

환경화학-5 A Study on Capillary Column Ion Chromatography

김호현¹, 표동진²

¹(재)서울의과학연구소, ²강원대학교 화학과

1. 서론

미량 환경오염물질들을 이온 크로마토그래피로 분석할 때에 한가지 어려운 점은 환경오염물질들이 자연계에 워낙 미량으로 존재하기 때문에 오랜시간, 많은 부피의 시료채취가 필요하다. 따라서 종전의 사용화된 분석컬럼보다 모세관컬럼을 사용하게되면 종전의 사용화된 분석컬럼을 사용할 때보다 필요한 시료의 양이 1/100 - 1/1000로 줄어들게 된다. 그러므로 미량으로 존재하는 환경오염물질 분석을 위해서 모세관 컬럼을 사용하는 이온 크로마토그래피가 개발된다면 종래의 이온 크로마토그래피보다 큰 이점들을 갖게 될 것이다. 이러한 이점들로는 적은 양의 시료로도 분석이 가능하고(Y.Hirata et. al., 1988), 분리효율이 향상되고(M.L.Lee et. al., 1987), 훨씬 작은 양의 용매 사용(T.Saito et. al., 1989) 등을 들 수 있다. 고성능 액체 크로마토그래피에서는 이미 이러한 작은 내경의 모세관 컬럼이 여러 번 사용되어 졌으며(G.Liu et. al., 1992), 이에 대한 이론적인 연구와(J.H.Knox et. al., 1980) 아울러 실제 여러시료에 대해 적용되어 졌다(G.Herbut et. al., 1991). 하지만 이온 크로마토그래피에서는 아직 이러한 시도가 거의 이루어져 있지 않으며 초보적인 실험데이터만을 찾아 볼 수 있는 실정이다. 따라서 본 연구에서는 수질오염물질 및 대기오염물질의 정성 및 정량분석에 모세관 컬럼 이온크로마토그래피를 개발하여 활용하고자 하였다.

2. 재료 및 실험 방법

이온 크로마토그래피에 모세관 컬럼을 개발하여 사용하기 위해서는 부가적으로 용리액을 공급하는 펌프, 시료를 주입하는 시료주입기, 용리액의 전도도를 낮춰주고 시료의 전도도를 높여주는 역압장치 그리고 분리되어 나온 시료를 검출하는 검출기 등을 모두 적은 부피를 다룰 수 있는 구조로 바꾸어 주어야 한다. 그러므로 본 실험은 모세관 컬럼을 개발하기에 앞서 모세관 컬럼용 전도도셀과 역압장치를 개발하였고 그 다음으로 이온 크로마토그래피용 모세관 컬럼을 개발하였다. 개발한 모세관 컬럼은 packed capillary 컬럼과 open tubular capillary 컬럼 두 가지 형태로 개발하였다.

전도도 셀은 두 개의 백금피하주사 바늘을 약 10mm 길이의 PTFE 튜브속으로 삽입시킨 후, 두 전극간의 간격이 2 μ m 정도 되게한 뒤 epoxy glue로 겹을 둘러싸 고정시킴으로서 완성하였다. 그리고 역압장치는 양이온 교환막인 Nafion 튜브를 길이가 10mm가 되게하여 PTFE 튜브에 삽입시킨뒤, 이를 다시 두 개의 1/16인치 thread T fitting안에 넣어 제작하였다. 이온 크로마토그래피용 packed capillary 컬럼은 RSL-300 fused silica capillary 컬럼에 이온교환체를 초임계 유체 이산화탄소 슬러리법으로 충전하여 제작하였다. 그리고 open tubular capillary 컬럼은 50 μ m i.d. fused silica capillary 컬럼 내벽에 DMECHA latex particles를 붙여 제작하였다.

3. 결과 및 고찰

모세관 컬럼을 개발하기 앞서 전도도 셀과 역압장치를 개발하였다. 전도도 셀은 두 개의 백금 피하주사 바늘의 간격이 $0.2\mu\text{m}$ 일 때 최적의 조건을 나타내었고, 역압장치는 Nafion 튜브의 길이가 10mm일 때 최적조건을 나타내었다. 그리고 packed capillary 컬럼의 최적조건은 용리액의 농도, 용리액의 유속, 컬럼의 길이 그리고 충전제의 팩킹압력 등을 변화시켜가며 결정하였으며, open tubular capillary 컬럼에서는 컬럼의 길이, 용리액의 유속, 용리액의 농도, 온도 등을 변화시켜가며 최적조건을 결정하였다. 이렇게 하여 얻은 최적조건으로 packed capillary 컬럼의 경우 용리액의 농도 1.75mM $\text{Na}_2\text{CO}_3/0.50\text{mM}$ NaHCO_3 , 용리액의 유속 $12\mu\text{L}/\text{min}$, 컬럼의 길이 80mm 그리고 충전제의 팩킹압력 4500psi이며, open tubular capillary 컬럼의 경우 3.5m 컬럼에 유속 $5\mu\text{L}/\text{min}$, 용리액 농도 50mM NaOH 그리고 온도 30도이다. 이렇게 하여 얻은 최적조건들로 실제 시료를 분리한 결과 기존의 컬럼보다 좋은 효율을 보였다.

4. 요약

본 연구에서는 이온 크로마토그래피로 환경오염물질들을 분석하고자 할 때의 단점들을 해소하기 위하여 모세관 컬럼 이온 크로마토그래피를 개발하였다. 모세관 컬럼은 두 가지 형태로 개발하였는데 하나는 packed capillary 컬럼이며 다른 하나는 open tubular capillary 컬럼이다. 또한 위와 같이 모세관 컬럼을 개발하여 사용하게됨으로써, 부수적으로 펌프, 시료주입기, 역압장치 그리고 전도도 셀 등을 모두 적은 부피를 다룰 수 있는 구조로 바꾸어 주었다. 따라서 본 연구의 결과로 미량환경오염 물질의 분석에 모세관 컬럼 이온 크로마토그래피를 이용할 수 있는 가능성을 확인할 수 있었고, 나아가 이온 크로마토그래피의 소형화로 현장에서 직접 분리, 분석을 할 수 있으리라 기대된다.

참고문헌

- Hirata, Y., Nakata F. and Horihata, M., 1988, J. High resolute. Chromatogr. Chromatogr. Commun., 11, 81.
- Lee, M.L. and Markides K.E., 1987, Science, 235, 1342.
- Saito, T. and Takeuchi, M., 1989, 25A, 14.
- Liu, G., Djordjevic, N.M. and Erni, F., 1992, J. Chromatogr., 592, 239.
- Knox, J.H., 1980, J. Chromatogr. Sci., 18, 453.
- Herbut, G. and Kowalczyk, J.S., 1991, J. High resolute. Chromatogr. Chromatogr. Commun., 4, 27.