수 있습니다. 분석 법이 결정되면, 원하는 경우 분석법의 수소 유량 및 압력 요구 사항을 따져 수소 발생기를 선택할 수 있습니다.

반드시 순도 99.9999% 이상이고 산소와 수분 함량이 낮은 수소를 확보하십시오. 또한 고순도 수소 응용 분야에 사용하도록 설계된 실린더 조절제를 사용하십시오. 적절한 조절제를 선택하려면 가스 공급업체에 문의하십시오.

참고

실험실에서 고압 수소 실린더의 사용 및 배치에 제한이 있을 수 있으므로 실린더나 조절제를 구매하기 전에 시설 안전 담당자에게 확인하는 것이 좋습니다.

수소 발생기

수소 발생기는 수소 운반 가스를 제공하는 대체 방법입니다. 일반적으로 실린더보다 초기 비용이 높지만 시간이 지남에 따라 더 경제적일 수 있습니다.

실린더와 마찬가지로 다양한 사양의 수소 순도를 갖춘 다양한 발생기가 있습니다. 순도 사양이 99.9999% 이상이고 산소와 수분 함량이 낮은 제품만 고려해야 합니다. 수소 발생기를 선택할 때는 최대 전달 압력과 유량이 크로마토그래피 분석법과 수소 발생기에 의해 공급되는 모든 동시 작동 장비의 요구 사항을 충족할 만큼 충분히 높아야 합니다.

수소 발생기는 다음과 같은 몇 가지 유용한 안전 기능도 제공합니다.

- 수소가 필요한 압력(예: 40psi)에서만 생성됨
- 최대 유량이 제한됩니다(예: 250mL/분)
- 설정 점 압력을 유지할 수 없는 경우 자동 차단
- 언제 시점에서든 저장 가스 최소화(예: 40psi에서 50mL)

수소 운반 가스용 기기 배관

GC로의 운반 가스 흐름

배관을 변경하기 전에 GC와 MS가 꺼져 있는지 확인하십시오. 기기에 수소를 공급하는 배관은 깨끗하고 누수이 없어야 합니다. 더러운튜브는 심각한 오염 문제를 일으킬 수 있습니다. 크로마토그래피 품질의 스테인리스 스틸 튜빙과 피팅은 수소 배관용으로 권장되는 경우가 많으며 가능한 경우 최선의 선택입니다.

참고

현지 규정이나 회사 내부 지침을 따라야 할 수도 있습니다.

분석법 전환을 위해 수소를 평가하는 동안 구리 튜브를 사용할 수도 있습니다. 구리 튜브를 사용하는 경우 오래된 구리 튜브는 부서지기 쉽고 파손될 수 있으므로 새로운 1/8인치 튜브를 사용해야 합니다. 애질런트는 GC용으로 세척된 새로운 1/8인치 구리 튜빙을 판매합니다(50피트의 경우 5180-4196). 수소를 영구적으로 사용하기로 결정한 경우 시스템에 스테인리스 스틸 배관과 부속품을 사용하여 배관해야 합니다.

배관이 완료되고 GC가 꺼지면 수소로 시스템에 잠시 압력을 가하고 Agilent G3388A 누수 검출기와 같은 전자 누수 검출기로 모든 연결을 확인하십시오. 표준 GC/MSD 공기 및 물 백그라운드 누수 검사로 반드시 큰 규모의 수소 누수를 발견할 수 있는 것은 아니므로 이 단계가 필요합니다.

수소 발생기를 배관할 때 발생기 출력과 GC 사이에 수분 트랩을 삽입해야 합니다. 이는 발전기에서 공급되는 수소가 물로 오염되는 경우 GC EPC 모듈을 보호하는 데 필요합니다.

참고

수소 발생기는 주기적인 예방적 유지 관리가 필요합니다. 문제를 예방하려면 이 작업을 수행하는 것이 중요합니다.

물, 질소 및 산소 농도의 백그라운드 측정은 모든 배관 및 컬럼 설치가 완료되고, 시스템이 퍼지되고, GC/MS 시스템이 낮은 온도 설정으로 펌핑된 후 나중에 수행해야 합니다.

배기/배출 라인

설치된 각 주입구의 분할 배기구와 셉타 배기구는 8890, 8860 및 7890 GC 상단에 있습니다. (그림 2) 이러한 배기구는 음압 실험실 배기 시스템에 연결해야 합니다. 배압이 발생하지 않도록 내경이 충분히 큰 튜빙을 사용하십시오. 그렇지 않으면 문제가 발생할 수 있습니다. 셉타 퍼지 유량은 일반적으로 매우 낮지만(3mL/분) 분할 배출 유량은 수백 mL/분 정도로 높을 수 있습니다.

참고

배기 라인이 길수록 압력이 형성되는 것을 방지하기 위해 내경이 커져야 합니다. 실제로, **1/8 인치 외경 x 1.65mm** 내경 구리 튜브는 **2m**을 초과하지 않는 분할 배기 라인에 적합합니다. 길이가 더 긴 경우 더 큰 내경의 튜브를 사용하는 것이 좋습니다.



그림 2. 설치된 각 주입구의 분할 배기구와 셉타 퍼지 배기구는 음압 실험실 배기 시스템에 연결해야 합니다.

포어라인 펌프 배출

포어라인 펌프 배출 장치는 음압 실험실 배기 시스템에 연결해야 합니다. 포어라인 펌프가 현재 이런 방식으로 설정되어 있지 않은 경우 바브 피팅, O-링 및 투브를 구입하십시오. 애질런트에서 다음 제품을 구입할 수 있습니다.

- 3/8인치 수나사형 NPT와 바브 피팅, 품목 번호 G3170-80006
- 20피트 1/2인치 투브, 품목 번호 G3170-60100
- 바브 피팅용 O-링, 품목 번호 0905-1193

필요할 수 있는 추가 품목은 애질런트 GC 및 GC/MS 소모품 카탈로그에서 주문할 수 있습니다.

튜브를 설치할 때는 길이가 20피트를 초과하지 않도록 하고 다음 사항을 확인하십시오.

- 제한 없음
- 꼬임 없음
- 날카로운 반경의 굴곡이 거의 없음
- 오일이 고일 수 있는 낮은 지점이 없음

그림 3에 수소 운반 가스와 함께 사용하기 위한 배관 다이어그램이 나와 있습니다.

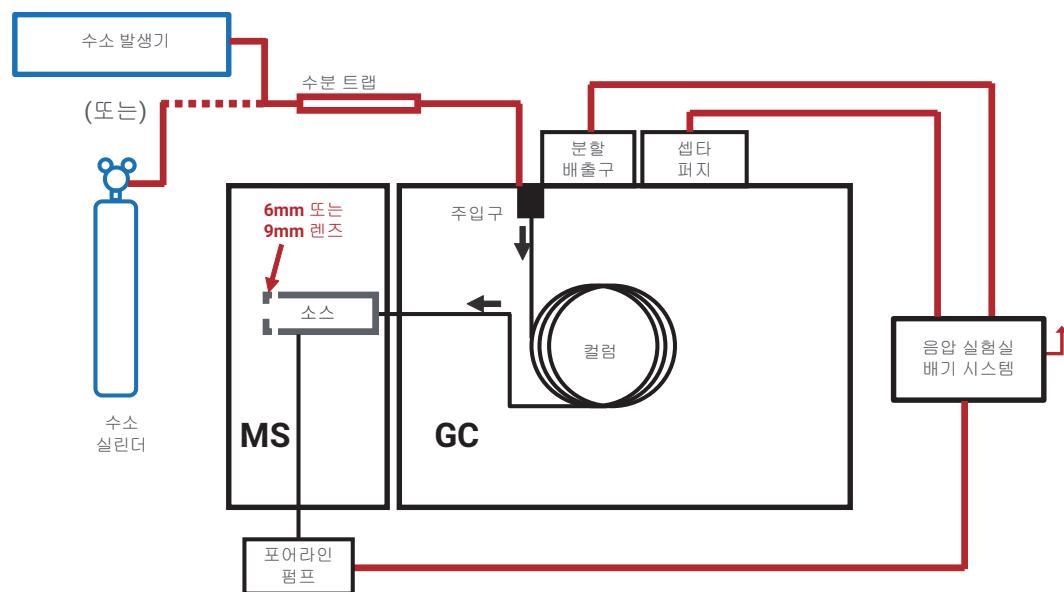


그림 3. 수소 운반 가스와 함께 사용하기 위한 배관 다이어그램.

전환에 필요한 MS 소스 구성 요소

전환에 필요한 MS 소스 변경

GC/MS를 헬륨에서 수소 운반 가스로 변환할 때 일반적으로 성능을 최적화하기 위해 소스를 변경해야 합니다. 변경해야 할 사항은 MS 모델과 소스 유형에 따라 달라집니다. 현재 사용 가능한 옵션을 요약하면 다음과 같습니다.

- Agilent 5977B/C GC/MSD 또는 Agilent 7010A/B/C triple quadrupole GC/MS의 고효율 소스(HES). 변경이 필요하지 않습니다.
- 스테인리스 스틸 또는 불활성 소스 EI 소스를 포함한 Agilent 5975 시리즈 GC/MSD 드로아웃 렌즈를 9mm(또는 6mm)로 변경합니다.
- 불활성 플러스(추출기) 소스를 갖춘 Agilent 5977/B/C GC/MSD 또는 Agilent 7000C/D/E triple quadrupole GC/MS. 추출기 소스를 Agilent HydroInert 소스(권장) 또는 불활성 9mm(또는 6mm) 추출기 렌즈로 교체합니다.

수소 운반 가스로 변경하면 몇 가지 문제가 관찰됩니다. 원래는 많은 문제가 주입구나 컬럼에 있는 것으로 생각되었지만 이후 경험에 따르면 주입구나 컬럼 문제가 있을 수 있지만 대부분의 문제는 소스와 관련이 있는 것으로 나타났습니다. 문제는 열, 수소 및 금속 소스 구성 요소의 존재로 인한 소스 내 반응으로 인해 발생합니다. 금속 성분은 수소화 또는 탈염소화와 같은 반응의 촉매 역할을 할 수 있습니다. 이러한 반응으로 인해 테일링, 이온 비율 및 스펙트럼의 원치 않는 변화, 보정 선형성 문제가 발생할 수 있습니다.

