

# 열분해 가솔린 ASTM D6563 분석에서 교차오염 감소 및 재현성 향상

Agilent J&W DB-HeavyWAX 가스 크로마토그래피 컬럼  
사용

## 저자

Vanessa Abercrombie

## 개요

이 응용 자료는 열분해 가솔린 분석 시 Agilent J&W DB-HeavyWAX 컬럼의 성능을 평가한 내용을 담고 있습니다. 이 분석은 고분자 방향족 화합물로 인한 교차오염 현상 또는 분석 시간의 증가 등이 발생할 수 있는 까다로운 작업입니다. J&W DB-HeavyWAX 컬럼은 280°C의 초고 등온 작동 온도, 290°C의 최고 프로그래밍 온도를 가지므로 전통적인 WAX 컬럼보다 높은 온도에서 작동할 수 있으며, 보다 높은 속도와 재현성으로 열분해 가솔린을 분석할 수 있습니다.

## 소개

열분해 가솔린은 수증기 분해법으로 에틸렌을 생산할 때 생성된 부산물로, 연료의 옥탄가 향상제 또는 산업용 화학품의 원료로 쓰일 수 있습니다. 수증기 분해법의 목적은 긴 사슬의 탄화수소를 C5 ~ C12 가량의 보다 짧은 사슬로 끊는 것입니다. 열분해 가솔린의 약 80 ~ 90%가 벤젠, 톨루엔, 자일렌(BTEX로도 불리움)으로 구성되며, 고분자 탄화수소 및 방향족 화합물이 포함되어 있을 수 있습니다<sup>1</sup>.

이와 같이 끓는점이 높은 화합물의 존재로 인해, ASTM D6563<sup>2</sup>에 따른 열분해 가솔린의 분석은 어려운 작업이 될 수 있습니다. GC 분석 시 최종 온도를 일정 시간 유지함으로써 후반부에 용출되는 화합물의 용출을 촉진하는 방법이 있습니다. 그러나 이와 같은 방법을 사용하는 경우, 전체적으로 GC 작업 시간은 연장되고 컬럼 수명은 줄어들게 됩니다. 반휘발성 화합물을 모두 용출하기 위해 지정된 최고 작동 온도(MAOT) 이상의 고온에서 컬럼을 사용하는 것은 컬럼의 상을 손상시킬 위험이 있습니다. 이러한 손상은 다음과 같은 현상으로 이어질 수 있습니다.

- 머무름 시간 변동
- 컬럼 블리딩 현상 증가
- 장시간 분석 시 일부 화합물의 용출 순서 변화<sup>3</sup>

일반적으로 WAX 컬럼은 폴리실록산 고정상에 비해 고온에서 더 많은 블리딩 현상을 나타냅니다. 열 안정성이 떨어질수록 컬럼 블리딩 현상은 증가합니다. 열 안정성이 떨어지면 산업용 화학품과 열분해 가솔린 관련 분석을 진행하는 데 어려움이 있게 됩니다.

Agilent J&W DB-HeavyWAX 컬럼은 280°C의 최고 등온 작동 온도와 290°C의 최고 프로그래밍 온도를 가집니다. 이처럼 향상된 온도 한계 덕분에 컬럼 상을 손상시키지 않으면서 열분해 가솔린 시료

내 높은 끓는점의 화합물을 분석할 수 있게 해줍니다. 이 응용 자료는 DB-HeavyWAX의 향상된 온도 한계가 가지는 이점 및 이러한 특징이 어떻게 ASTM 분석법 D6563에 따른 열분해 가솔린 분석에서 재현성의 향상과 교차오염의 감소로 이어지는지에 대한 내용을 담고 있습니다.

## 재료 및 방법

본 GC/FID 실험에는 split/splitless inlet을 장착한 Agilent 7890 GC/FID, Agilent 7693 샘플러, Agilent MassHunter 제어 소프트웨어가 사용되었습니다.

## 결과 및 토의

열분해 가솔린 시료는 희석 없이 Agilent J&W DB-HeavyWAX 컬럼에 주입되어 ASTM D6563에 따라 분석되었으며, 최종 오븐 온도는 250 ~ 280°C였습니다. DB-HeavyWAX 컬럼의 블리딩 현상 비교를 위해 시판 중인 전통적 WAX 컬럼을 사용해 이 실험을 반복했으며, 최종 오븐 온도는 250°C였습니다. 그림 1은 280°C에서의 DB-HeavyWAX 컬럼이

250°C에서의 전통적 WAX 컬럼보다 낮은 블리딩 현상을 나타냈음을 보이고 있습니다. 최종 온도 280°C에서 DB-HeavyWAX의 블리딩 수준은 8.2pA, 최종 온도 250°C에서 전통적 WAX 컬럼의 블리딩 수준은 18.2pA였습니다. 고온에서 DB-HeavyWAX 컬럼은 전통 WAX 컬럼에 비해 낮은 컬럼 블리딩을 나타내며, 이는 DB-HeavyWAX 컬럼이 향상된 열 안정성을 보유하고 있음을 증명합니다.

