

# 7693A 시스템과 Easy SamplePrep 소프트웨어를 이용한 ASTM 분석법 D2887, D7213, D7398 및 D6352의 모의 증류 표준물질과 시료 전처리 자동화

## 저자

Roger L. Firor

Agilent Technologies, Inc.  
2850 Centerville Rd  
Wilmington, DE 19808  
USA

## 응용 자료

탄화수소 공정

## 개요

Agilent 7890A GC 시스템에 설치한 이중 타워 Agilent 7693A 및 트레이 시스템을 모의 증류(SimDis) 분석을 위한 탄화수소 검량 표준물질, 바탕 용매 및 석유 시료 전처리에 사용합니다. 전면 타워에는 5 $\mu$ L 시린지를, 후면 타워에는 250 $\mu$ L 시린지를 장착합니다. 또한, 가열 및 교반/바코드 판독기 기능을 갖춘 150개 시료 트레이를 사용합니다. ASTM D2887, D7213, D7398 및 D6352를 위한 시료 전처리 절차를 설명합니다. 온도 프로그래밍 분할 모드로 운용 가능한 멀티모드 주입구(MMI, G3510)를 모든 시료에 사용합니다. 온라인 시료 전처리 프로그램으로 다기능 ChemStation의 추가 소프트웨어 모듈인 Easy SamplePrep 소프트웨어를 구성하였습니다.

## 서론

다양한 모의 증류 분석법의 시료 및 검량 표준물질 전처리는 일반적으로 희석, 교반 및 가열이 필요한 수작업 과정입니다. 많은 절차에서 carbon disulfide와 같은 휘발성 독성 용매를 사용합니다. ASTM 분석법 D2887은 일반적인 시료 희석에 CS<sub>2</sub>를 사용하며, D6352는 polywax 검량 표준물질 전처리에 CS<sub>2</sub> 또는 toluene을 사용합니다. Agilent 7693A 타워 및 트레이 시스템의 자동화 기능은 시료의 가열, 교반 및 용매 추가를 지원합니다. 밀봉한 2mL 바이알에서의 제어된 가열 및 교반과 소량의 용매 사용으로 실험실의 안전을 향상합니다.



Agilent Technologies

## 실험

Agilent 7890A GC 시스템에 두 개의 Agilent 7693A 타워와 150개 시료 트레이를 설치하였습니다. 전면 타워는 표준 5 또는 10 $\mu$ L 시린지를 사용하며, 후면 타워는 250 $\mu$ L 시린지와 옵션인 대형 시린지 캐리지를 장착하였습니다. 시료 트레이 및 타워 터렛의 바이알 조작으로 시료 전처리 절차를 수행했습니다. 전면 타워로 시료를 주입했습니다. 온도 프로그래밍 분할 모드인 멀티모드 주입구(MMI)로 Agilent 7890A를 구성했습니다. 검출기는 FID였습니다. 다양한 구성의 기기 파라미터는 표 1과 같습니다.

## 토론

Easy SamplePrep 소프트웨어의 '드래그 앤 드롭' 아이콘 실행으로 시료 전처리 프로그램을 구성하는 다양한 옵션 또는 경로를 사용할 수 있습니다. 본 토론에서는 각 절차에서 사용 가능한 일반적인 솔루션 하나를 설명합니다. 각 단계 및 고급 시린지 설정에 대한 자세한 설명을 위해 스크린샷을 사용했습니다.

표 1. Agilent 7890A GC 시스템 SimDis 파라미터

### D2887 시스템

|     |   |
|-----|---|
| 컬럼  | 10m×0.53mm, 3.0 $\mu$ m DB-2887                             |
| 오븐  | 40°C(0분), @15°C/분으로 350°C까지(5분 유지)                          |
| 주입구 | 멀티모드(MMI), G3510, 100°C(0분), @ 250°C/분으로 340°C까지(실행 끝까지 유지) |
| 라이너 | Single taper with glass wool, No. 5183-4711                 |
| 분할비 | 4:1   |
| 유속  | 12mL/분, 일정 유속 모드  |