Agilent CrossLab은 수소를 사용하는 워크플로에 대한 지식 이전과 문제해결 팁 및 요령을 통해 이러한 전환을 지원할 수 있습니다. 분석법 최적화 서비스에 대해 영업 담당자에게 문의하십시오.

애질런트 추출기, 불활성 및 스테인리스 스틸 EI MS 소스에는 모두 3mm 드로아웃 렌즈(불활성 및 스테인리스 스틸 소스) 또는 3mm 추출기 렌즈(추출기 소스)가 표준으로 제공됩니다. 3mm 직경은 헬륨 운반 가스와 잘 작동하지만 수소와 함께 사용하면 문제가 발생할 수 있습니다. 소스 내 반응을 일으키는 가장 활동적인 영역(유일한 영역은 아님)은 렌즈 조리개 주변의 금속입니다. 따라서 조리개 직경을 9mm로 확장하면 문제가 크게 줄어듭니다. 애질런트는 이러한 목적으로 6mm와 9mm 렌즈를 모두 제공합니다. 9mm 렌즈는 선형성, 감도, 피크 모양 및 소스 반응성의 균형을 유지하면서 최고의 전체 성능을 제공하므로 수소 운반 가스를 사용하는 대부분의 응용 분야에 권장됩니다. 더 높은 감도가 필요한 경우 6mm 렌즈를 사용할 수 있지만 6mm는 활동성이 다소 증가하므로 먼저 9mm부터 시작하는 것이 가장 좋습니다.

HydroInert 소스

소스에 9mm 렌즈를 사용하면 소스 내 반응이 줄어들지만 문제에 대한 완전한 해결책은 아닙니다. 정도의 차이를 두고 영향을 받는 화합물이 여전히 많이 있습니다. 이러한 이유로 애질런트는 Agilent HydroInert 소스라는 새로운 소스 기술을 개발했습니다.

HydroInert 소스는 소스 내 반응 문제를 해결합니다. 이를 위해 금속 소스 부품의 경우 촉매 활성과 테일링을 크게 줄이는 독점 소재가 사용됩니다. HydroInert 소스는 모두 동일한 연결을 사용하여 불활성 플러스(추출기) 소스를 대체합니다.

니트로벤젠은 수소가 존재하는 소스에서 쉽게 수소화되는 화합물의 한 예입니다. 이 수소화 반응은 소스의 니트로벤젠으로부터 아닐린을 생성합니다. 그 결과 이온의 상대적 비율이 크게 변합니다. 그림 4는 문제점과 HydroInert를 사용한 개선을 보여줍니다. HydroInert 없이 수소 운반 가스를 사용하면 스펙트럼이 니트로벤젠 대신 아닐린의 스펙트럼과 더 밀접하게 일치합니다. 이 문제는 9mm 추출기 또는 드로아웃 렌즈를 사용해도 그대로입니다. HydroInert가 없으면 93 이온이 너무 커서 테일링 현상이 발생합니다. 65 이온도 꼬리를 만듭니다. HydroInert가 없으면 LMS(라이브러리 일치 점수)가 NIST 20 라이브러리의 니트로벤젠 스펙트럼에 비해 68에

불과합니다. Hydrolnert를 사용하면 이온의 상대적 비율이 NIST 20 헬륨 스펙트럼의 비율과 더 밀접하게 일치하며 93 및 64 이온의 테일링이 크게 감소합니다. 이제 LMS는 훨씬 더 수용 가능한 94입니다.

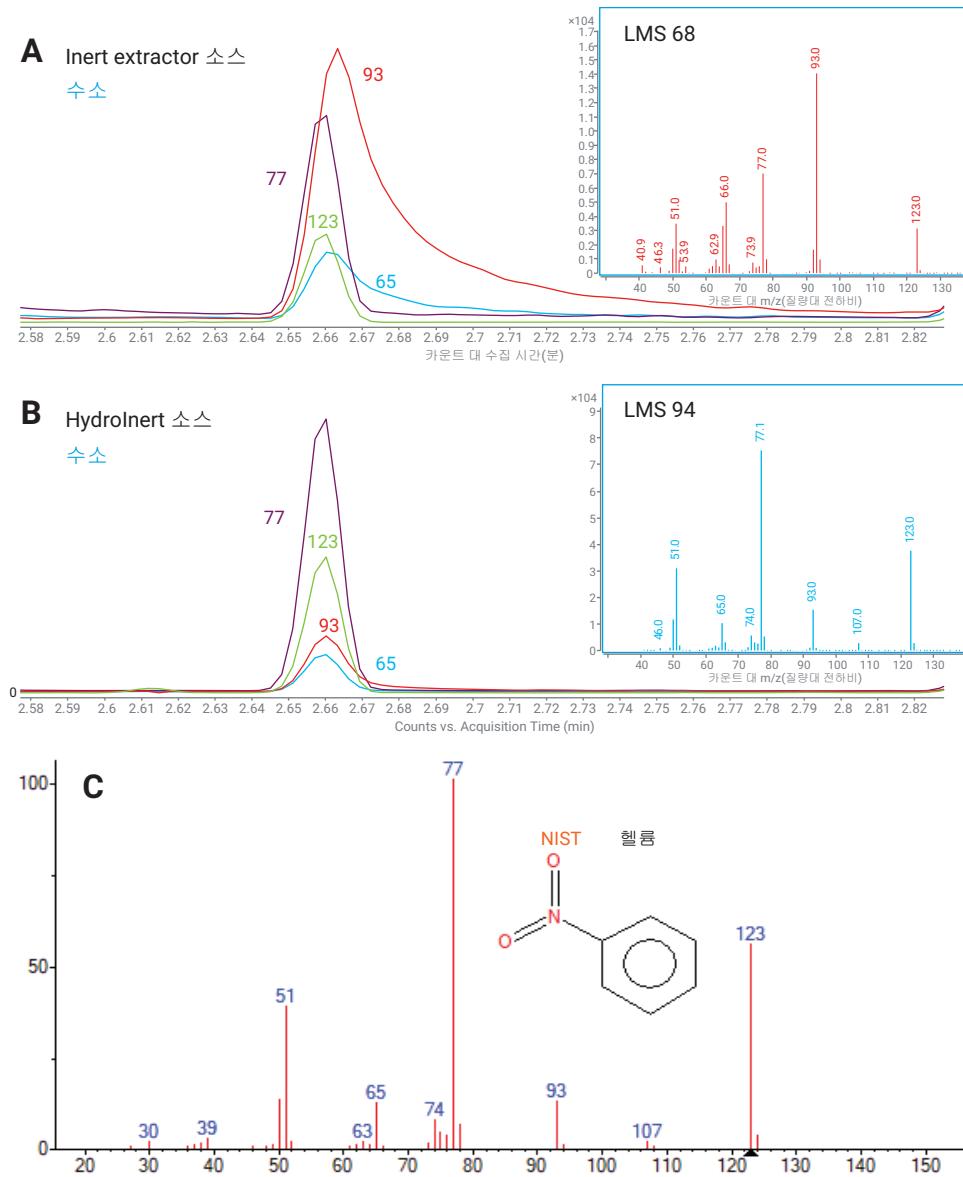


그림 4. (A) 수소 운반체, 애질런트 불활성 추출기 소스 및 9mm 렌즈를 사용한 기본 니트로벤젠 이온의 추출 이온 크로마토그램(EIC). (B) 수소 운반체, Agilent Hydrolnert 소스 및 9mm 렌즈를 사용한 기본 니트로벤젠 이온의 EIC. (C) 헬륨 운반체를 사용한 니트로벤젠의 NIST 20 라이브러리 스펙트럼.

애질런트는 Hydrolnert 소스와 함께 사용할 수 있는 Hydrolnert 6 및 3mm 추출기 렌즈도 제공합니다. 이는 분석물의 신호대 잡음비(SNR)를 높이는 데 사용할 수 있지만 일부 화합물의 경우 반응성이 증가하는 불이익이 따릅니다. 이들 중 하나를 선택한 경우 권장되는 9mm 렌즈와 관련하여 증가된 반응성이 분석물에 문제의 소지가 있는지 확인하는 것이 중요합니다.

HydroInert 리소스

다음 링크에서 HydroInert 소스에 대한 자세한 정보를 찾아볼 수 있습니다. HydroInert 제품 폐이지에 대한 첫 번째 링크에는 품목 번호와 가격 정보가 수록되어 있습니다. 전체 HydroInert 소스 어셈블리를 구입하는 것이 좋습니다(5977 GC/MSD의 경우 품목 번호 G7078-67930, 7000 GC/TQ의 경우 품목 번호 G7006-67930).

