

## 애질런트 공정용 Micro GC를 이용한 액화 에탄 생성물 분석

### 응용 자료

Micro 가스 크로마토그래피, 석유화학 분석, 탄화수소 분석

### 저자

Serge Syz

QC LAB Inc.

Calgary, Canada

Remko van Loon

Agilent Technologies, Inc.

Middelburg, the Netherlands



### 개요

본 응용 자료는 액화 에탄 생성물 분석을 위한 Agilent 490-PRO Micro GC의 사용법을 설명합니다. 에탄 스트림 분석은 질소, 메탄, 이산화탄소, 에탄 및 프로판의 검출 및 황화수소와 메탄올의 극미량 검출을 포함합니다. 490-PRO micro GC는 단일 컬럼 채널을 이용하여 180초 동안 모든 관심 성분을 분석합니다. 결과는 온-보드 데이터 처리 및 계산 모듈에 의해 계산되어 공장 처리 및 파이프라인 작동 시스템으로 전달됩니다.



**Agilent Technologies**

## 서론

캐나다 앨버타주의 에탄 생성물은 그 주의 가스 처리 시설에서 수집되며 Ft. Saskatchewan에 있는 Dow Chemical과 Joffre에 있는 Nova 두 석유화학 시설로 보냅니다. 파이프라인 시스템의 수송량은 하루에 32만 배럴이며, 파이프라인의 길이는 1,300km 이상입니다. 파이프라인 사양에서는 황화수소 60ppm 및 메탄올 1,000ppm의 농도 한계를 요구합니다. 황화수소의 강한 부식성으로, 이러한 제한이 요구됩니다. 메탄올 한계는 수용 설비의 촉매 보호를 위해 존재합니다.

490 Micro GC는 광범위한 가스 시료를 빠르고 정확하게 분석하기 위해 설계되었습니다. 이 시스템은 최대 네 개의 독립적으로 제어되는 크로마토그래피 채널을 수용할 수 있습니다. 각 채널은 완전한 소형 가스 크로마토그래프로 MEMS 기반 주입기, 열 전도도 검출기 및 좁은 내경의 분석 컬럼을 포함합니다. 이러한 구성으로 보다 빠르고 정확한 의사 결정을 위해, 분(min)이 아닌 초(sec) 단위로 결과를 얻을 수 있습니다.

## 기기 구성 및 시료 정보

10m PoraPLOT Q 컬럼 채널을 장착한 490-PRO Micro GC는 에탄 스트림의 모든 관심 화합물 분석에 사용합니다. 표 1은 기기 설정 개요입니다.

시스템 구성 부품으로 설계된 490-PRO Micro GC는 데이터 및 결과 생성을 위해 크로마토그래피 데이터 시스템과 연결할 필요가 없습니다. 온보드 데이터 수집, 피크 적분, 결과 계산 및 생성 기능이 있습니다. 강력한 PROstation 설정 도구는 490-PRO Micro GC의 분석법 파라미터 프로그래밍에 사용되었습니다. 설정 후, PROstation 연결은 종료되고, 사용자 정의 분석 결과 및 정보가 무인으로 외부 시스템에 자동 전달되었습니다.

서로 다른 시료 스트림 3개, 생성물 스트림 2개 및 검량 혼합물 1개를 490-PRO Micro GC에 연결하였습니다. 이 구성은 계획한 전자동 검량 검증 또는 필요 시 기기 재검량을 특징으로 합니다.

QC LAB Inc.가 설계한 샘플링 시스템은 시료 기화기와 다중 필터 단계(coalescer 및 genie 멤브레인)를 포함합니다. 20년 이상, 캐나다 가스 처리 산업에서 QC LAB Inc.는 Agilent Micro GC 기기 및 서비스를 입증해 왔습니다. 기화기는 Micro GC의 응용 범위를 액화 가스 스트림(LNG 및 LPG)으로 확장합니다. 또한, 기화기는 시료 압력이 1bar 과압의 Micro GC 주입구 최대치를 초과하지 않도록 보장합니다. Coalescer 및 genie 멤브레인 필터는 490 Micro GC 유입 전, 시료 스트림의 물방울과 입자를 제거합니다. 그림 1은 필터 구성 사진입니다.

