

Agilent 490 Micro GC QUAD를 사용한 빠른 정제 가스 분석

응용 자료

에너지 및 연료

저자

Coen Duvekot
Agilent Technologies, Inc.

서론

정제 가스의 조성 및 원천은 매우 다양합니다. 때문에 정제 가스 분석의 정밀도 및 정확성은 오늘날의 정제 산업이 당면한 주요 과제라고 할 수 있습니다. 일반적인 원천으로는 유동 코킹 증류산물(fluid coking overheads), 에틸렌, 프로필렌, 연료 가스, 연도 가스, 오프 가스 등이 포함됩니다. 물리적 스트림은 가스에서 고압가스 또는 액체까지 포함합니다.

휴대용 Agilent 490 Micro GC QUAD를 사용하면 초고속 정제 가스 분석(RGA)이 가능합니다. 본 자료는 단 2분만에 RGA 결과를 획득할 수 있는 490 Micro GC의 사용법을 소개합니다.



Agilent Technologies

기기

490 Micro GC QUAD

- 채널 1: 백플러시 기능을 갖춘 Agilent J&W CP- Molsieve
- 채널 2: 백플러시 기능을 갖춘 Agilent J&W PoraPLOT U
- 채널 3: 백플러시 기능을 갖춘 산화 알루미늄
- 채널 4: Agilent J&W CP-Sil 5 CB

CP-Molsieve 채널과 산화 알루미늄 채널의 매니폴드와 컬럼 모듈 사이의 라인에 추가로 필터를 장착하여, 운반 가스에 수분 및 이산화탄소가 섞이지 않도록 확보합니다. 이로써 컬럼 수명을 연장하고, 가장 중요한 안정적인 머무름 시간을 보증할 수 있습니다.

GC 제어 및 데이터 처리 소프트웨어: 애질런트 크로마토그래피 소프트웨어

재료 및 시약

CP-Molsieve 컬럼이 장착된 채널 1은 이산화탄소를 제외한 영구 가스를 분리 및 분석합니다. PoraPLOT U 컬럼이 장착된 채널 2는 C2 가스와 황화수소를 분리 및 분석합니다. C3 및 C4 탄화수소는 Al₂O₃ 컬럼이 장착된 세 번째 채널에서 분석됩니다. 마지막으로 CP-Sil 5 CB 컬럼이 장착된 네 번째 채널에서 고급 탄화수소를 분석합니다.

표 1. 가스 표준물질의 피크 식별과 조성

가스 표준물질		
피크 #	구성	Amt(%)
1	Hydrogen	Bal
3	Oxygen	
4	Nitrogen	
5	Methane	
6	Carbon monoxide	

정제 가스 표준물질

피크 #	구성	Amt(%)	피크 #	구성	Amt(%)
2	Helium	Bal	15	Propadiene	0.62
4	Nitrogen	5.1	16	n-Butane	1.0
5	Methane	24.9	17	tr-2-Butylene	0.5
6	Carbon monoxide	1.0	18	1-Butylene	0.5
7	Carbon dioxide	0.5	19	iso-Butylene	1.01
8	Ethylene	24.9	20	cis-2-Butylene	0.5
9	Ethane	5.0	21	iso-Pentane	0.5
10	Acetylene	1.0	22	Methyl acetylene	1.0
11	Hydrogen sulfide	1.01	23	n-Pentane	0.2
12	Propane	5.0	24	1,3-Butadiene	1.0
13	Propylene	5.0	25	n-Hexane	0.2
14	iso-Butane	0.5			

조건

표 2. 크로마토그래피 조건

	채널 1	채널 2	채널 3	채널 4
	10m CP-Molsieve	10m PoraPLOT U	10m Al ₂ O ₃ /KCL	8m CP-Sil 5 CB
주입기 온도(°C)	110	110	110	110
컬럼 온도(°C)	80	100	100	80
운반 가스	아르곤	헬륨	헬륨	헬륨
컬럼 헤드 압력(kPa)	150	205	70	205
주입 시간(ms)	40	10	10	100
백플러시 시간(s)	11	7.1	33	N/A

결과 및 토의

그림 1과 2는 CP-Molsieve 채널 1의 크로마토그램입니다.