- HydroInert 제품 페이지(품목 번호, 가격 및 기술 정보 링크 나열):
<https://www.agilent.com/en/product/gas-chromatography-mass-spectrometry-gc-ms/gc-ms-supplies-accessories/hydroinert-source-for-hydrogen-carrier-gas-on-gc-ms>
- HydroInert 기술 개요(HydroInert 및 성능 특성에 대한 자세한 설명):
<https://www.agilent.com/cs/library/technicaloverviews/public/te-hydroinert-source-5994-4889en-agilent.pdf>
- 수소 운반 가스 및 HydroInert 소스를 사용한 5977 GC/MSD의 EPA Method 8270 SVOC(준휘발성 유기 화합물):
<https://www.agilent.com/cs/library/applications/an-svoc-hydrogen-carrier-gas-hydroinert-gcms-5994-4890ko-kr-agilent.pdf>
- 수소 운반 가스 및 HydroInert 소스를 사용한 7000E GC/TQ의 EPA 분석법 8270 SVOC:
<https://www.agilent.com/cs/library/applications/an-svoc-hydrogen-carrier-gas-hydroinert-7000e-gcms-5994-4891ko-kr-agilent.pdf>
- Agilent 8697 헤드스페이스 샘플러와 수소 운반 가스 및 HydroInert 이온화원을 사용한 5977C GC/MSD의 휘발성 유기 화합물(VOC) 분석:
<https://www.agilent.com/cs/library/applications/an-voc-headspace-hydroinert-gc-msd-5994-4963ko-kr-agilent.pdf>
- 생산성 가속화, 결과 개선 - HydroInert 소스에 대한 CrossLab 분석법 및 응용 서비스:
https://www.agilent.com/cs/library/flyers/public/flyer_method-application-services_5991-7028en_agilent.pdf

불활성 플러스(추출기), 불활성 및 스테인리스 스틸 EI 소스

이전에 언급한 바와 같이, 불활성 9mm(또는 6mm) 추출기 또는 드로아웃 렌즈를 사용하면 전부는 아니지만 많은 화합물에 대한 수소 운반 가스 문제가 크게 줄어듭니다. Hydrolnert 소스를 적용할 수 없거나(불활성 및 스테인리스 스틸 EI 소스) 추출기에 더 저렴한 옵션이 필요한 경우, 이용 가능한 옵션인 9mm 및 6mm 렌즈의 품목 번호가 표 1에 나열되어 있습니다. 문제가 발생할 가능성은 화합물에 따라 다르므로 모든 표적 분석물을 평가하는 것이 중요합니다. 표적화되지 않은 미지의 화합물을 식별하는 데 사용되는 시스템이나 살충제와 같은 미량 수준 분석의 경우 Hydrolnert 소스가 권장됩니다.

일반적으로 6mm 렌즈의 경우 수소 유량이 1.0mL/분 미만인 것이 적합합니다. 수소 유량 >1.0mL/min 및 <1.4mL/min의 경우 9mm 렌즈가 필요합니다. 데이터 수집에는 더 높은 유량이 권장되지 않습니다.

표 1 추출기, 불활성 및 스테인리스 스틸 EI 소스에 대한 옵션 렌즈 품목 번호입니다.

	6mm	9mm
스테인리스 스틸 드로아웃 렌즈	G3163-20530	*
불활성 드로아웃 렌즈	G2589-20045	G3440-20022
추출기 렌즈	G3870-20448	G3870-20449

* 스테인리스 스틸 9mm 드로아웃 렌즈는 사용할 수 없지만 9mm 불활성 드로아웃 렌즈(품번: G3440-20022)는 스테인리스 스틸 소스와 함께 사용할 수 있습니다.

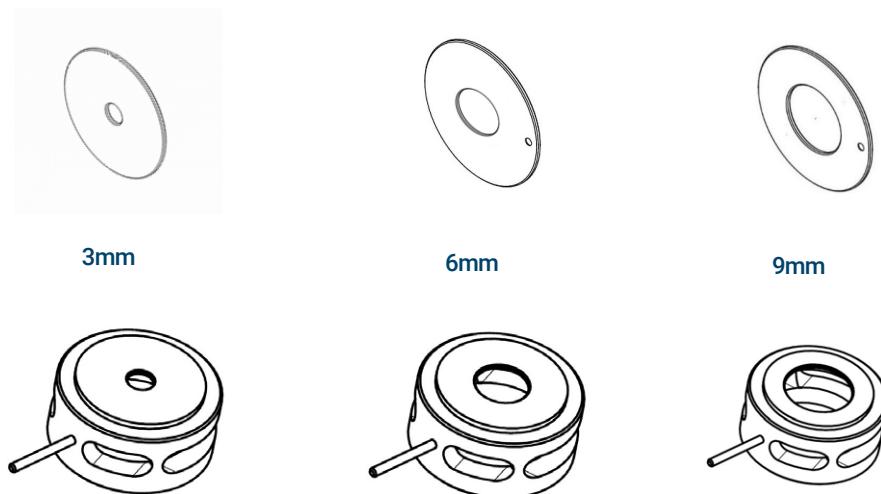


그림 5. 추출기, 불활성 및 스테인리스 스틸 EI 소스를 위한 드로아웃/추출기 렌즈입니다. 수소 운반 가스에는 6mm 또는 9mm(권장)만 사용해야 합니다.

필요한 추가 품목은 www.agilent.com에서 주문할 수 있습니다.

컬럼 및 분석법 조건 선택

MS 수소 펌프 용량

수소 운반 가스에 사용할 컬럼 및 분석법 조건을 선택하는 첫 단계는 시스템이 효과적으로 펌프 할 수 있는 수소 유량을 결정하는 것입니다. 수소의 펌프 용량은 헬륨의 약 1/2입니다. 이로 인해 컬럼과 유량 선택이 제한됩니다. 수소 운반 가스로 전환하기 위해 GC/MS 시스템을 선택할 때 확산 펌프보다는 터보 펌프가 권장되는데, 이 경우에 펌프 용량이 더 커서 컬럼 유량의 유연성이 높아지기 때문입니다. 표 2에는 애질런트 GC/MS 시스템에서 수소의 최적, 최대 권장 및 최대 유량이 나와 있습니다.

표 2 애질런트 GC/MS 시스템에 대한 권장 수소 유량.

	최적 유량(mL/분 H ₂)	최대 권장 유량(mL/분 H ₂)	최대 유량(mL/분 H ₂)
597Xx 확산 펌프	~0.5	0.75	1.00
597Xx 터보 펌프	0.5~1.0	2.0	3.25
7000x/7010x	0.5~1.0	2.0	3.25
7200x/7250x	수소 사용은 허용되지 않습니다		

진공 대 컬럼 유량을 모니터링하기 위해 MS에 이온 게이지를 설치하면 도움이 됩니다. 5×10^{-5} Torr 이상의 압력을 생성하는 유량은 피하십시오. 이 압력을 초과하면 소스 성능이 저하되기 시작하고 유용한 데이터를 얻지 못할 수도 있습니다.

어떤 시점에서든 MS로 유입되는 최대 유량을 초과하지 마십시오. 해당 분석법에서 압력 펠스 주입을 사용하는 경우, 펠스 중 최대 컬럼 유량이 나열된 최대 유량을 초과하지 않는지 확인하십시오.

RTL(Retention Time Locking)을 사용하는 분석법의 경우 나열된 최대 값의 공칭 유량을 사용하여 분석법을 생성하지 마십시오. RTL에서는 머무름 시간과 일치하도록 유량을 변경해야 하므로 다른 컬럼이나 시스템에 대한 잠금 유량이 최대 유량을 초과할 수 있습니다. 이 문제를 방지하려면 시스템의 최대 유량보다 최소 30% 낮은 유량으로 RTL 분석법을 만드십시오.

컬럼 및 분석법 조건 선택

서론

GC 운반 가스로 수소와 헬륨을 사용하는 데에는 두 가지 주된 차이점이 있습니다.

- 첫 번째는 수소의 점도가 헬륨의 점도보다 낮아 수소와 동일한 유량을 얻기 위한 주입구 압력이 상당히 낮다는 것입니다. 컬럼 유량과 머무름 시간을 정밀하게 제어하려면 적절한 주입구 압력(바람직하게는 5psi 이상)을 유지하는 컬럼 크기와 유량 설정값을 선택해야 합니다. 대기압 미만의 주입구 압력은 주입구 흐름을 차단하고 공기가 시스템으로 유입되어 주입구 라이너와 컬럼을 손상시킬 수 있기 때문에 엄격히 피해야 합니다.
- 두 번째 차이점은 크로마토그래피 성능입니다. 수소는 헬륨에 비해 분리능과 분석 속도 측면에서 이점이 있습니다. 이는 주로 수소에 대한 Van Deemter 곡선의 모양에서 비롯됩니다.

시스템에 적합한 컬럼 크기를 결정할 때 다음과 같은 몇 가지 중요한 고려 사항이 있습니다.

- 1 가능한 한 GC/MS 시스템에 일정 유량 분석법을 사용합니다. 오른 온도 프로그램을 사용한 정압 분석법은 소스로 들어가는 유량 변화로 인해 MS 성능에 부정적인 영향을 미칩니다.
- 2 MS 하드웨어의 수소 펌프 용량을 결정합니다. 확산 펌프 시스템의 경우 0.5 ~ 0.7mL/분 범위의 유량을 사용하고, 터보 펌프 시스템의 경우 0.5 ~ 2mL/분 범위의 유량을 사용해 보십시오.
- 3 최적의 MS 감도와 성능은 0.8 ~ 1.2mL/분에서 얻어집니다. 터보 펌프가 있는 경우 이 범위의 컬럼 유량을 사용해 보십시오.
- 4 분석이 실행되는 온도 범위에서 주입구 압력은 5psi 이상이어야 합니다. 오른 도어가 열려 있거나 오른 히터가 꺼져 있을 때 운반 가스 차단을 방지하려면 25°C에서 주입구 압력은 최소 1psi여야 합니다.
- 5 헬륨의 최적 컬럼 평균 속도 범위는 20 ~ 40cm/초입니다. 수소의 경우는 30 ~ 55cm/초입니다. 헬륨이나 수소의 유량이 너무 낮으면 너무 높을 때보다 피크 분리능이 훨씬 빨리 손실됩니다. 가능하면 항상 최소 평균 선형 속도 이상에서 작동하십시오(참조: 21페이지의 그림 6).

컬럼 전환에 대한 단순화된 접근 방식

현재의 헬륨 분석법이 $30\text{m} \times 0.25\text{mm}$ 내경 $\times 0.25\mu\text{m}$ 필름 두께의 캐필러리 컬럼을 사용한다면, 다음 단계를 거쳐 수소 전환 분석법을 빠르게 수립할 수 있습니다. 이는 필요한 경우 나중에 최적화할 수 있는 좋은 출발점입니다.