표 1. Micro GC 기기 설정

| PoraPLOT Q, 10m |                    |
|-----------------|--------------------|
| 컬럼 온도           | 80°C               |
| 운반 가스           | 헬륨, 15psi(~103kPa) |
| 주입 시간           | 80msec             |
| 검출기 감도          | 자동 범위 조정           |
| 시료 라인 온도        | 60°C               |
| 샘플링 시간          | 20초                |

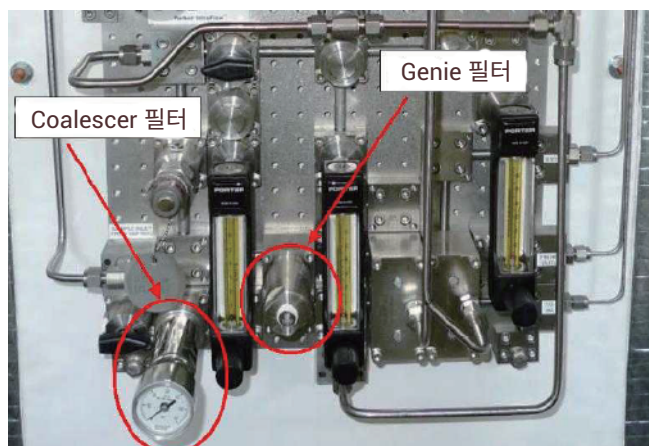


그림 1. Coalescer 및 genie 멤브레인 필터를 장착한 샘플링 시스템

## 결과 및 토의

### 에탄 조성 및 불순물 분석을 위한 단일 분석

하나의 10m PoraPLOT Q 컬럼 채널을 장착한 490 Micro GC는 에탄 조성 및 에탄의 저농도 불순물을 단일 실행으로 분석하였습니다. Micro 열 전도도 검출기( $\mu$ TCD)의 자동 범위 조정 기능으로 ppm 수준의 극미량 성분을 검출할 수 있습니다. 이 기능은 초-고감도(낮은 ppm 범위)에서 일반 설정(% 수준)으로 자동 전환할 수 있습니다.

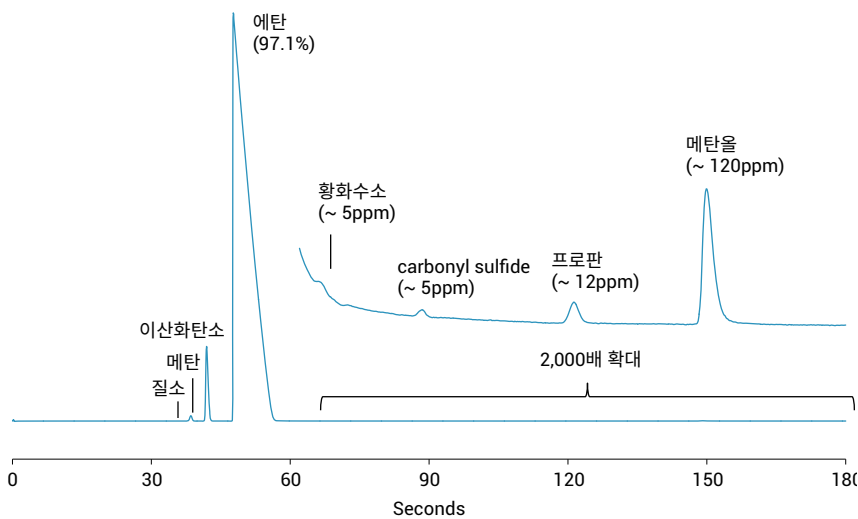


그림 2. 모든 관심 화합물의 베이스라인 분리를 보여주는 10m PoraPLOT Q 컬럼 채널의 에탄 크로마토그램

에탄 생성물의 특성 규명을 위해 질소, 메탄, 이산화탄소, 에탄, 프로판을 분석하였습니다. 불순물 분석은 황화수소 및 메탄올 특성 규명을 포함합니다. 그림 2와 3(확대)은 에탄 시료 스트림 크로마토그램이며, 모든 관심 화합물의 베이스라인 분리를 보여줍니다.

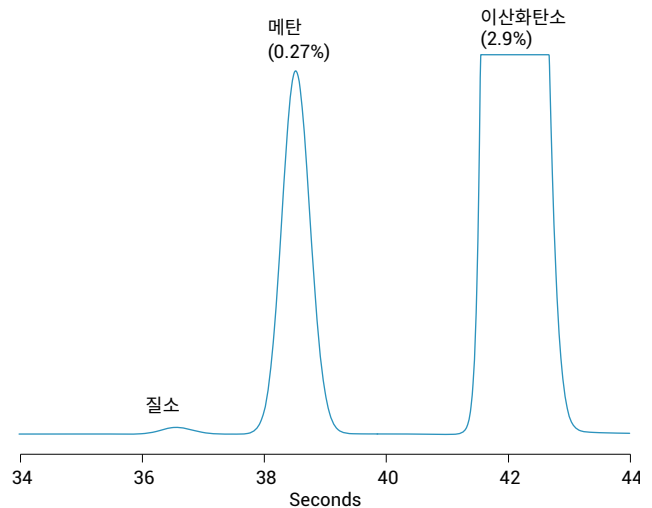


그림 3. 질소 및 메탄 분리 크로마토그램(확대)

생성물 가스는 95% 이상의 에탄을 함유하며, 황화수소는 PoraPLOT Q 컬럼에서 에탄 이후에 바로 용리됩니다. 따라서, 황화수소는 벌크 피크의 테일링에서 용리합니다. 그러나, 그림 4와 5는 낮은 ppm 수준의 황화수소를 정량할 수 있음을 명확하게 보여줍니다.