### D7213 및 D7398 시스템(Polywax 500 검량)

|         |  |
|---------|--|
| 컬럼      | 5m×0.53mm, 0.15 $\mu$ m DB-HT SimDis             |
| 오븐 프로그램 | 35°C(0분), @10°C/분으로 400°C까지(5분 유지)               |
| 주입구     | 멀티모드(MMI), 100°C(0분), @250°C/분으로 400°C까지(20분 유지) |
| 분할비     | 5:1  |
| 유속      | 14mL/분, 일정 유속 모드                                 |

### D6352를 위한 Agilent 7890A GC 시스템(Polywax 655 검량)

|         |  |
|---------|--|
| 컬럼      | 5m×0.53mm, 0.15 $\mu$ m DB-HT SimDis                 |
| 오븐 프로그램 | 35°C(0분), @10°C/분으로 435°C까지(2분 유지)                   |
| 주입구     | 멀티모드(MMI), 100°C(0분), @ 250°C/분으로 430°C까지(실행 끝까지 유지) |
| 분할비     | 5:1  |
| 유속      | 15mL/분, 일정 유속 모드                                     |

### Agilent 7693A 시스템

|                          |                                      |
|--------------------------|--------------------------------------|
| 전면 타워                    | 5 $\mu$ L 시린지, G4513A                |
| 후면 타워                    | 250 $\mu$ L 시린지, G4521A 시린지 캐리지      |
| 트레이                      | 150개 시료 용량(가열/교반/바코드 판독기 포함), G4520A |
| ChemStation              | B.04.02 SP1                          |
| 시료 전처리                   | G7300AA, Easy SamplePrep             |
| Agilent 7890A GC 시스템 펌웨어 | A.01.10.3 버전 또는 그 이상                 |

### 표준물질 및 바이알

검량 혼합물, C5~C40, No. 5080-8716

검량 혼합물, C5~C18, No. 5080-8768

RGO, No. 5060-9086

PW500, No. 5188-5316

PW655, No. 5188-5317

Empty vials with 100  $\mu$ L inserts, No. 5188-6592

### 모의 종류 소프트웨어

G2887BA

그림 1과 같이, 사용자 정의 트레이 위치에 2mL 바이알 리소스를 배치합니다. 이는 분석법 D2887, D7213, D6352 및 D7398에 필요한 리소스입니다. Polywax 표준물질은 전면 타워로 주입할 때, 일반적으로 '시료(전면)' 바이알로 달리 취급합니다. 리소스 바이알은 추출한 최대 부피 또는 허용한 사용 횟수까지 사용하도록 지정합니다. 특정 화학 물질 취급을 위한 추출 및 분주 속도와 같은 적절한 시린지 세부 정보가 설정되었는지 확인해야 합니다. CS<sub>2</sub> 사용을 위한 고급 설정 예시는 그림 2와 같습니다.

D2887 설정의 일반적인 시료 전처리 프로그램(바탕, 검량 및 기준 가스 오일)은 각각 특정 시료 전처리 및 주입에 대한 세 가지 분석법의 시퀀스로 구성되어 있습니다. 시퀀스 예시는 그림 3과 같습니다. 이는 일반 분석을 위한 시스템 설정 및 검증에 필요한 바탕, 검량 표준물질 및 기준 가스 오일(RGO) 시료의 전처리를 보여줍니다.

분석법 CS2 BLANK, C5C40 CAL 2887 및 RGO 2887에 사용한 Easy SamplePrep 프로그램은 그림 4, 5 및 6에 각각 나타나 있습니다. 각 분석법의 적분 파라미터는 서로 다르므로, 시퀀스에서 세 가지 분석법을 사용하는 것이 편리합니다.