- 1 고정상 유형(DB-5ms, HP-5ms 등)이 동일하여 현재 컬럼과 기본적으로 같지만 $20\text{m} \times 0.18\text{mm}$ 내경 $\times 0.18\mu\text{m}$ 필름 두께를 가진 세부 모델을 구입하십시오. 30m 분석법에 $0.25\mu\text{m}$ 와 다른 필름 두께를 사용하는 경우, 현재와 가장 근접한 상 비율을 가진 0.18mm 내경 컬럼을 찾으십시오.
- 2 MS에 확산 펌프가 있는 경우, 수소 유량을 $0.6\text{mL}/\text{분}$ 으로 일정하게 설정합니다. MS에 터보 펌프(권장)가 있는 경우, 수소 유량을 $0.9\text{mL}/\text{분}$ 으로 일정하게 설정합니다.
- 3 새로운 온도 프로그램을 현재 헬륨 분석법과 동일한 값으로 설정합니다. (원하는 경우 나중에 분석법 속도를 높이기 위해 이를 최적화할 수 있습니다.)
- 4 헬륨 분석법이 압력 펄스 주입을 사용하고 MS에 터보 펌프가 있는 경우 펄스 중에 $3.25\text{mL}/\text{분}$ 을 초과하지 않도록 새로운 분석법의 펄스 압력을 설정합니다. 확산 펌프에서는 펌핑 용량이 부족하기 때문에 펄스 주입을 권장하지 않습니다.
- 5 MS에 고진공 게이지가 있는 경우 압력이 $> 5 \times 10^{-5}$ Torr인지 확인하십시오. 그렇다면 5×10^{-5} Torr 미만이 될 때까지 유량을 줄이십시오.
- 6 용매 용출 시간이 다르므로 해당 분석법에 대한 새로운 용매 지연 시간을 결정하십시오.
- 7 나중에 설명하는 대로 시스템을 컨디셔닝한 후 보정 표준을 실행하고 분석물의 새로운 머무름 시간을 찾습니다.

다음 섹션에서는 전환된 분석법을 최적화하기 위해 조정할 수 있는 파라미터에 대해 자세히 설명합니다.

컬럼 규격

GC/MS 분석법을 헬륨에서 수소 운반 가스로 전환할 때 다양한 크기의 컬럼으로 변경해야 하는 경우가 많습니다. 이는 수소의 점도가 헬륨의 점도보다 낮아 수소로 동일한 유량을 얻기 위한 주입구 압력이 상당히 낮기 때문입니다.

예를 들어, $30\text{m} \times 0.25\text{mm}$ 내경 $\times 0.25\mu\text{m}$ 필름 두께 컬럼은 GC/MS 응용 분야에서 헬륨과 함께 널리 사용됩니다. 이러한 컬럼은 일반적으로 수소에는 적합하지 않는데, 표 3에 나타낸 바와 같이 주입구 압력이 충분하지 않기 때문입니다. 표 3에는 주변 온도(25°C)와 100°C 에서 다양한 크기의 컬럼에 대해 $1.0\text{mL}/\text{분}$ 유량을 얻는 데 필요한 주입구 압력을 헬륨 및 수소 운반 가스 각각에 대해 나열했습니다.

표 3 헬륨 및 수소를 사용하여 $1.0\text{mL}/\text{분}$ 의 유량을 유지하는 데 필요한 주입구 압력.

컬럼 규격	25°C에서 He에 대한 주입구 압력(psi)	100°C에서 He에 대한 주입구 압력(psi)	25°C에서 H ₂ 에 대한 주입구 압력(psi)	100°C에서 H ₂ 에 대한 주입구 압력(psi)
$30\text{m} \times 0.25\text{mm id}$	6.36	10.75	-0.56	2.40
$60\text{m} \times 0.25\text{mm id}$	15.09	21.29	5.29	9.48
$20\text{m} \times 0.18\text{mm id}$	18.47	25.39	7.57	12.22
$40\text{m} \times 0.18\text{mm id}$	32.21	41.99	16.79	23.37

참고

30m × 0.25mm 내경 컬럼은 **100°C**의 오븐 온도에서 수소 사용 시 주입구 압력(**2.4psi**)이 낮습니다. 대기압에서는 주입구 압력이 대기압보다 낮으므로 사용할 수 없습니다.

$60\text{m} \times 0.25\text{mm}$ 내경 컬럼은 허용 가능한 주입구 압력을 제공하고 더 나은 크로마토그래피 분리를 제공하며, 용량이 증가하지만 실행 시간이 길어집니다.

$20\text{m} \times 0.18\text{mm}$ 내경이 수소 사용을 위한 일반적인 선택입니다. 이 컬럼은 수소에 대해 허용 가능한 주입구 압력을 가지며, $30\text{m} \times 0.25\text{mm}$ 내경 컬럼과 유사하거나 종종 더 나은 크로마토그래피 분리능을 제공합니다. 시료 용량은 0.25mm 내경 컬럼의 약 $1/3$ 이므로 주입량을 조정해야 할 수 있습니다. 이 컬럼은 분석법 개발을 위한 좋은 출발점입니다.

그림 6에 질소, 헬륨, 수소에 대한 Van Deemter 곡선이 나와 있습니다. 이 플롯에서 Y축은 이론적 플레이트의 동등 높이(H), X축은 운반 가스의 평균 속도를 나타냅니다. 특정 운반 가스를 사용한 최적의 크로마토그래피 분리능은 Van Deemter 곡선의 최소값 근처에서 얻어집니다.

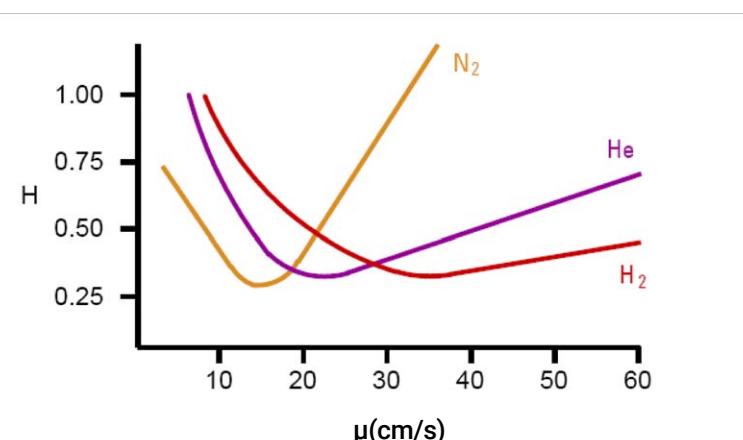


그림 6. 질소(N₂), 헬륨(He) 및 수소(H₂)에 대한 Van Deemter 곡선.

헬륨의 최적 컬럼 평균 속도 범위는 20 ~ 40cm/초입니다. 수소의 경우는 30 ~ 55cm/초입니다. 그러나 수소에 대한 Van Deemter 곡선의 기울기는 선형 속도에서 상대적으로 평평하기 때문에 평균 속도가 최적 값 이상으로 증가함에 따라 분리능은 약간만 손실됩니다. 이는 분석 속도를 최적화할 때 유용합니다.

참 고

헬륨이나 수소의 유량이 너무 낮으면 너무 높을 때보다 효율이 훨씬 더 빨리 손실됩니다. 따라서 최소 평균 속도 이상에서 작동하는 것이 중요합니다.

유량 계산기 도구

새로운 GC 분석법 개발을 지원하기 위해 애질런트는 무료로 다운로드할 수 있는 GC용 계산기를 제공합니다. 수소를 사용해 보기 위해 새 컬럼을 설치하기 전에 계산기를 사용하여 컬럼이 적합한지 판단하는 것이 도움이 될 수 있습니다. 계산기는 다음 위치에서 제공합니다.

<https://www.agilent.com/ko-kr/support/gas-chromatography/gccalculators>

압력 유량 계산기 도구가 그림 7 및 그림 8에 표시되어 있습니다. 컬럼 치수, 운반 가스 유형, 컬럼 배출구 압력 및 오븐 온도를 입력하면 평균 속도를 입력하고 이 속도에서 주입구 압력과 유량이 어떻게 되는지 확인할 수 있습니다. 그림 7에서 평균 속도를 35cm/초(파란색)로 입력하면 거의 최적의 분리능을 얻을 수 있지만 컬럼 유량과 주입구 압력은 사용할 수 없을 정도로 낮습니다(빨간색). 그림 8에서는 주입구 압력이 5.0psi(파란색)로 입력되었고, 이 조건에서 허용 가능한 선형 속도 55.056cm/s(녹색)가 얻어집니다. 이 압력을 사용하면 배출구 유량과 주입구 압력도 허용 가능한 값이 됩니다.

The screenshot shows the 'Pressure Flow Calculator' interface. The input fields are as follows:

- Length (m): 20.00
- Inner Diameter (μm): 180
- Film Thickness (μm): 0.18
- Temperature (°C): 50
- Inlet Pressure (gauge): 2.175 (highlighted with a red box)
- Outlet Flow (mL/min): 0.279
- Average Velocity (cm/s): 35.000 (highlighted with a blue box)
- Outlet Pressure: 0.000
- Carrier Gas: Hydrogen
- Optimum velocity range (cm/s): 30 - 55

그림 7. 애질런트 압력 유량 계산기를 사용하여 평균 속도가 최적인 35cm/초에 가깝게 설정된 20m × 0.18mm 내경 × 0.18μm 필름 두께 컬럼에 대한 크로마토그래피 조건 결정.

The screenshot shows the 'Pressure Flow Calculator' interface. The input fields are as follows:

- Length (m): 20.00
- Inner Diameter (μm): 180
- Film Thickness (μm): 0.18
- Temperature (°C): 50
- Inlet Pressure (gauge): 5.000 (highlighted with a blue box)
- Outlet Flow (mL/min): 0.690
- Average Velocity (cm/s): 55.056 (highlighted with a green box)
- Outlet Pressure: 0.000
- Carrier Gas: Hydrogen
- Optimum velocity range (cm/s): 30 - 55

그림 8. 애질런트 압력 유량 계산기를 사용하여 주입구 압력이 5psi로 입력된 20m × 0.18mm 내경 × 0.18μm 필름 두께 컬럼에 대한 크로마토그래피 조건 결정.

