

황화학발광 검출기를 이용한 propylene 내 sulfur 성분의 GC 분석

응용 자료

탄화수소 공정

저자

Helena Jacobse
Agilent Technologies
Herculesweg 8
4338 PL Middelburg
The Netherlands

개요

Agilent J&W Select Low Sulfur 컬럼은 매질 간섭 없이 C3 탄화수소 스트림의 극미량 표적 성분을 측정합니다.

서론

Hydrogen sulfide(H_2S), carbonyl sulfide(COS) 및 methyl mercaptan(CH_3SH)은 경질 탄화수소 스트림의 일반적인 성분입니다. 이들 성분의 부식성 및 독성으로 파이프와 장비가 손상될 수 있습니다. 중간 생성물과 최종 제품의 휘발성 sulfur 화합물에 의한 원치 않는 냄새 방출은 심각한 경제 및 환경적 영향을 미칩니다. 또한, sulfur의 존재는 산업 공정 성능에 영향을 주어, 원치 않는 화학 반응, 촉매 활성 손실(촉매 독) 및 결과적으로 낮은 수율의 원인이 됩니다.

이러한 sulfur 성분은 저농도 ppb 수준으로 정량해야만 합니다. Sulfur 성분은 황화학발광 검출기(SCD)와 같은 sulfur 특정 검출 장치로 측정할 수 있으나, 원하는 저농도 ppb 검출 한계를 달성하려면 많은 양의 시료가 필요합니다. 이것은 대부분의 sulfur 특정 검출기에서 매질 과부하 및 퀼칭(quenching) 효과(바탕 간섭으로 인한 신호/감도 저하)를 만들어 검출기의 감도 및 직선성을 제한하고 정량 한계를 높입니다. 캐필러리 PLOT 컬럼인 새로운 고정상이 있는 Agilent J&W Select Low Sulfur 컬럼은 경질 탄화수소 C3 매질의 H_2S , COS 및 CH_3SH 와 같은 sulfur 분석을 위해 개발되었습니다. 이 컬럼은 높은 로딩 성능과 고유한 선택성으로 sulfur와 매질 성분에 대한 베이스라인 분리능을 제공합니다.



Agilent Technologies

실험

기술:	GC-SCD
컬럼:	Agilent J&W Select Low Sulfur, 60m×0.32mm (p/n CP8575)
오븐:	65°C에서 4분 유지, 30°C/분으로 120°C까지, 5분 유지
운반 가스:	헬륨, 일정 유속 2.0mL/분
주입기:	200°C, 분할비 1:10
검출기:	SCD, 200°C
시료:	Propylene 매질은 ~300 ppb H ₂ S 및 CH ₃ SH, ~500 ppb COS 포함
주입량:	1mL
주입:	가스 샘플링 밸브

결과 및 토의

고정상은 다양한 C3 탄화수소 매질의 H₂S, COS 및 저농도 mercaptan에 대한 우수한 선택성을 보여줍니다. 따라서, “퀀칭”의 원인인 sulfur 성분과 매질의 동시 용리를 방지합니다.

이 시스템에는 가스 샘플링 밸브가 장착되어 있습니다. 가스 샘플링 밸브 이벤트 테이블은 표 1에 나와 있습니다. 검출기 설정은 표 2와 같습니다.

표 1. 가스 샘플링 밸브 이벤트 테이블

시간(분)	가스 샘플링 밸브
초기	채우기
0.01	주입
1.00	채우기

표 2. 검출기 SCD 설정

SCD 설정	
버너 온도	800°C
버너 진공	370torr
반응기 수소 유속	40mL/분
반응기 공기 유속	65mL/분
감쇠	1
오존 공기압	5psig

그림 1은 propylene 매질의 sulfur 화합물인 H₂S, COS 및 CH₃SH의 크로마토그램입니다. Methyl mercaptan은 다양한 propylene 매질로 인한 컬럼 과부하로 피크 넓어짐 현상을 보입니다. Propylene 매질은 COS와 methyl mercaptan 사이에서 용리됩니다.

결론

SCD와 같은 sulfur 특정 검출기를 장착한 GC와 Agilent J&W Select Low Sulfur의 사용으로 sulfur 화합물과 매질의 우수한 분리 결과로서 propylene 매질의 극미량

H₂S, COS and CH₃SH in Propylene matrix

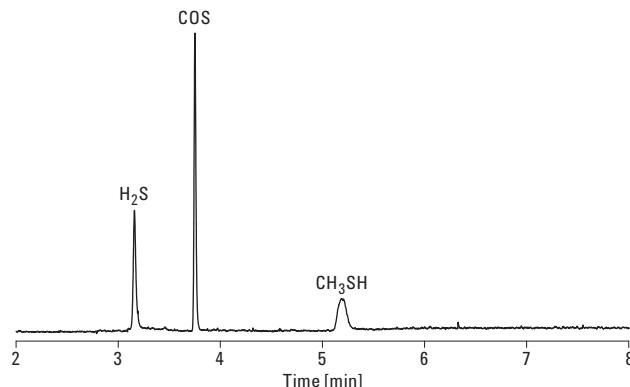


그림 1. GC-SCD와 Agilent J&W Select Low Sulfur를 이용한 propylene 매질의 H₂S, COS 및 CH₃SH 크로마토그램

H₂S, COS 및 CH₃SH를 검출할 수 있습니다. Sulfur 성분에서의 매질 분리로 매질에 의한 “퀀칭” 효과를 제거하였습니다. 이것은 sulfur 화합물에 대한 보다 우수한 감응을 제공합니다. 이 컬럼은 20ppb의 검출을 가능하게 하는 H₂S와 같은 활성 sulfur 화합물에 대한 우수한 감응을 제공합니다.

이것은 PLOT 컬럼이지만, 컬럼에서 입자가 떨어지지 않아 스파이크는 관찰되지 않습니다. 따라서, 스위칭 밸브와 함께 안전하게 사용할 수 있습니다.

참고 문헌

1. W. Wardencki (1998) Review “Problems with the determination of environmental sulphur compounds by gas chromatography.” J. Chromatog. A. 793: 1-19.
2. Roger L. Firor and Bruce D. Quimby, “Comparison of Sulfur Selective Detectors for Low-Level Analysis in Gaseous Streams,” Agilent Technologies publication 5988-2426EN.

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 12월 20일
한국에서 인쇄
5990-6989KO

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



Agilent Technologies