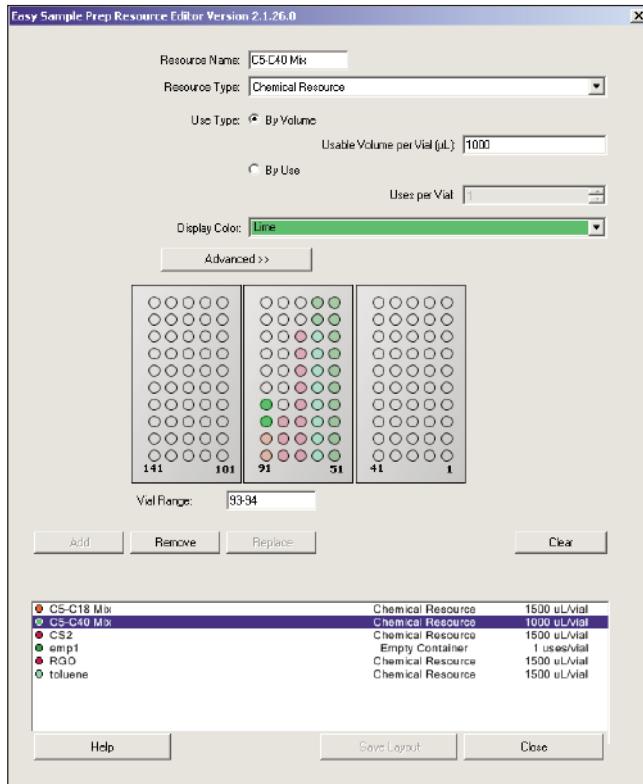


그림 1. 다양한 모의 종류 절차의 리소스 배치 예시. 각 리소스에 고유한 색상을 부여합니다.

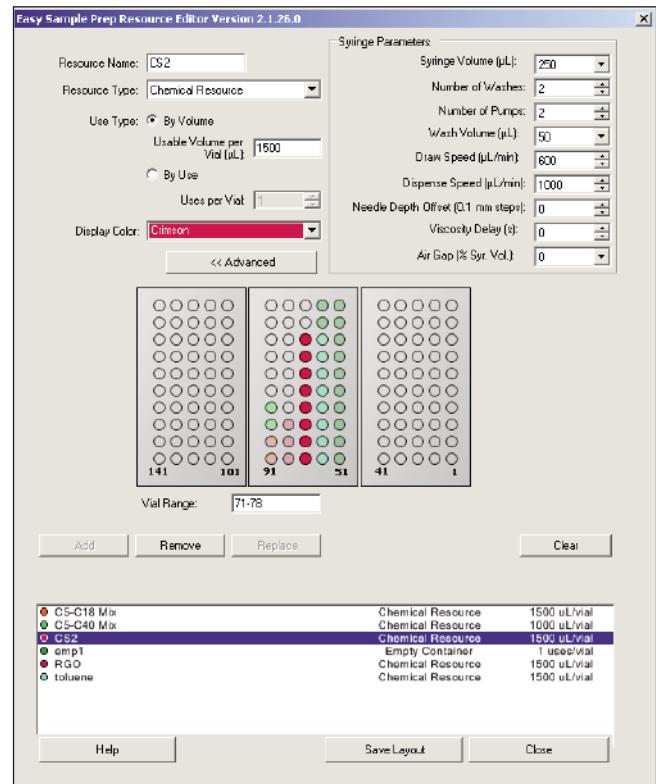


그림 2. 화학적 리소스 CS2에 대한 고급 파라미터(상단 우측 상자)

| Line | Vial | Sample Name | Method Name    | Inj/Vial | Sample Type |
|------|------|-------------|----------------|----------|-------------|
| 1    | 1    | blank       | CS2 BLANK      | 2        | Sample      |
| 2    | 1    | C5C40       | C5C40 CAL 2887 | 1        | Sample      |
| 3    | 1    | RGO         | RGO 2887       | 1        | Sample      |

그림 3. D2887 설정 시퀀스. 각 분석법은 적절한 EasySample Prep 절차를 포함합니다.