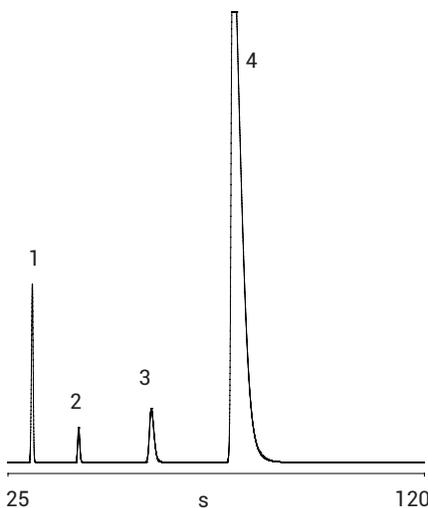


그림 1. 채널 1, CP-Molsieve 컬럼의 표준 가스

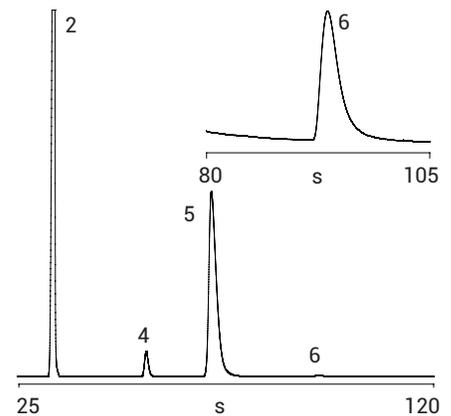


그림 2. 채널 1, CP-Molsieve 컬럼의 정제 가스

수소 또는 헬륨, 산소, 질소, 메탄 및 일산화탄소의 분리 및 분석을 수행하였습니다. 나중에 용리된 성분은 백플러시를 거쳐 배출되었습니다.

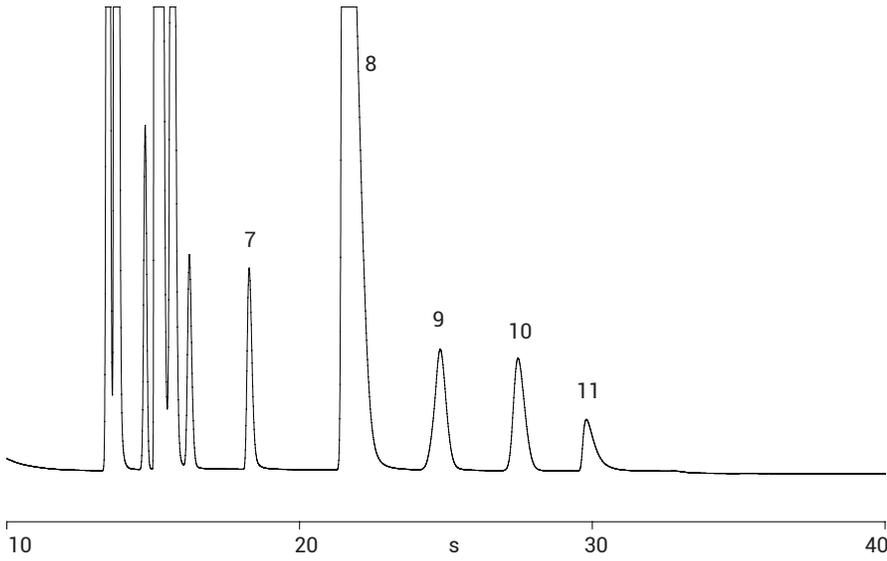


그림 3. 채널 2, Agilent PoraPLOT U 컬럼의 정제 가스

PoraPLOT U 채널(채널 2)에서 C2 탄화수소, 황화수소 및 이산화탄소를 분리 및 분석하였습니다. 이 채널에는 백플러시가 장착되어 있어, 나중에 용리된 성분을 배출할 수 있습니다.