제공되는 기타 유용한 값으로, 입력된 라이너 용량과 주입구 라이너 유량을 기반으로 계산되는 정지 시간과 제안 비분할 시간이 있습니다.

펄스 주입에 사용할 수 있는 최대 압력을 결정하는 기능 또한 이 계산기의 유용한 역할입니다. 고온 주입구에서 분석물이 수소와 반응할 가능성이 있으므로 펄스 주입을 고려해 볼 가치가 있습니다. 펄스 주입은 분석물을 주입구에서 더 좁은 컬럼으로 이동시키는 데도 도움이 됩니다. 그림 9는 터보 펌프 시스템의 최대 허용 유량인 3.25mL/분(파란색)에서의 펄스 압력(녹색) 계산을 보여줍니다.

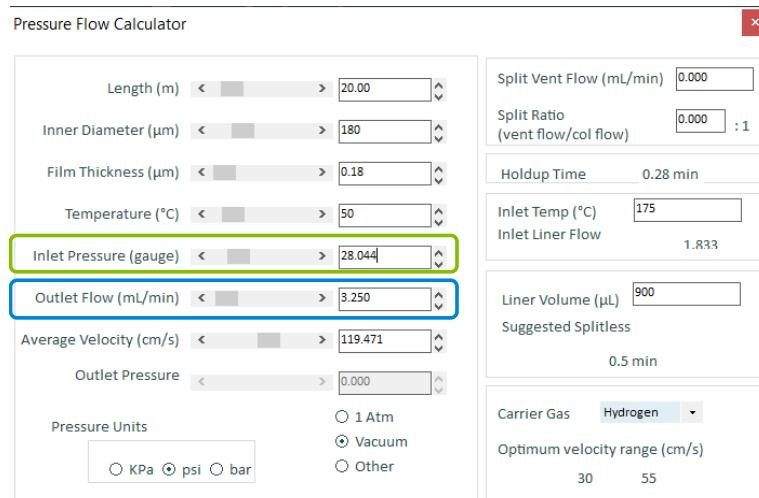


그림 9. 터보 펌프 시스템의 최대 허용 유량인 3.25mL/분에서의 펄스 압력 계산.

예제에 사용된 조건의 경우에 계산기는 최대 펄스 압력이 28psi임을 나타냅니다. 주입구 라이너 유량이 더 높기 때문에 제안된 비분할 시간은 2배 이상 낮아집니다.

Intuvo GC 유량을 평가할 때는 유로에 추가적인 제한이 따르므로 유량 계산기를 사용할 수 없습니다. 유량을 결정하려면 Intuvo 수집 소프트웨어를 사용해야 합니다.

분석법 변환기

분석법 변환기는 헬륨을 수소로 전환할 때 속도 개선을 최적화하는 데 유용합니다. 이는 동일한 용출 순서와 상대적 용리 시간을 유지하면서 다양한 조건 세트를 평가하도록 설계되었습니다.

분석법 변환 도구는 새 컬럼이나 파라미터가 다른 동일한 컬럼의 머무름 시간을 정확하게 예측한다는 점에서 정압 분석법에 가장 효과적입니다. GC/MS에는 일정한 흐름 분석법만 권장되므로 예상 머무름 시간은 정확하지 않으며 일부 분석물은 용리 순서가 뒤집어질 수도 있습니다. 하지만 이 과정은 여전히 큰 도움을 줍니다.

분석법 변환기를 사용할 때 다음과 같은 몇 가지 사항을 고려해야 합니다.

- 다른 컬럼으로의 전환을 고려 중인 경우, 상 화학조성(DB-5, HP-5ms, Innowax 등)은 동일해야 합니다.
- 상 비율이 동일한 컬럼에서 전환이 가장 효과적으로 이루어집니다. 새 컬럼에 동일한 상 비율을 사용할 수 없는 경우 비율이 가장 가까운 것을 선택하십시오.
- 분석법의 속도를 높이면 오븐의 온도 램프가 속도 이득 인자만큼 증가합니다. 오븐 온도가 새로운 속도로 상승할 수 있는지 확인하십시오. 그렇지 않은 경우 시스템이 유지할 수 있는 오븐 온도 램프를 제공하는 더 낮은 속도 이득으로 변환하십시오.
- MS 펌핑 시스템이 제시한 대로 이전에 제안된 범위의 유량을 유지하십시오.

그림 10에는 헬륨을 사용하는 $30m \times 0.25mm$ 내경 컬럼 분석법에서 동일한 컬럼에 수소 운반 가스를 사용하지만 속도 이득은 두 배(즉, 새 분석법의 모든 머무름 시간은 원래 분석법의 약 1/2)인 분석법으로 이전할 때 분석법 변환기가 이를 어떻게 평가하는지 보여줍니다.

이 변환에서 단점은 MS 소스에 1.8mL/분의 상대적으로 높은 유량이 필요하다는 것입니다. 이는 시스템에 터보 펌프가 있는 경우 사용 가능하지만 감도가 낮아질 수 있습니다. 1.8mL/분의 일정한 유량에서 분석 중 및 오븐이 꺼진 상태 모두에서 주입구 압력도 허용될 수 있습니다.

참고

MS에 고효율 소스(HES)가 있는 경우 이 유량은 너무 높을 수 있습니다.

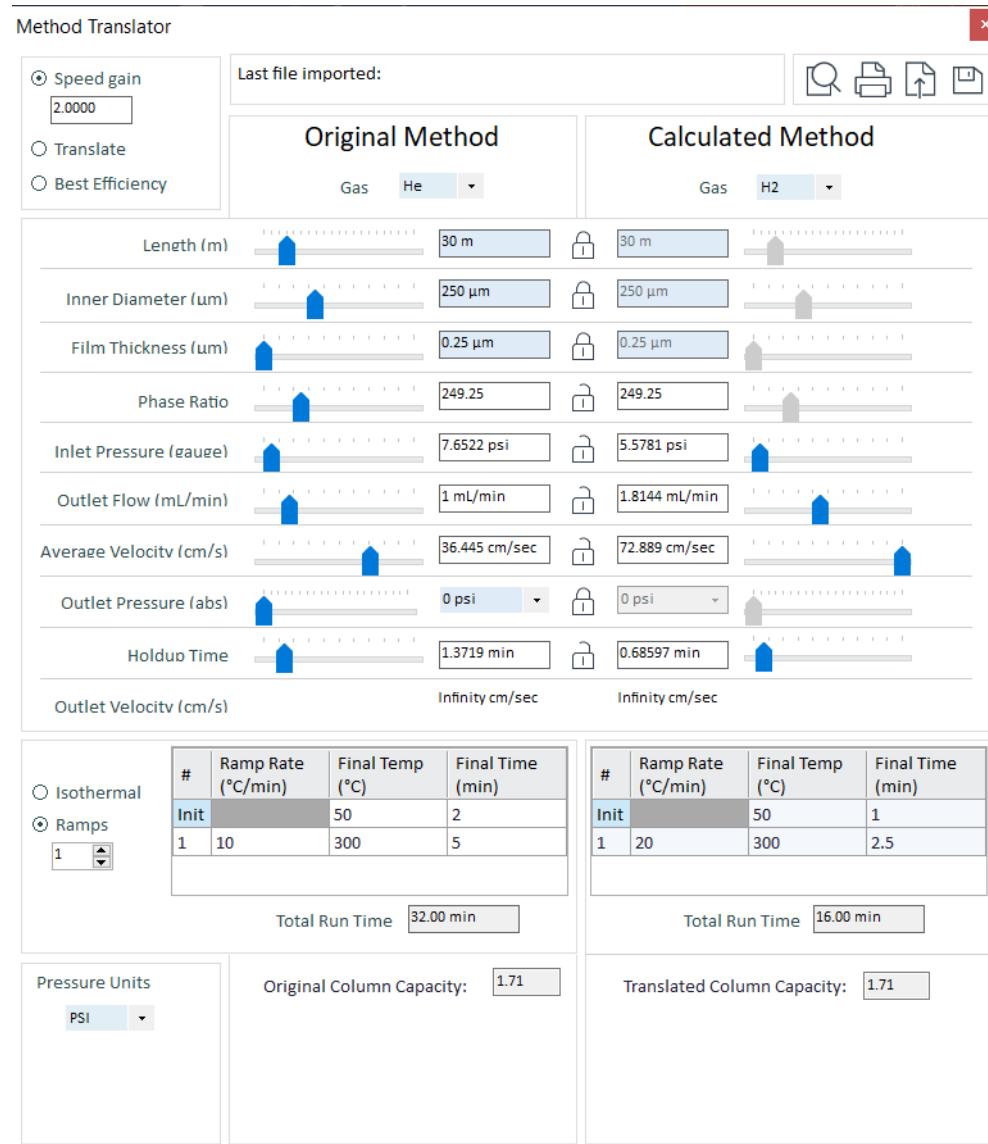


그림 10. 헬륨을 사용하는 30m × 0.25mm 내경 컬럼 분석법에서 동일한 컬럼에 수소 운반 가스를 사용하고 속도 이득은 두 배인 분석법으로 전환 시 분석법 변환 도구의 평가 결과.

그림 11은 20m × 0.18mm 내경 컬럼에서 수소 운반 가스를 사용하고 속도 이득은 2.5배인 분석법으로의 전환을 보여줍니다.