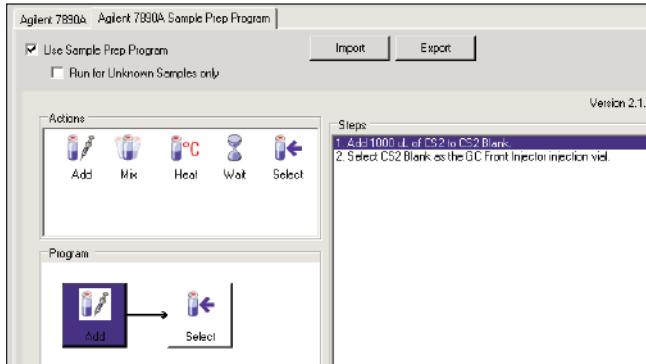


그림 4. CS<sub>2</sub> 바탕 전처리를 위한 Easy Sample Prep 프로그램. 빈 트레이 바이알에 이름 'CS2 Blank'를 부여합니다. Select 아이콘은 전처리한 바이알을 주입해야 함을 나타냅니다.

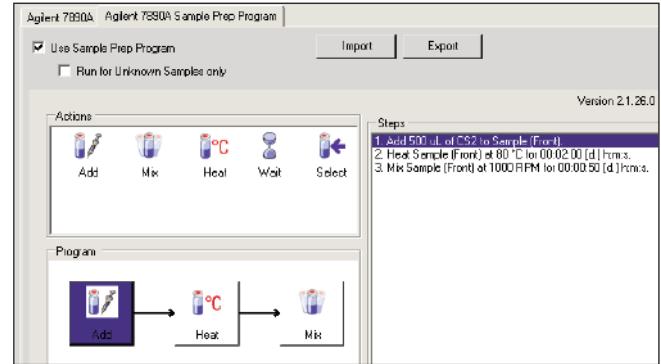


그림 5. C5~C40 검량 혼합물의 전처리 및 주입에 대한 Easy Sample Prep 프로그램. '시료 [전면]' 라벨은 전면 타워의 시퀀스 바이알을 지칭합니다.

**A**

**B**

**C**

| Resource Name | Resource Type     | Uses/Vial | Vial Ran |
|---------------|-------------------|-----------|----------|
| CS18 Mix      | Chemical Resource | 10        | 91-100   |
| Empty         | Empty Container   | 1         | 41-42    |

| Resource Name | Resource Type     | Usable Volume/Vial |
|---------------|-------------------|--------------------|
| CS2           | Chemical Resource | 1500               |
| RGO           | Chemical Resource | 500                |
| Toluene       | Chemical Resource | 1500               |

그림 6a. RGO의 전처리 및 주입을 위한 Easy Sample Prep 프로그램. 'Add' 단계 동안 빈 트레이 바이알(비어 있음)에 이름 'RGO Dilute'를 부여하고 Prep 후 주입하도록 선택합니다. 'Selected' 바이알은 시퀀스 태이블에 주어진 바이알 번호보다 우선됩니다.

그림 6b. RGO 및 바이알 이름 부여 단계를 추가합니다.

그림 6c. RGO 바이알// carbon disulfide를 참가합니다.

시퀀스가 완료되면, 전처리한 바이알 세 개를 모두 주입하여 모의 종류 소프트웨어 분석을 위한 데이터 파일을 생성합니다. 두 개의 바탕이 동일한지 확인하기 위한 실행을 해야 하며 그렇지 않으면, 바탕을 추가 실행해야 합니다. 대체 설정으로, 검량 및 전처리한 RGO와 바탕 바이알에 100 $\mu$ L 인서트를 장착하여 절차에서 사용하는 용매 및 리소스 양을 최소화합니다. 이 인서트를 사용할 경우, 교반 속도를 대략 500rpm으로 제한하여 인서트를 넘쳐 2mL 바이알 하단으로 액체의 '누출'을 방지합니다.

각 바이알 추가 시, 오염 또는 교차 오염 방지를 위해 프로그램에 실린지 세척을 포함하는 것이 중요합니다. 그림 7은 설정 예시입니다.