채널 2에서는 C3과 C4 포화 및 불포화 탄화수소를 분리 및 분석하였습니다. 나중에 용리된 탄화수소가 분석 컬럼으로 유입되는 것을 방지하기 위해, 이 채널에는 백플러시가 장착되어 있습니다. 이로써 나중에 용리된 성분이 다음 분석에 영향을 미쳐, "고스트" 피크 및/또는 베이스라인 드리프트와 더 높은 노이즈가 일어나는 것을 방지할 수 있습니다. 뿐만 아니라, 이 채널의 운반 가스 라인에는 추가로 필터가 장착되어 있어, 장기적으로 고정상의 크로마토그래피 특성에 영향을 미치는 극미량의 수분과 이산화탄소로부터 분석 컬럼을 효과적으로 보호할 수 있습니다.

안정적인 머무름 시간은 우수한 크로마토그래피 결과를 얻기 위한 핵심 요소입니다. 표 3과 그림 5에 나타난 머무름 시간의 재현성 결과는 매우 우수하였으며, RSD는 0.1%이고 드리프트가 없습니다.

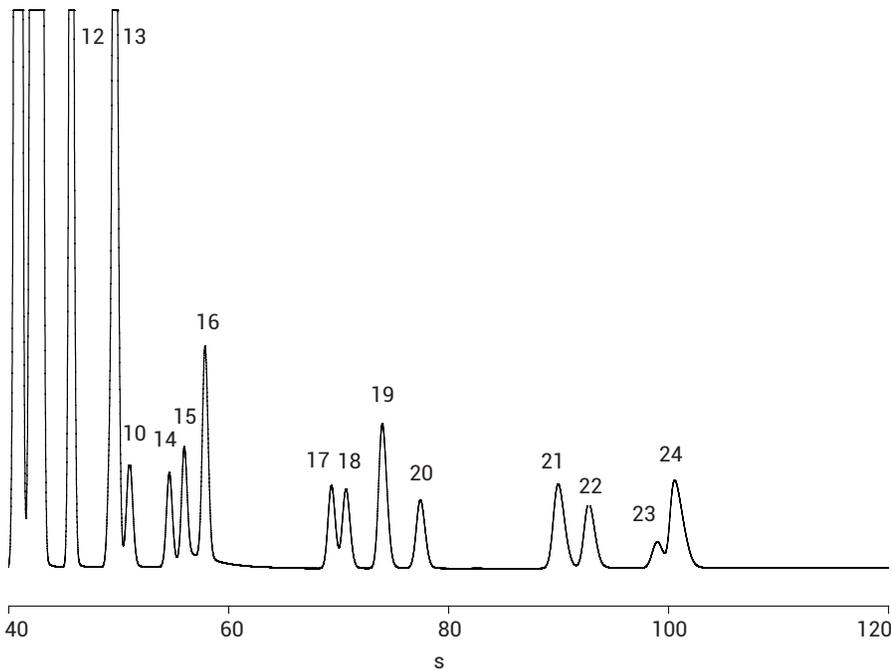


그림 4. 채널 3, 산화알루미늄 컬럼의 정제 가스

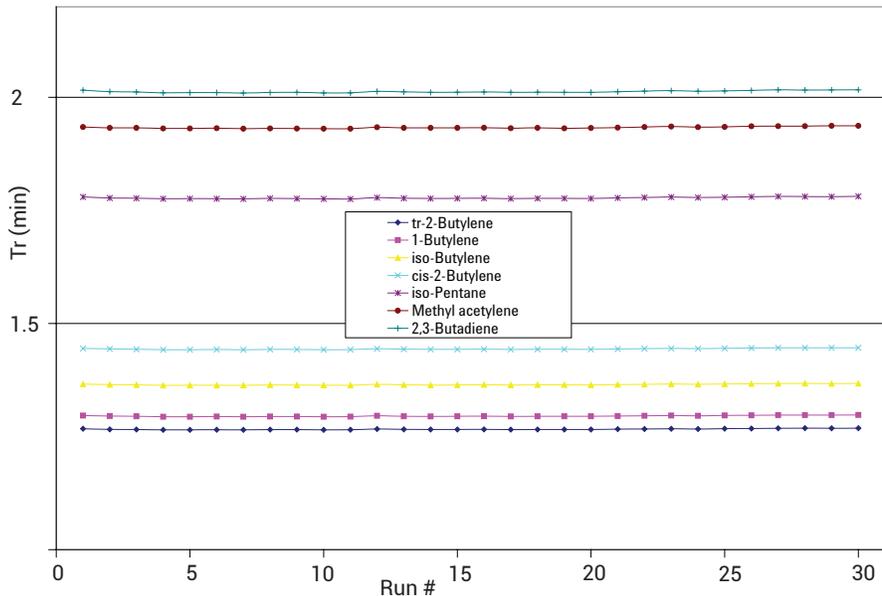


그림 5. 채널 3, 산화알루미늄 채널의 재현성 수치

표 3. 산화알루미늄 채널의 재현성 수치

실행 #	Tr(분) tr-2-Butylene	Tr(분) 1-Butylene	Tr(분) iso-Butylene	Tr(분) cis-2-Butylene	Tr(분) iso-Pentane	Tr(분) Methyl acetylene	Tr(분) 2,3-Butadiene
1	1.2672	1.2963	1.366	1.4447	1.7797	1.934	2.0155
2	1.266	1.2952	1.3647	1.4437	1.7772	1.9322	2.0122
3	1.2657	1.2948	1.3643	1.443	1.7768	1.9323	2.0115
4	1.2647	1.2938	1.3632	1.442	1.7755	1.931	2.0097
5	1.2647	1.2937	1.3633	1.442	1.7758	1.931	2.0102
6	1.265	1.2942	1.3633	1.4423	1.7757	1.9315	2.0102
7	1.2648	1.2938	1.3632	1.442	1.7753	1.9303	2.0092
8	1.2653	1.2943	1.364	1.4427	1.7763	1.931	2.0105
9	1.2653	1.2943	1.3638	1.4423	1.776	1.9308	2.0108