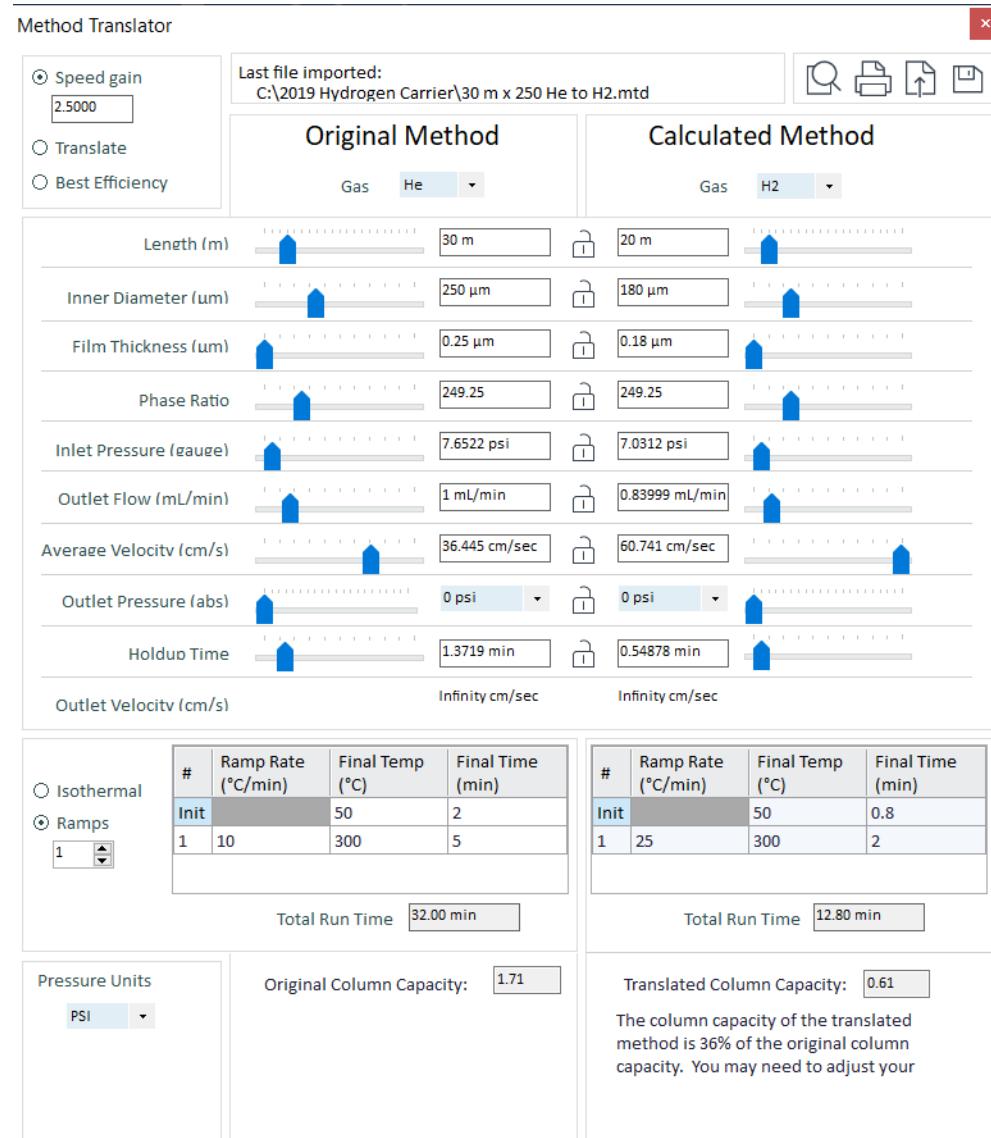


그림 11. 20m × 0.18mm 내경 컬럼에서 수소 운반 가스를 사용하고 속도 이득은 2.5배인 분석법으로의 전환.

20m × 0.18mm 내경 컬럼으로 전환 시, 권장 범위의 유량 내에 있다면 2.5의 속도 이득은 가능합니다. 이 도구의 오른쪽 하단에는 변환된 컬럼 용량이 나와 있는데, 새 컬럼 용량이 원래 컬럼 용량의 36%에 그치는 것을 볼 수 있습니다. 이 분석법은 전환을 위한 좋은 출발점이 될 수 있습니다.

변환 결과 GC로 얻을 수 없는 램프 속도가 산출되면 가능한 램프 속도를 사용해 보고(즉, 분석 실행 중에 오븐이 "준비되지 않음" 상태로 전환되지 않도록 함) 앞서 언급한 대로 유량을 수용 가능한 범위의 값으로 옮리십시오.

유량 계산기와 마찬가지로, 분석법 변환기도 유로의 추가 제한으로 인해 Intuvo GC 파라미터를 평가하는 데에는 사용할 수 없습니다. Intuvo 수집 소프트웨어를 사용하여 유량을 결정하십시오.

수소 운반 가스를 이용한 초기 가동

시스템이 설정된 후:

- 기기에 수소가 적절하게 공급되는지 확인하고 누수 여부를 확인합니다.
- 소스에 더 큰 직경(9mm 권장)의 드로아웃 또는 추출기 렌즈가 올바르게 설치되어 있습니다.
- 컬럼을 선택 및 설치하고, 적절한 유량을 설정하고, 누수를 확인합니다.
- 가열 구역(주입구, 이송 라인, 소스 등)을 끈 상태에서 최소 1시간 동안 펌핑 배출합니다.
- 가열된 구역을 분석법 온도로 올리고 1시간 동안 안정화시킵니다.
- MS를 조정합니다.

시스템을 시작하고 분석법 테스트를 시작할 수 있습니다.

일반적으로 초기 시작 시 관찰되는 세 가지 문제가 있습니다.

- 최대 약 300m/z까지 대부분의 질량에서 이온에 높은 스펙트럼 백그라운드가 있습니다.
- 신호대 잡음비가 감소하여 MDL이 나빠집니다.
- 많은 화합물에 상당한 테일링이 발생합니다.

높은 스펙트럼 백그라운드

그림 12는 수소 운반 가스로 획득한 일반적인 백그라운드 스펙트럼을 보여줍니다. 이 스펙트럼은 300m/z까지의 거의 모든 질량에서 반응합니다. 백그라운드는 처음에 매우 높지만 소스가 베이크아웃되면서 점차 낮아집니다. 높은 백그라운드가 나타나는 이유는 JetClean에서 볼 수 있듯이 소스 내부를 청소하는 활성 수소 화학종 때문인 것으로 추측됩니다. 백그라운드를 줄이기 위한 상세한 절차는 이후 섹션에서 설명합니다.

신호대 잡음비 감소

백그라운드가 높으면 추가 베이스라인 잡음이 발생하여 분석물의 신호대 잡음비(SNR)를 감소시키는 결과를 가져옵니다. 백그라운드가 낮아지면 잡음도 감소하여 SNR이 점차 개선됩니다.

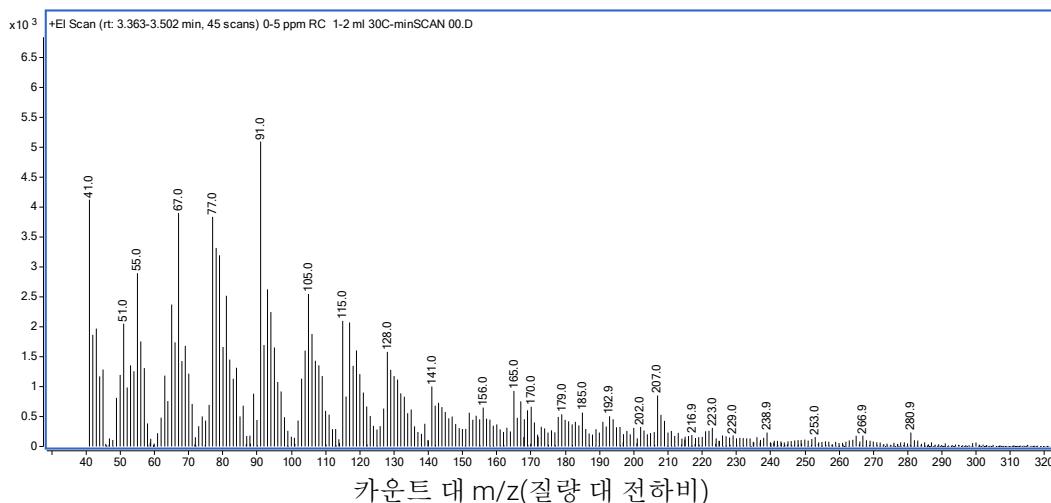


그림 12. 수소 운반 가스를 사용할 때 백그라운드의 질량 스펙트럼.

일부 화합물의 심한 테일링

세 번째 문제인 많은 화합물의 심한 테일링이 그림 13에 표시되어 있습니다. 상단 크로마토그램은 헬륨 운반 가스로 획득한 5ng/성분의 비유도체화 약물 혼합물에 대한 TIC입니다. 일부 화합물은 극성 특성으로 인해 테일링을 나타내지만 대부분은 수용 가능한 피크 모양을 갖습니다.

하단 크로마토그램은 운반 가스를 수소로 전환한 직후 동일한 혼합물의 TIC입니다. 펜시클리딘(피크 9)의 피크 모양은 매우 양호하지만 나머지 피크는 상당히 작아졌으며 많은 피크가 심한 테일링을 나타냅니다.