고분자 탄화수소를 포함한 열분해 가솔린 시료 분석에서 DB-HeavyWAX 컬럼의 향상된 MAOT로 인해 보다 신속하게 높은 끓는점의 화합물을 용출해낼 수 있었습니다. 그림 2는 컬럼을 고온에서 사용했을 때 anthracene과 같은 화합물이 컬럼에서 용출된 뒤 후속 주입에서 교차오염의 위험이 없음을 보여줍니다.

그림 3은 250°C의 최종 온도에서 DB-HeavyWAX 컬럼과 Agilent J&W DB-WAX 컬럼을 이용해 동일한 열분해 가솔린 시료를 분석한 결과를 보여줍니다. 두 컬럼은 열분해 가솔린 분석에서 유사한 선택성을 보였습니다.

## 기기 조건

GC 조건	
컬럼	Agilent J&W DB-HeavyWAX, 60m × 0.25mm, 0.25µm(p/n 122-7162) Agilent J&W DB-WAX, 60m × 0.25mm, 0.25µm(p/n 122-7062) 시판 중인 전통 WAX 컬럼, 60m × 0.25mm, 0.25µm
운반 가스	Helium, constant flow, 1.2mL/min
오븐	70°C(10.0min), ramp 5°C/min to 280°C(30.0min)
주입구	Split mode, 250°C, split ratio 200:1
Inlet liner	Ultra Inert, split, low pressure drop, glass wool(p/n 5190-2295)
GC/FID	FID 장착 Agilent 7890B GC
샘플러	Agilent 7693 autosampler
FID 조건	
온도	280°C
수소	30mL/min
공기	400mL/min
Col + make up	25mL/min
유동 경로 소모품	
Septum	Bleed and temperature optimized(BTO), 11mm septa(p/n 5183-4757, 50/pk)
Gold seal	Ultra Inert gold seals(p/n 5190-6145, 10/pk)
바이알	Screw top, amber, write-on spot, certified, 2mL(p/n 5182-0716, 100/pk)
바이알 삽입튜브 (Insert)	Glass inserts, deactivated, 250µL(p/n 5181-8872, 100/pk)
바이알 캡	Blue, screw cap, PTFE/red silicone septa, 9mm(p/n 5185-5820, 500/pk)
Inlet/FID	85:15 Vespel: graphite ferrules(p/n 5062-3508, 10/pk)