Micro 가스 크로마토그래피 기술로 매우 빠른 분석 시간을 실현하였습니다. 이 응용의 총 분석 시간은 단 180초였습니다. 이는 빠른 추세 분석 및 즉각적인 공정 최적화를 위한 공장 공정 시스템에 거의 실시간으로 데이터를 전송합니다.

투자 비용의 절감 외에도, 단일 컬럼 구성은 또 다른 중요한 이점을 제공합니다. 일반적인 가스 크로마토그래피 대비, Micro GC는 보통 10-20배 운반 가스를 더 적게 사용합니다. 단일 컬럼 채널 구성으로, 본 응용은 훨씬 적은 운반 가스를 사용합니다(헬륨, 약 4mL/분). 하나의 휴대용 압축 가스를 연속 분석으로 약 3년 동안 사용할 수 있습니다.

490-PRO Micro GC는 장기간에 걸친 유지보수가 필요 없는 뛰어난 정확도와 수명을 제공합니다. 1994년 QC LAB에 설치한 두 대의 490-PRO Micro GC는 여전히 작동 중이며, 수리 또는 서비스 손실 없이 하루 450건 이상의 분석을 수행합니다.

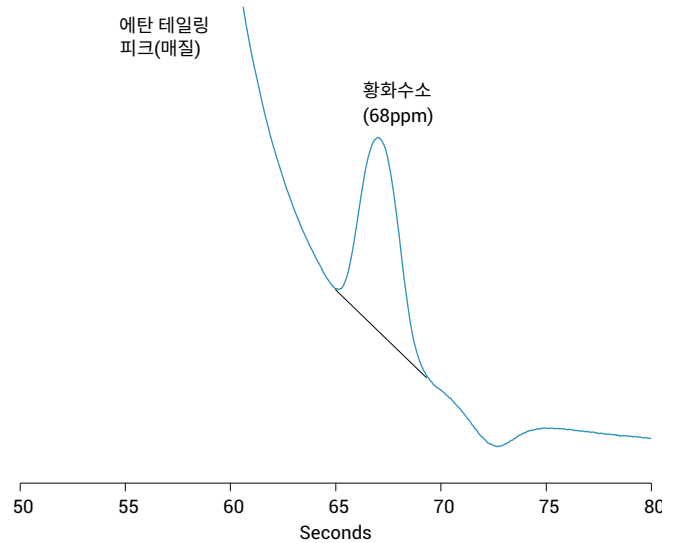


그림 4. 68ppm, 황화수소 크로마토그램

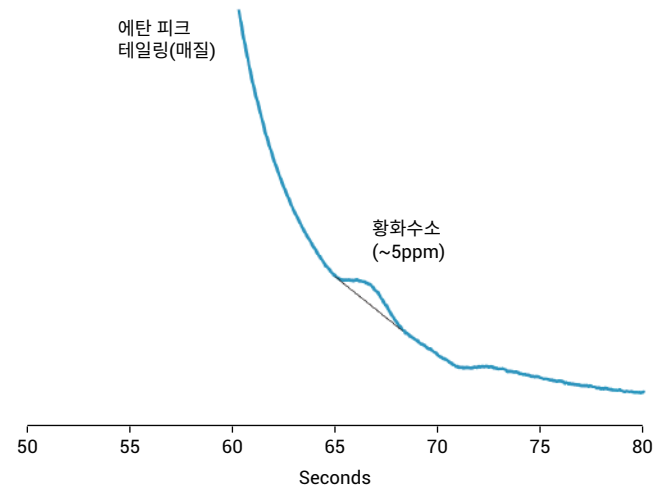


그림 5. 5ppm, 황화수소 크로마토그램

## 에탄 생성물 특성 규명

QC LAB은 GC 검량을 위해 10회 연속 검량을 수행합니다. 그런 다음, 결과를 평균하고 감응 계수를 결정합니다. 표 2는 10회 연속 탄화수소 검량 실행 결과와 계산된 통계입니다. 우수한 단기 정확도를 얻었습니다; 이는 일반적으로 장기 신뢰성을 의미합니다.