1	Amphetamine	15	Lorazepam
2	Phentermine	16	Diazepam
3	Methamphetamine	17	Hydrocodone
4	Nicotine	18	Tetrahydrocannabinol
5	Methylenedioxymethamphetamine(MDA)	19	Oxycodone
6	Methylenedioxymethamphetamine(MDMA)	20	Temazepam
7	Methylenedioxymethylamphetamine	21	Flunitrazepam
8	Meperidine	22	Diacetylmorphine
9	Phencyclidine	23	Nitrazepam
10	Methadone	24	Clonazepam
11	Cocaine	25	Alprazolam
12	SKF- 525a	26	Verapamil
13	Oxazepam	27	Strychnine
14	Codeine	28	Trazodone

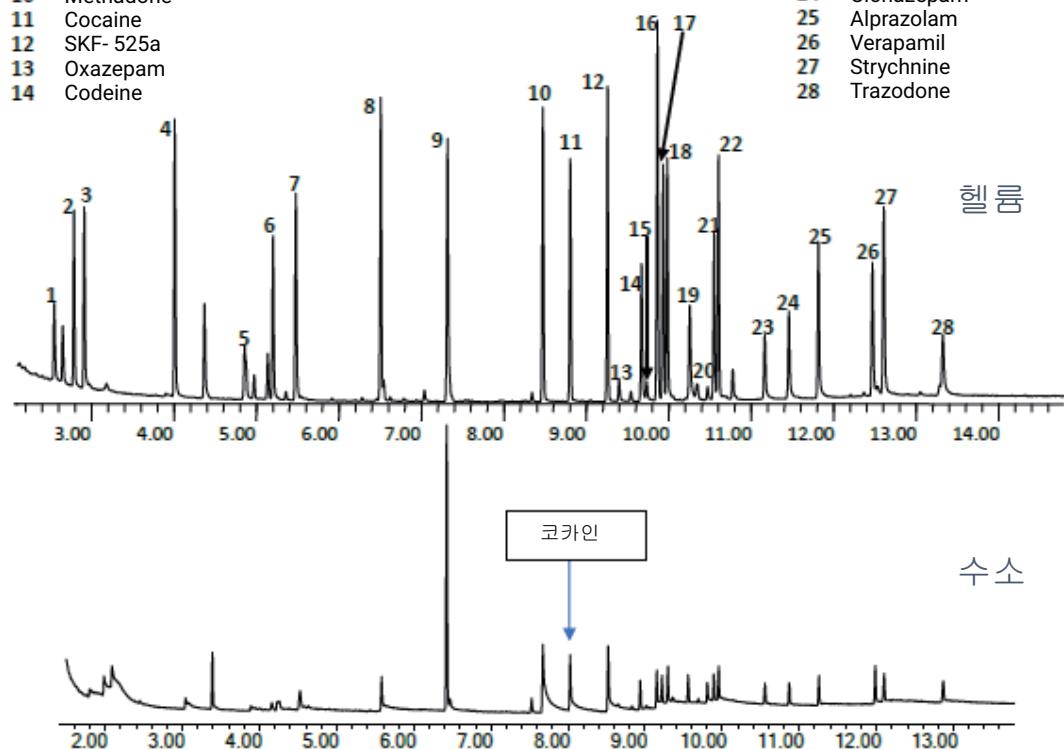


그림 13. 헬륨 운반 가스(상단) 및 초기 시작 직후 수소 운반 가스(아래) 사용 시 약물 테스트 혼합물 (5ng/성분) 분석 실행의 결과.

수소 크로마토그램의 TIC에서 코카인 피크를 살펴보면 헬륨 운반 가스에서는 볼 수 없었던 심한 테일링이 나타납니다. 이 테일링은 일반적인 크로마토그래피 테일링이 아닙니다.

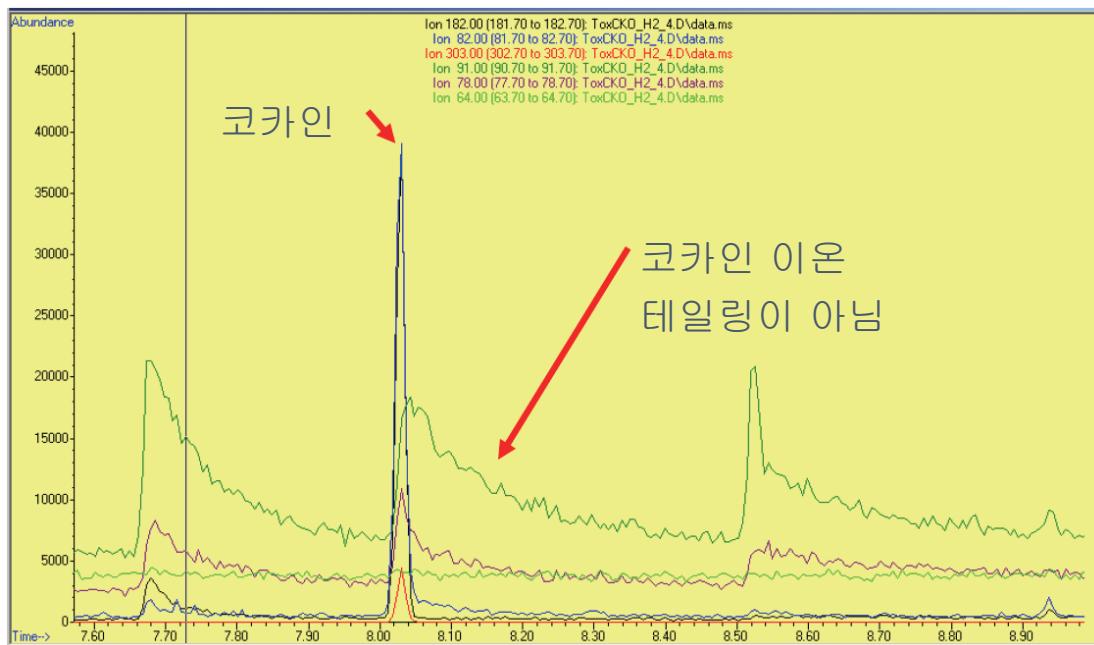


그림 14. 수소 운반 가스 사용 시 그림 13(하단)에서 코카인 피크의 EIC.

그림 14에는 m/z 182(검정색), 82(파란색) 및 303(빨간색)에서 주요 코카인 이온에 대한 추출 이온 크로마토그램(EIC)이 나와 있습니다. 피크 모양이 우수한 것을 알 수 있습니다. 테일은 코 카인과 관련이 없는 이온으로 구성되어 있으며 m/z 91(녹색)이 가장 두드러집니다.

그림 13 및 그림 14의 수소 운반 가스 크로마토그램은 6mm 추출기 렌즈를 사용하여 획득했습니다. 이러한 테일링 효과는 9mm 렌즈보다 6mm 렌즈에서 더 두드러집니다. 여기서는 문제를 보다 명확하게 보여주기 위해 6mm가 사용되었지만 9mm 사용이 권장됩니다.

이 성능은 확실히 사용 불가합니다. 다행히도 이러한 문제를 크게 줄일 수 있는 방법이 있습니다.

소스 컨디셔닝

위의 세 가지 문제를 줄이는 해법은 소스를 밤새 컨디셔닝하는 것입니다. 권장되는 과정은 다음과 같습니다.

- 1 99.9999% 이상 순도의 수소 발생기와 같은 우수한 청정 수소 공급원을 확보합니다.
- 2 펌핑 시스템에 적합한 수준으로 수소 유량을 제한합니다.
- 3 수소 드로아웃 렌즈/추출기 렌즈를 선택적으로 사용합니다. 먼저 9mm부터 시작하십시오. 최대 감도가 충분하지 않으면 6mm를 사용해 보십시오.
- 4 설정, 퍼지 및 펌핑 후 MS 수집 프로그램으로 이동하여 다음 작업을 수행합니다.
 - a 소스를 소스 최대 온도(보통 350°C , 확인 필요)로 설정합니다.
 - b EMV를 800V로 줄입니다.
 - c m/z 40에서 300까지 연속적으로 스캔하도록 프로그램을 설정합니다. 이렇게 하면 필라멘트가 계속 켜져 있게 되며 이는 컨디셔닝 과정에 핵심적입니다. 밤새도록 필라멘트를 켜두십시오.
- 5 아침이 되면 피크 모양이 훨씬 좋아지고 백그라운드가 훨씬 낮아집니다.
- 6 소스 온도를 분석법 값으로 낮추고 다시 조정한 후 일부 시료를 실행합니다.

7 필라멘트가 타버릴 경우를 대비해 항상 여분의 필라멘트를 준비해 두십시오. 모든 GC/MS 이온 소스 부품과 마찬가지로 필라멘트도 작업자가 교체할 수 있는 일상적인 소모성 부품입니다.

위의 절차는 6mm 드로아웃 렌즈나 추출기 렌즈에 효과적입니다. 9mm 렌즈와 깨끗한 소스를 사용하는 경우 밤새 클리닝할 필요가 없을 수도 있습니다. 2~4시간 내에 컨디셔닝될 수 있으며, 이는 낮은 백그라운드와 개선된 피크 모양을 보면 알 수 있습니다.

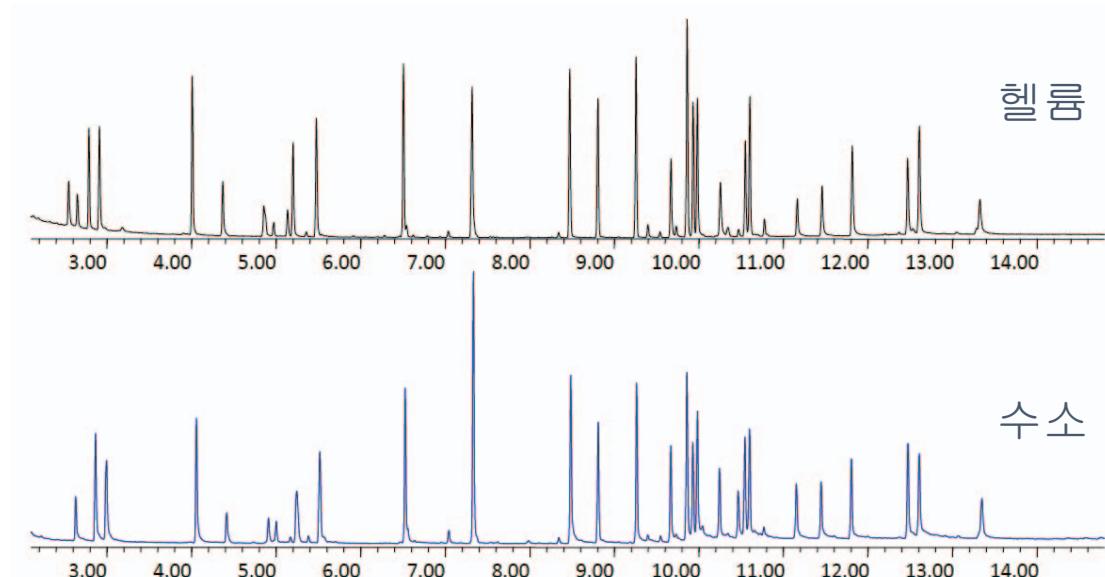


그림 15. 하룻밤 동안 컨디셔닝한 후 헬륨 운반 가스(상단) 및 수소 운반 가스(하단)를 사용한 약물 테스트 혼합물(5ng/성분) 분석 실행 결과.