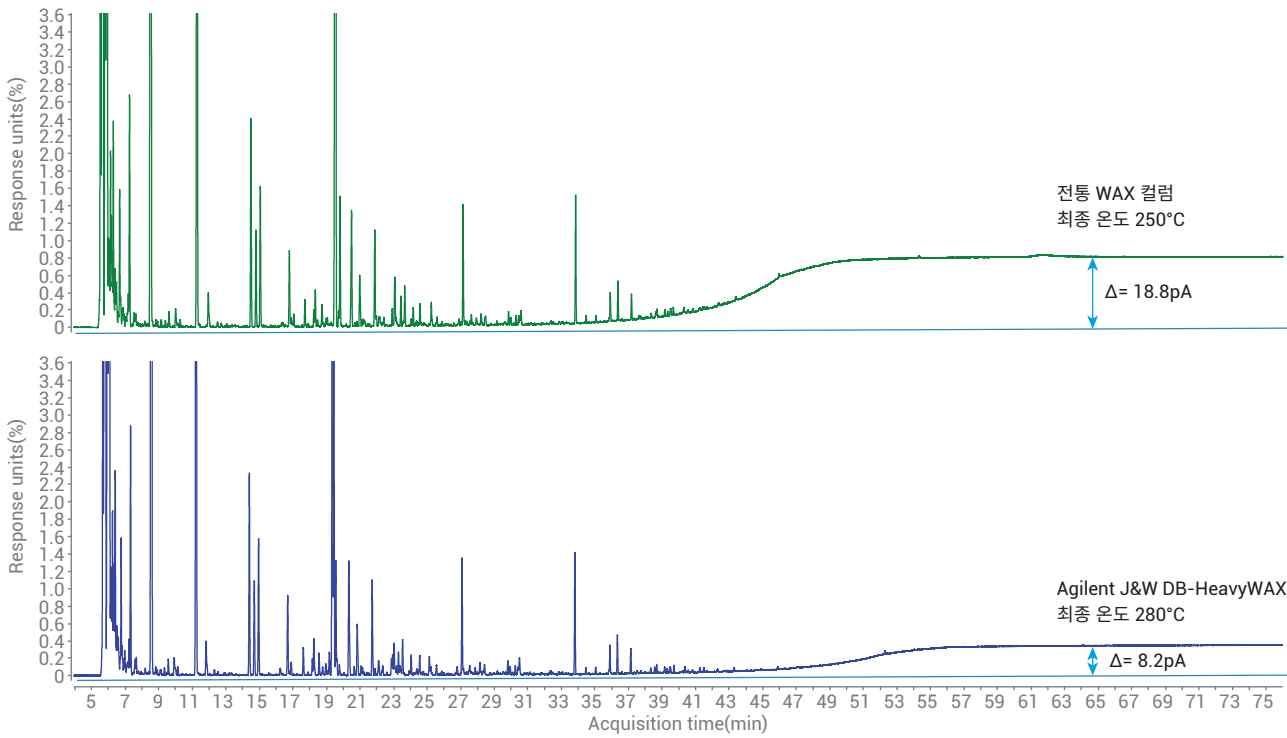


그림 1. 최종 온도 250°C에서 전통적인 WAX 컬럼을 이용한 열분해 가솔린 시료 분석과 최종 온도 280°C에서 Agilent J&W DB-HeavyWAX 컬럼을 이용한 열분해 가솔린 시료 분석 비교 및 컬럼 블리딩 현상 비교