10	1.2647	1.2938	1.3633	1.442	1.7753	1.9305	2.0095
11	1.265	1.294	1.3633	1.4422	1.7752	1.9303	2.0098
12	1.2667	1.2958	1.3653	1.444	1.778	1.9337	2.0128
13	1.2658	1.2948	1.3643	1.4432	1.7768	1.9322	2.0117
14	1.2655	1.2945	1.3638	1.4427	1.7762	1.9322	2.0108
15	1.2655	1.2947	1.364	1.4428	1.7763	1.9322	2.011
16	1.2658	1.295	1.3645	1.4432	1.7768	1.9325	2.0115
17	1.2653	1.2945	1.3638	1.4425	1.776	1.9315	2.0107
18	1.2657	1.2948	1.3642	1.443	1.7765	1.9322	2.011
19	1.2657	1.2947	1.3642	1.443	1.7765	1.9312	2.0108
20	1.2655	1.2947	1.364	1.4428	1.7762	1.932	2.0108
21	1.2663	1.2953	1.3648	1.4435	1.7775	1.9328	2.012
22	1.2667	1.2958	1.3653	1.4443	1.7782	1.934	2.0133
23	1.2672	1.2963	1.366	1.4448	1.7793	1.9353	2.0145
24	1.2667	1.2958	1.3655	1.4443	1.7782	1.9338	2.013
25	1.2675	1.2967	1.3662	1.445	1.7788	1.9343	2.0138
26	1.2678	1.2968	1.3667	1.4455	1.7798	1.9357	2.015
27	1.2683	1.2975	1.367	1.446	1.7807	1.936	2.0162
28	1.2685	1.2975	1.3673	1.4462	1.7803	1.936	2.0158
29	1.2682	1.2973	1.3668	1.446	1.7802	1.9367	2.016
30	1.2685	1.2977	1.3673	1.4462	1.781	1.9367	2.0163
평균 표준	1.2662	1.2953	1.3648	1.4436	1.7774	1.9329	2.0122
편차	0.0012	0.0012	0.0013	0.0014	0.0018	0.0020	0.0022
RSD%	0.10%	0.09%	0.10%	0.10%	0.10%	0.10%	0.11%