그림 15는 밤새 컨디셔닝하여 얻은 극적인 개선 효과를 보여줍니다. 구체적으로 높은 백그라운드, 높은 잡음 및 심한 테일링의 세 가지 문제가 모두 크게 줄었습니다.

기대되는 성능 수준

신호대 잡음비

신호대 잡음비는 수소 운반 가스의 경우 약 2~5배 이상 악화되는 경우가 많습니다. 이는 화합물마다 다르므로 수소 분석법으로 측정할 모든 분석물에 대해 확인하는 것이 중요합니다.

일부 화합물은 낮은 수준에서 사라질 수 있습니다. 향료 시료에서 볼 수 있는 일부 질소 및 산소 함유 화합물(알코올, 알데히드, 케톤)을 예로 들 수 있습니다.

스펙트럼 정확도

수소 운반 가스로 얻은 대부분의 스펙트럼은 헬륨 운반 가스로 얻은 스펙트럼과 동일하게 유지되지만 항상 예외는 있습니다. 사용자는 중요한 표적에 대한 참조 스펙트럼을 확인하여 변화가 없는지 확인해야 합니다.

예를 들어, 그림 16은 헬륨 및 수소 운반 가스를 모두 사용하여 얻은 테스트 혼합물의 크로마토그램을 보여줍니다. 이 혼합물에는 스펙트럼 변화를 평가하기 위한 다양한 화합물 유형들이 포함되어 있습니다.

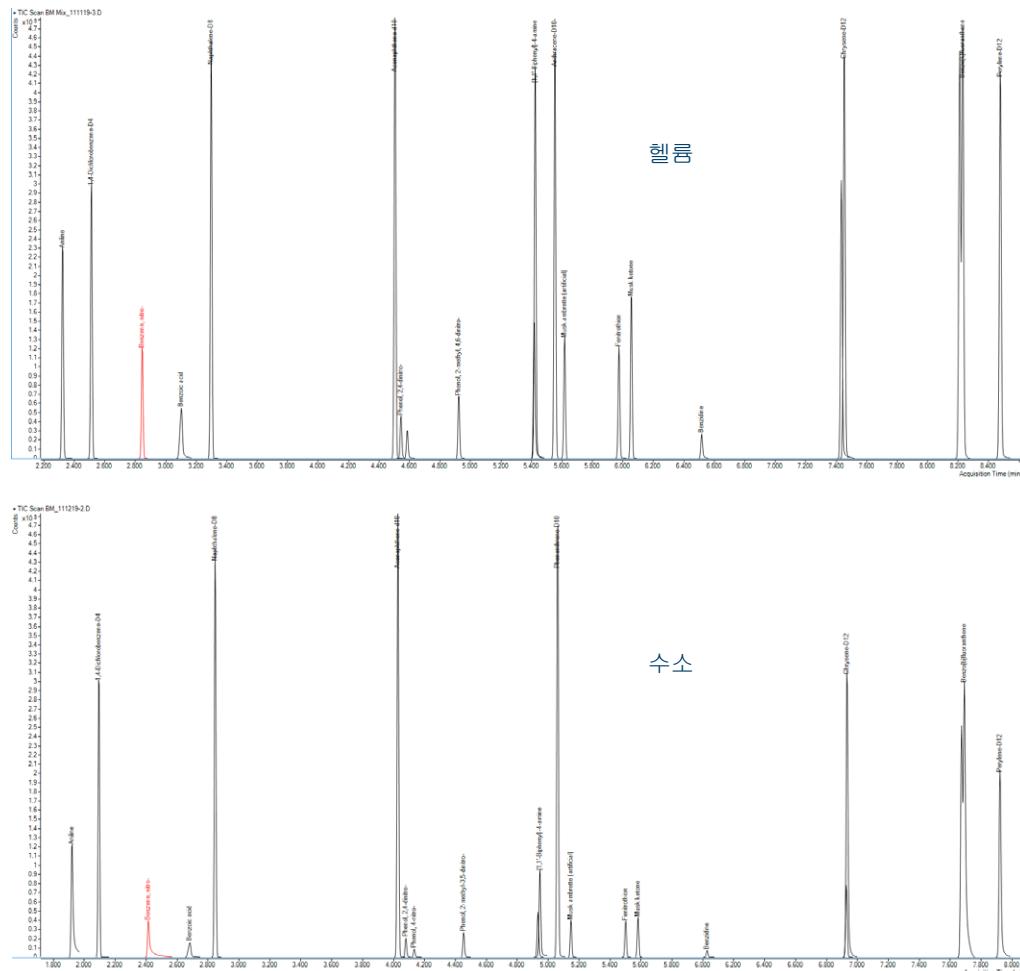


그림 16. 헬륨 운반 가스(상단) 및 수소 운반 가스(하단)에 대한 NIST 17 대비 라이브러리 일치 점수를 비교하기 위한 테스트 혼합물의 TIC 크로마토그램. 표 4에 화합물이 나열되어 있습니다.

표 4에는 그림 16의 테스트 혼합물에 대한 라이브러리 일치 점수(LMS)가 나와 있습니다. 스펙트럼은 스펙트럼 디콘볼루션으로 얻었으며 MassHunter Unknowns Analysis에서 NIST 17에 대해 검색되었습니다. 대부분의 화합물의 경우 LMS 값은 두 운반 가스 모두 비슷합니다.

표 4에 설명된 바와 같이 3mm 불활성 추출기는 헬륨에서 효과적이지만, 21개 화합물 중 11개는 수소 사용 시 감소된 LMS 값을 나타냅니다. 9mm 불활성 추출기는 이를 크게 개선하여, 21개 화합물 중 2개만이 수소 사용 시 크게 감소된 LMS 값을 나타냈습니다. 9mm Hydrolnert는 특히 니트로벤젠과 벤지딘의 경우에 수소 사용 시 전체적으로 최고의 LMS를 제공합니다.

표 4 그림 16의 테스트 혼합물에 대한 라이브러리 일치 점수(LMS).

분석물질	He를 사용한 3mm 추출기 (LMS)	H ₂ 를 사용한 3mm 추출기(LMS)	H ₂ 를 사용한 9mm 추출기(LMS)	H ₂ 를 사용한 9mm Hydrolnert (LMS)
Aniline	98.6	92.3	98.2	97.7
1,4-Dichlorobenzene-d4	96.7	94.7	98.9	97.5
Nitrobenzene	95.7	68.1	63.3	94.3
Benzoic acid	93.3	87.7	95.2	97.2
Naphthalene-d8	96.9	93.9	97.4	97.6
Acenaphthene-d10	98.3	97.3	98.5	97.8
2,4-Dinitrophenol	95.6	90.6	95.4	94.8
4-Nitrophenol	89.5	83.1	90.5	94.8
4,6-Dinitro-2-methylphenol	94.3	93.6	95.2	95.7
Pentachlorophenol	90.7	85.4	85.5	89.1
4-Aminobiphenyl	96.9	95.8	97.1	97.9
Phenanthrene-d10	97.7	93.3	96.7	97.2
Musk ambrette	86.6	86.3	89.0	89.5
Fenitrothion	95.6	88.3	94.3	97.0
Musk ketone	95.8	89.8	94.4	98.2
Benzidine	92.6	70.1	83.5	97.5
3,3'-Dichlorobenzidine	97.3	89.8	95.8	95.3
Chrysene-d12	96.0	84.8	95.2	93.5
Benzo[b]fluoranthene	97.8	70.1	97.7	98.4
Benzo[k]fluoranthene	97.8	96.8	97.7	98.4
Perylene-d12	94.4	79.4	98.2	93.1

기타 고려사항

다음은 수소 운반 가스로 전환할 때 고려해야 할 사항들입니다.

- 수소는 불활성 가스가 아니므로 불활성 문제가 여전히 존재하거나 더 악화될 수 있습니다.
- 가능한 범위 내에서 가장 낮은 주입구 온도를 사용합니다(수소와의 반응을 줄이기 위해).
- 특히 구경이 작은 컬럼의 경우에 펠스 주입을 사용합니다.
- 취약한 화합물의 경우 저온 비분할 모드에서 MMI를 사용하는 것이 좋습니다.
- 옵션으로 비활성화된 분할/비분할 용접물을 사용하면 주입구 반응을 줄이는 데 도움이 될 수 있습니다.
- 염화메틸렌을 용매(특히 습식)로 사용하지 마십시오. 높은 주입구 온도(예: >280°C)에서 HCl이 형성되어 문제를 일으킵니다.
 - 꼭 사용해야 한다면 가장 낮은 주입구 온도, 비활성화된 SSL 용접물 옵션 또는 시작 온도가 200°C인 MMI 주입구를 사용하십시오.
- 이황화탄소를 용매로 사용하지 마십시오.
- 골드 씰과 시료의 접촉을 최소화하기 위해 바닥에 테이퍼가 있는 라이너를 사용합니다.
- 골드 씰과 시료의 접촉을 최소화하기 위해 주입구에 컬럼을 충분히 높게 설치합니다.
- Agilent Ultra Inert 주입구 라이너를 사용합니다.
- 일반적으로, 수소 운반 가스를 사용하면 필라멘트의 수명이 짧아지므로 여분을 준비해둡니다.
- 수소의 세척 작용으로 인해 소스 세척의 빈도가 훨씬 줄어들 수 있습니다.

요약

많은 GC/MS 응용 분야에서 운반 가스를 헬륨에서 수소로 안전하게 대체할 수 있습니다. 이를 위해 가스 배관, 기기 하드웨어, 소모품, 시료 준비 및 분석법 파라미터를 변경해야 하는 경우가 많습니다. 이 문서에서 논의한 바와 같이 성공적인 전환을 위해 해결해야 할 몇 가지 문제들이 있습니다.

www.agilent.com

DE62735898

© Agilent Technologies, Inc. 2020, 2022

2022년 10월, 제2판



5994-2312KO