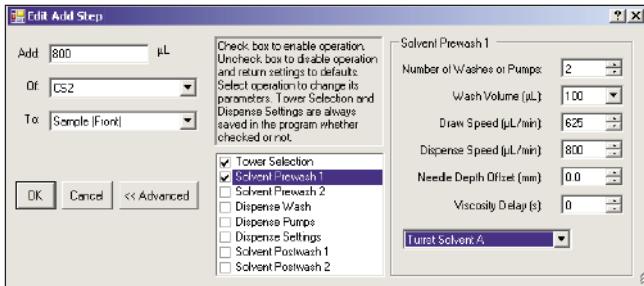


그림 7. 타워 A 터렛의 용매 세척 바이알 1(5mL) 사용 예시

고온 SimDis 분석법의 polywax 표준물질 전처리는 낮은 수용성으로 어려울 수 있습니다. 일반적으로 CS<sub>2</sub> 및 toluene과 같은 용매를 사용합니다. 주입 직전, 용매/polywax 바이알을 가열합니다. Agilent 7693A 타워 및 트레이 시스템으로 전체 절차를 자동화할 수 있습니다. Polywax 655의 기본 절차는 다음과 같습니다.

- 2mL 바이알 및 씰에 polywax 500 약 80 ~ 100mg을 수동으로 담습니다.
- Polywax 바이알에 toluene 1.5mL을 첨가합니다.
- Polywax-toluene 바이알에 C5~C18 10 $\mu$ L를 첨가합니다.
- 바이알을 교반합니다.
- 80°C에서 4분간 바이알을 가열합니다.
- 트레이로 돌아갑니다.
- 코어 ChemStation 분석법에서 주입/트레이 파라미터를 설정하여 주입 직전, 마지막으로 한번 더 가열합니다.

그림 8은 상기 단계를 자동화하는 이중 타워/트레이 시스템을 이용한 기본 전처리 절차입니다. 유일한 수작업 단계는 바이알 1에 고체 polywax 500을 첨가하는 것입니다(시료 전면). 이 절차는 D7213 SimDis 및 D7398에 적용됩니다 (Fatty Acid Methyl Ester 끓는 범위 분포).

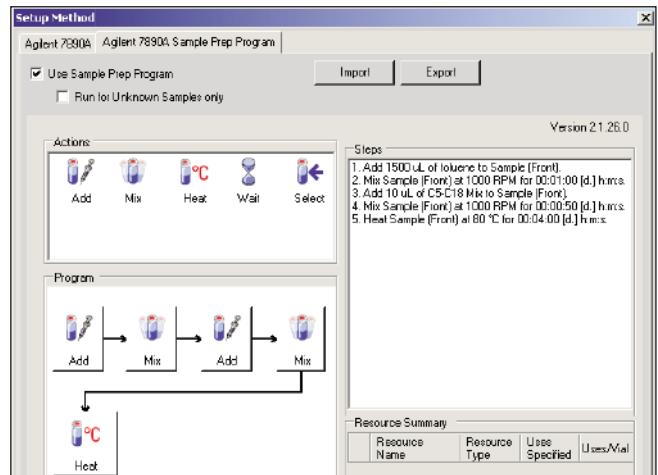


그림 8. Polywax 500 전처리 절차

전처리한 PW500 바이알(바이알 1) 주입 결과 크로마토그램은 그림 9와 같습니다. C80의 양호한 분리능을 보이는 폴리에틸렌 조각의 대칭 분포입니다.

Polywax 655의 전처리 프로그램은 일반 용해 시 가열 시간이 6분 연장된다는 점을 제외하고, 상기에 명시한 PW500과 기본적으로 동일합니다. 주입 전, 전처리한 바이알을 추가로 3분간 가열합니다. 이러한 두 번째 가열 단계 파라미터는 코어 ChemStation 주입 파라미터 메뉴 항목에서 설정합니다. 그림 10의 크로마토그램은 자동 절차의 일부인 소량 ( $5\mu\text{L}$ )의  $\text{C}_5\sim\text{C}_{18}$  혼합물을 PW655/toluene 용매에 첨가한 것입니다. 이렇게 하면, C12에서 검량을 시작할 수 있습니다.