표 4. 재현성 수치

일	tr-2-Butylene	1-Butylene	iso-Butylene	cis-2-Butylene	iso-Pentane	Methyl acetylene	2, 3-Butadiene
1	1.2695	1.2988	1.3687	1.4481	1.7849	1.9406	2.0216
2	1.2678	1.2970	1.3668	1.4458	1.7815	1.9370	2.0173
3	1.2668	1.2958	1.3654	1.4443	1.7787	1.9339	2.0137
4	1.2665	1.2956	1.3652	1.4439	1.7781	1.9333	2.0130
8	1.2697	1.2989	1.3689	1.4483	1.7854	1.9405	2.0222
9	1.2681	1.2973	1.3671	1.4462	1.7821	1.9367	2.0180
10	1.2667	1.2957	1.3655	1.4443	1.7785	1.9345	2.0139
평균	1.2679	1.2970	1.3668	1.4458	1.7813	1.9366	2.0171
표준 편차	0.0013	0.0014	0.0015	0.0018	0.0031	0.0030	0.0037
RSD	0.10%	0.11%	0.11%	0.13%	0.17%	0.15%	0.19%

표 4와 그림 6은 여러 날 동안에 대한 결과를 나타냅니다. "일일 결과"와 비교하여 보면, 예상보다 RSD가 약간 더 높습니다. 그러나 우수한 결과는 해당 유형의 분석에 대한 Al₂O₃ 채널의 적합성을 입증하였습니다.

0.2% 미만의 RSD 결과가 표 4에 표시되어 있습니다. 열흘 간의 실험실 실험 동안, 그림 6에서 볼 수 있듯이 머무름 시간 드리프트가 관찰되지 않았습니다.

그림 6은 열흘 동안에 Al₂O₃ 채널에서 분석된 성분의 머무름 시간에서 드리프트가 관찰되지 않는다는 것을 보여줍니다.

그림 7은 CP-Sil 5 CB 채널의 정제 가스 크로마토그램을 보여줍니다. 이 사례에서는 C5+의 고급 탄화수소를 분석하였습니다.