표 2. 에탄 생성물 검량 결과 및 통계

|       | 질소       | 메탄       | 이산화탄소    | 에탄       | 프로판      |
|-------|----------|----------|----------|----------|----------|
| 분석 1  | 0.1027%  | 2.0187%  | 1.3079%  | 96.2683% | 0.3024%  |
| 분석 2  | 0.1021%  | 2.0189%  | 1.3079%  | 96.2681% | 0.3031%  |
| 분석 3  | 0.1017%  | 2.0191%  | 1.3079%  | 96.2695% | 0.3019%  |
| 분석 4  | 0.1013%  | 2.0190%  | 1.3081%  | 96.2701% | 0.3015%  |
| 분석 5  | 0.1009%  | 2.0190%  | 1.3080%  | 96.2705% | 0.3017%  |
| 분석 6  | 0.1005%  | 2.0190%  | 1.3080%  | 96.2710% | 0.3016%  |
| 분석 7  | 0.1004%  | 2.0189%  | 1.3081%  | 96.2711% | 0.3015%  |
| 분석 8  | 0.1001%  | 2.0191%  | 1.3080%  | 96.2705% | 0.3023%  |
| 분석 9  | 0.1003%  | 2.0192%  | 1.3082%  | 96.2705% | 0.3018%  |
| 분석 10 | 0.1002%  | 2.0191%  | 1.3080%  | 96.2704% | 0.3023%  |
| 평균    | 0.101%   | 2.019%   | 1.308%   | 96.270%  | 0.302%   |
| 정확도   | ±0.0013% | ±0.0002% | ±0.0002% | ±0.0015% | ±0.0008% |

## 황화수소 및 메탄올 불순물

에탄 생성물 자체의 특성 규명 외에도, 저농도 황화수소 및 메탄올 불순물 또한 모니터링하였습니다. 표 3은 검량을 위한 10회 연속 실행의 계산된 평균 및 정확도입니다.

황화수소 사양은 생산지에서 최종 가공 공장까지 1,300km 이상의 파이프라인이 높은 부식성으로 손상될 수 있으므로 60ppm으로 제한합니다. 수용 시설에서 사용하는 촉매 보호를 위해 최대 1,000ppm의 메탄올 한계가 필요합니다. 그림 6은 두 화합물에 대한 20시간 추세 분석 사례입니다.

표 3. 황화수소 및 메탄올 통계(n=10)

|     | 황화수소    | 메탄올    |
|-----|---------|--------|
| 평균  | 52.2ppm | 500ppm |
| 정확도 | ±1ppm   | ±13ppm |

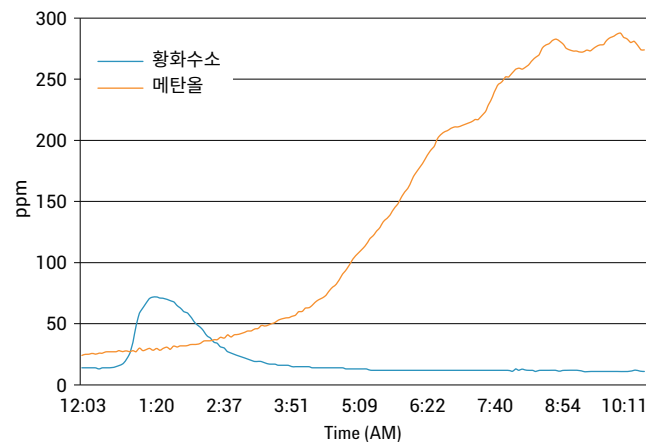


그림 6. 에탄 생성물의 황화수소 및 메탄올 불순물에 대한 20시간 추세 분석 사례

## 결론

본 응용 자료는 10m PLOT Q 컬럼을 장착한 Agilent 490-PRO Micro GC가 공정 환경의 에탄 스트림 분석에 적합하다는 것을 명확하게 보여줍니다. 490-Micro GC의 단일 채널 구성과 적은 양의 운반 가스 사용은 투자 및 운영 비용을 제어하도록 합니다.

Micro GC의 MEMS 기반 주입기 및 검출기는 짧고 좁은 내경의 분석 컬럼과 함께 매우 빠른 분석 시간을 제공합니다. 수 분이 아닌 수 초 만의 결과로, 보다 정확한 추세 분석과 빠른 공정 제어가 가능합니다.

490-PRO Micro GC는 온라인/공정 응용에 실험실 품질 기기를 제공합니다. 내장된 온보드 데이터 처리 및 결과 생성 기능으로 기기의 전체 작동을 제어합니다. 그것은 독립적으로 작동하고, 현지 작업자가 필요하지 않습니다. 모든 필요한 결과 및 정보는 최적의 공정 제어를 위해 외부 시스템에 자동으로 전달됩니다.

## 자세한 정보

이러한 데이터는 일반적인 결과를 나타냅니다. 애질런트 제품 및 서비스에 대한 보다 자세한 정보는 [www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)을 방문하십시오.

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

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., 2013  
2013년 1월 25일  
한국에서 인쇄  
5991-1817KO

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**