온도 프로그래밍 분할 모드로 설정한 멀티모드 주입구로 크로마토그램을 생성했습니다. C110까지 폴리에틸렌 조각의 양호한 해상도는 그림 11과 같습니다. 상세 확인을 위해 크로마토그램의 마지막 5분을 확대합니다. C110까지 이러한 상세 정보를 생성하는 것은 어떠한 크로마토그래피 시스템에서도 매우 어려운 작업입니다.

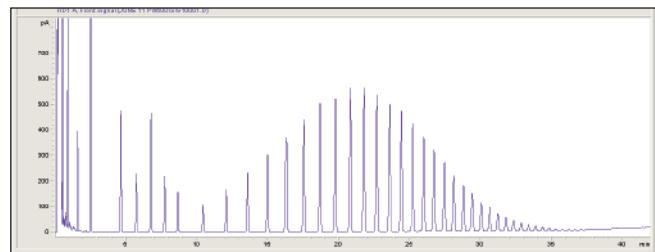


그림 9.  $\text{C}5\sim\text{C}18$ 을 첨가한 Polywax 500. 멀티모드 주입구,  $2.5\mu\text{L}$  주입

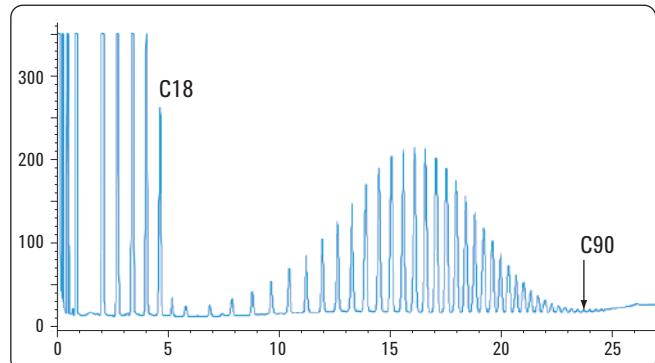


그림 10. PW 655 크로마토그램

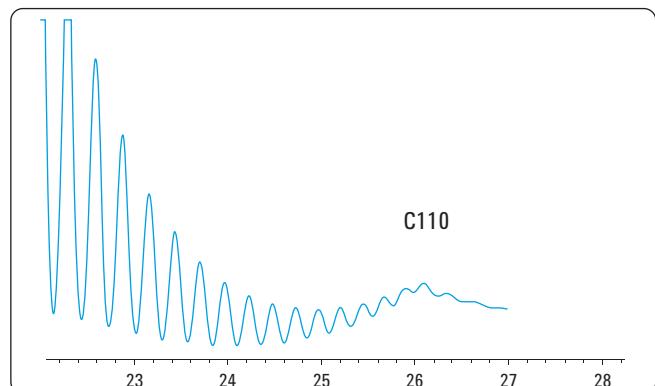


그림 11. C110까지의 Polywax 655. 멀티모드 주입구 프로그램:  
150°C(0분), @ $200^\circ\text{C}/\text{분}$ 으로  $430^\circ\text{C}$ 까지(실행 끝까지 유지).  
7890A 오븐:  $40^\circ\text{C}(0\text{분})$ , @ $15^\circ\text{C}/\text{분}$ 으로  $430^\circ\text{C}$ 까지(5분 유지).  $3\mu\text{L}$  주입. Toluene 용매 사용

중질 감압 경유(HVGO) 시료 희석의 시료 전처리 단계 재현성은 그림 12와 같습니다. 시료 희석에 carbon disulfide를 사용합니다. 트레이 바이알 1은 원액 HVGO 시료이며, 이 시료는 2mL 바이알에 오일 0.5g을 수동으로 첨가하여 전처리했습니다. 이 물질은 점성이 매우 커서 희석 없이 시린지로 빨아들일 수 없습니다. 이 프로그램은 주입 전, 완전 자동 희석을 수행합니다(그림 13).