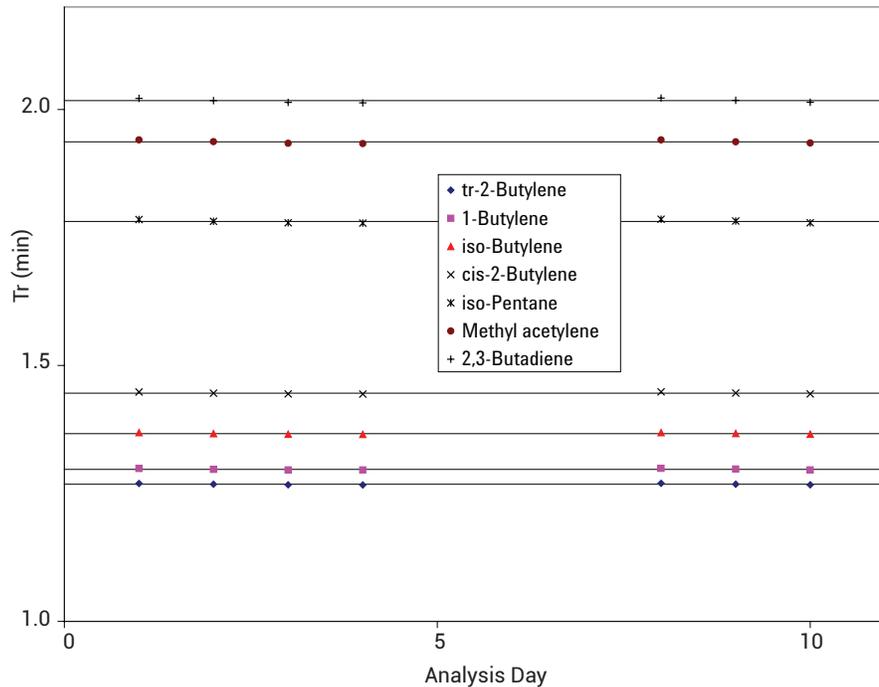


그림 6. 채널 3, 산화알루미늄 채널의 재현성

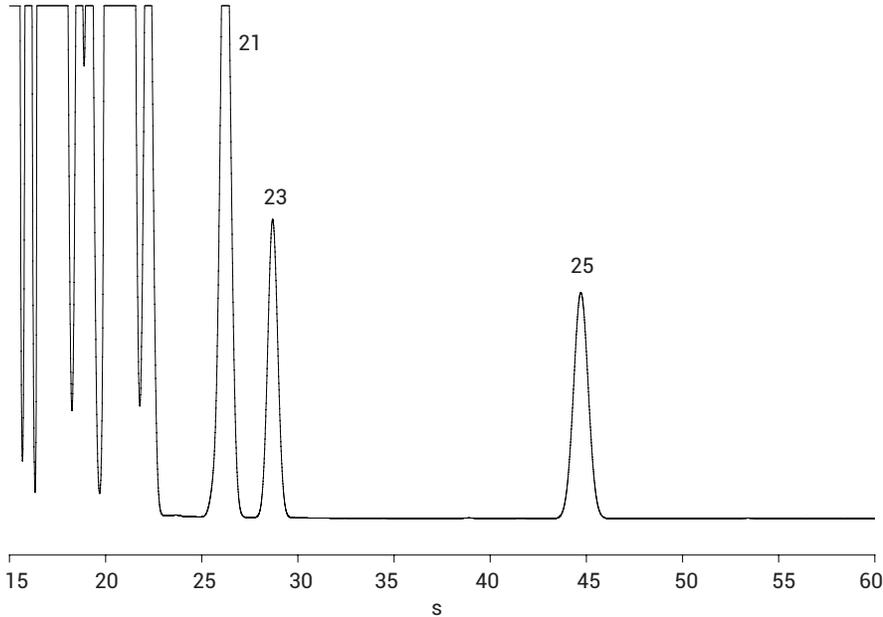


그림 7. 채널4, Agilent CP-Sil 5 CB 컬럼의 정제 가스

결론

Agilent 490 Micro GC QUAD는 정제 가스 분석에 성공적으로 사용될 수 있습니다. 헬륨, 수소, 산소, 질소, 메탄 및 일산화탄소와 같은 영구 가스는 CP-Molsieve 채널에서 분석하였습니다. C2 탄화수소, 이산화탄소, 황화수소는 PoraPLOT U 컬럼이 장착된 두 번째 채널에서 분석하였습니다. C3, C4 탄화수소는 산화알루미늄 컬럼을 장착한 세 번째 채널에서 분석되었습니다. 이 채널의 라인에는 추가로 필터가 장착되어 있어, 운반 가스에 수분과 이산화탄소가 섞이지 않도록 확보해줍니다. 이는 컬럼 수명을 크게 향상시키고 머무름 시간의 장기적 안정성을 보증합니다. 마지막으로 CP-Sil 5 CB 컬럼이 장착된 네 번째 채널에서 C5+ 탄화수소를 분석하였습니다.

www.agilent.com/chem

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2012

2012년 9월 11일, 한국에서 발행

SI-02233

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



Agilent Technologies