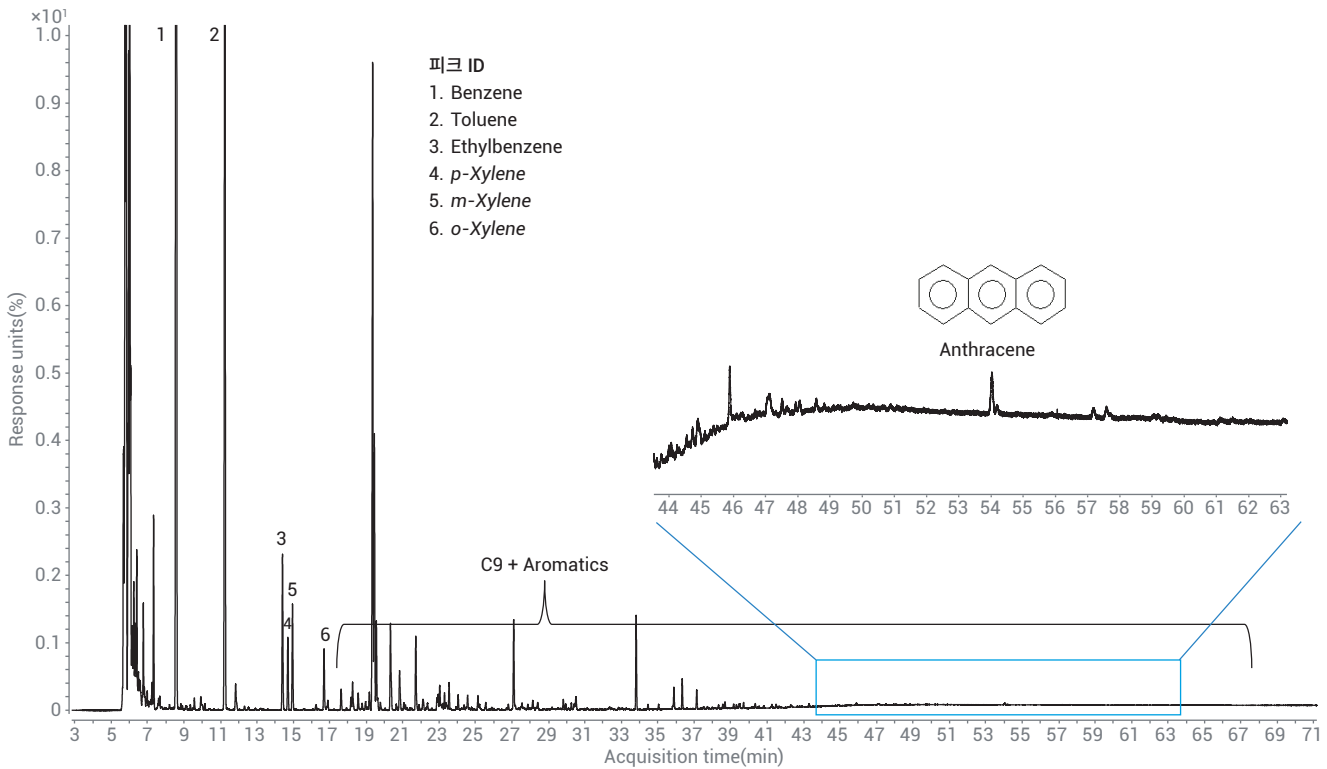


그림 2. 최종 온도 280°C에서 Agilent J&W DB-HeavyWAX 컬럼을 이용한 열분해 가솔린 분석 시 후반부 용출 화합물

## 결론

Agilent J&W DB-HeavyWAX 컬럼은 향상된 최고 온도 범위를 보여줍니다. 이러한 특징은 열분해 가솔린 분석에서 시료 간 교차오염 위험을 최소화하면서 높은 끓는점의 화합물 분석을 가능하게 합니다. 감소한 컬럼 블리딩 현상은 DB-HeavyWAX 컬럼이 전통적인 WAX 컬럼에 비해 높은 열 안정성을 보유했음을 증명합니다.

또한 DB-HeavyWAX 컬럼은 Agilent J&W DB-WAX 컬럼과 유사한 선택성을 나타냈습니다. 이와 같은 선택성은 전통적인 WAX 컬럼을 DB-HeavyWAX 컬럼으로 대체 시 분석법 이전이 매우 손쉽다는 것을 의미합니다. 이러한 컬럼 교체는 다음과 같은 이점을 제공합니다.

- 확장된 온도 한계
- 향상된 안정성
- 보다 완전한 고분자 방향족 화합물 분석

## 참조

1. Yang, D.; et al. Pyrolysis Gasoline Hydrogenation in the Second-Stage Reactor: Reaction Kinetics and Reactor Simulation; *Industrial & engineering chemistry research* **2008**, *47*, 1051–1057
2. ASTM D6563. Standard Test Method for Benzene, Toluene, Xylene (BTX) Concentrates Analysis by Gas Chromatography
3. Abercrombie, V.; Provoost, L. Increased Thermal Stability and Maximum Temperature of the Agilent J&W DB-HeavyWAX Column. *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5991-9035EN, **2018**

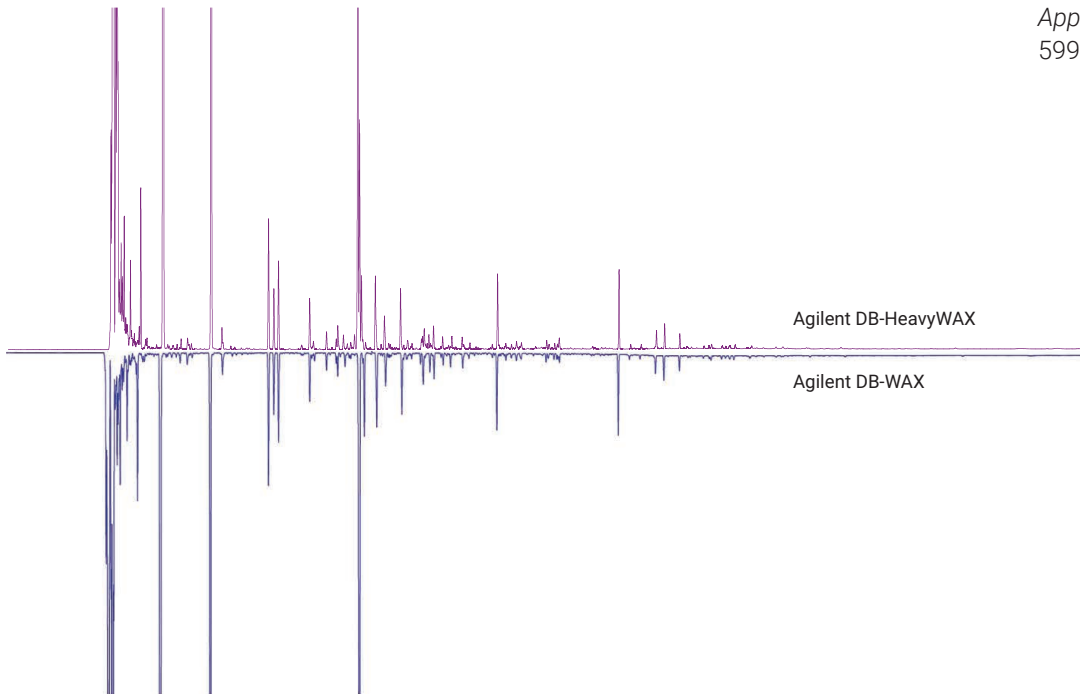


그림 3. Agilent J&W DB-HeavyWAX 컬럼(60m × 0.25mm, 0.25µm) 및 Agilent J&W DB-WAX 컬럼(60m × 0.25mm, 0.25µm)을 이용해 ASTM D6563에 따라 열분해 가솔린 시료 분석 후 선택성 비교

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

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2018  
2018년 3월 2일 한국에서 인쇄  
5991-9115KO

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)