## 요약

석유 및 연료 시료에 일반적으로 사용하는 어려운 시료 전처리 절차를 Agilent 7693A 타워 및 트레이 시스템으로 쉽게 자동화할 수 있습니다. 이 시스템은 Agilent 7890A GC 시스템과 Agilent 6890N 네트워크, A 및 Plus 모델 GC 시스템과 사용할 수 있으며, 다기능 ChemStation의 Easy SamplePrep 추가 소프트웨어를 사용합니다. 이 시스템은 고온 분석법을 사용하는 polywax 검량 시료 전처리에 특히 적합합니다. 아이콘 기반 명령어 조합으로 교반, 고체 용해, 희석, 가열, 점도 감소 및 내부 표준물질 추가와 같은 작업을 쉽게 수행합니다. CS<sub>2</sub>와 같은 독성 용매에의 사용자 접촉을 크게 줄입니다. 소프트웨어로 사용한 리소스를 모니터링하고, 필요 시 리소스 테이블에 배치된 사용 가능한 다음 리소스 바이알로 이동합니다.

멀티모드 주입구의 사용으로 크로마토그래피 성능을 향상 합니다. 기본 분할 주입 라이너의 사용으로, 다양한 휘발성 시료에 대한 최소한의 차이 식별과 교차 오염 없이 양호한 시료 용량을 가집니다. 이 작업을 위해 온도 프로그래밍 분할 모드로 주입구를 사용했습니다. 극저온 냉각은 사용하지 않았으나, 주입구 냉각 시간 감소를 위해 필요 시 옵션인 이산화탄소 극저온 기능을 사용할 수 있습니다.

여기에서 기술한 시료 전처리 절차는 주어진 작업을 완료하는 한 가지 방법만을 나타냅니다. 시스템의 아이콘 기반 명령어를 사용하여, 다양한 변수로 동일한 최종 결과를 도출합니다.

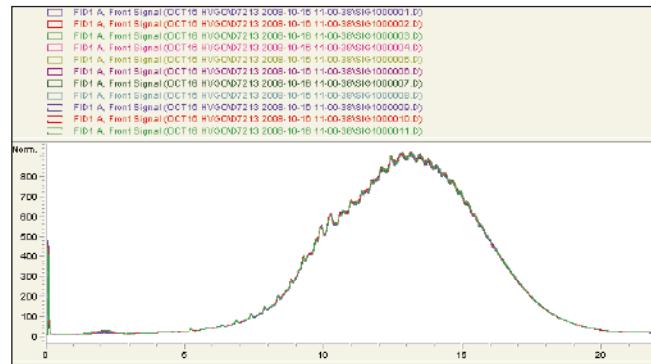


그림 12. Easy Sample Prep 프로그램으로 각각 전처리한 HVGO의 11회 실행 오버레이

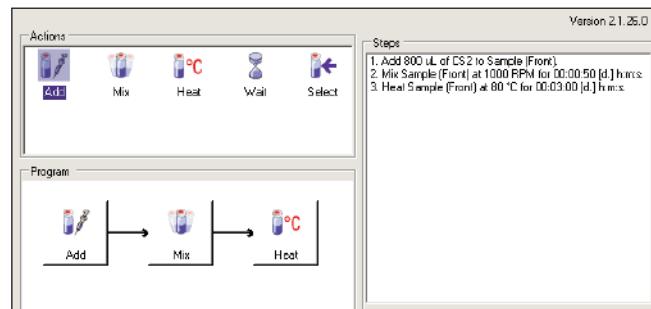


그림 13. 주입을 위한 HVGO 전처리. CS<sub>2</sub> 용매 사용

## 참고 문헌

1. Roger L. Firor, "Automated Preparation of Simulated Distillation Samples for ASTM Methods D2887, D7213, D7398, and D6352 using a Dual Tower 7693A and Tray System", April 2009, Agilent Technologies publication 5990-3778EN.

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

애질런트는 이 문서에 포함된 오류나 이 문서의 제공, 이행 또는 사용과 관련하여 발생한 부수적인 또는 결과적인 손해에 대해 책임을 지지 않습니다.

이 발행물의 정보, 설명 및 사양은 사전 공지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc., 2010  
2010년 7월 29일  
한국에서 인쇄  
5990-6132KO

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)



**Agilent Technologies**