

Accelerated ASTM D2887 분석법을 이용한 중간 유분 모의 증류 분석

저자

James D. McCurry, Ph.D.
Agilent Technologies, Inc.

개요

이 응용 자료에서는 분석법에서 지정한 3가지 캐필러리 컬럼 중 하나를 사용하여 ASTM D2887B를 분석하는 경우 Agilent 8890 가스 크로마토그래피의 성능을 설명합니다. 시험한 각 구성을 사용해 핵심 성능 측정 기준을 쉽게 충족하였습니다.

서론

ASTM D2887은 등유, 항공유, 디젤 및 일부 경유와 같은 중간 유분의 비점 분포를 결정하기 위한 가스 크로마토그래피 분석법입니다¹. ASTM에서는 원래의 D2887 분석법과 동일한 캐필러리 컬럼을 사용하여 가속 버전인 D2887을 개발했습니다. 가속된 D2887의 경우 컬럼 유속을 높이고 오븐 온도 프로그래밍 승온 속도를 높여 분석 시간을 30분에서 9분으로 줄였습니다. ASTM에서는 이 분석법을 D2887B로 지정했고, 운용 조건을 기준 D2887 문서에 통합하였습니다.

실험

기기 구성 및 운용 조건

3가지 컬럼 중 하나를 사용하여 ASTM D2887B 사양에 따라 Agilent 8890 GC를 구성하였습니다.

- 컬럼 1:**
HP-1, 10m × 0.53mm id, 0.88 μm
(p/n 19095Z-021)
- 컬럼 2:**
HP-1, 5m × 0.53mm id, 2.65 μm
(p/n 19095S-100)
- 컬럼 3:**
DB-1, 7.5m × 0.53mm id, 1.5 μm
(p/n 125-1002)

표 1은 8890 GC의 하드웨어구성을 보여주고 표 2는 각 컬럼에 사용된 특정 운용 조건을 보여줍니다.

$\text{C}_5 \sim \text{C}_{44}$ 의 일반 탄화수소가 포함된 검량 표준물질을 Agilent D2887 검량 혼합물 (p/n G3440-85037)을 15mL의 카르보닐 이황화물에 용해하여 준비하였습니다. 이 용액을 표 2에 나열된 기기 조건을 사용해 각 컬럼에 대해 분석하였습니다. 검량 후 참조 가스 오일(RGO) 시료 1, 배치 2

(p/n 5060-9086)를 분석해 시스템 성능을 검증하였습니다. D2887 범위 전반의 끊는 범위를 나타내는 3가지 중간 유분 시료를 각 컬럼에 대해 분석하였습니다. RGO 시료 및 3가지 중간 유분 시료를 순수 원액 상태로 주입하였습니다.

표 1. ASTM D2887B용으로 구성된 8890

| 파라미터 | 값 |
|-----------|---|
| 자동 시료 주입기 | Agilent 7650 ALS |
| 시린지 | 자동 시료 주입기 시린지 5 μL (p/n G4513-80206) |
| 주입구 | Cool-on-column(COC) |
| 검출기 | 불꽃 이온화(FID) |

표 2. ASTM D2887용 8890 운용 조건

| ALS | 컬럼 1 | 컬럼 2 | 컬럼 3 |
|------------|--|--|--|
| 시료 주입량 | 0.1 μL | 0.1 μL | 0.1 μL |
| 주입 전 용매 세척 | 5 × 0.25 μL CS ₂ | 5 × 0.25 μL CS ₂ | 5 × 0.25 μL CS ₂ |
| 주입 전 시료 세척 | 없음 | 없음 | 없음 |
| 시료 펌핑 | 5 | 5 | 5 |
| 주입 후 용매 세척 | 5 × 0.25 μL CS ₂ | 5 × 0.25 μL CS ₂ | 5 × 0.25 μL CS ₂ |
| 점도 지연 | 2초 | 2초 | 2초 |
| 주입구 | | | |
| 최초 온도 | 100°C | 100°C | 100°C |
| 최초 유지 시간 | 0.1분 | 0.1분 | 0.5분 |
| 승온 속도 | 35°C/분 | 35°C/분 | 35°C/분 |
| 최종 온도 | 350°C | 350°C | 350°C |
| 컬럼 | | | |
| 유속 | 26mL/분 헬륨 | 35mL/분 헬륨 | 37mL/분 헬륨 |
| 최초 온도 | 60°C | 40°C | 40°C |
| 최초 유지 시간 | 0.1분 | 0.1분 | 0.5분 |
| 승온 속도 | 35°C/분 | 35°C/분 | 35°C/분 |
| 최종 온도 | 360°C | 360°C | 360°C |
| FID | | | |
| 온도 | 360°C | 350°C | 350°C |
| 수소 유량 | 40mL/분 | 40mL/분 | 40mL/분 |
| 공기 유량 | 400mL/분 | 400mL/분 | 400mL/분 |
| 보충 유량 | 15mL/분에서 N ₂ | 15mL/분에서 N ₂ | 15mL/분에서 N ₂ |

결과 및 토의

그림 1은 3가지 모든 컬럼에서의 검량 표준물질 분석을 보여줍니다. 각 컬럼에서 $C_5 \sim C_8$ 노말 알케인의 분리가 우수한 것으로 나타났고 $C_6 \sim C_{44}$ 의 모든 피크에 대한 평균 피크 비대칭도는 1.1인 것으로 나타났습니다. 또한, $n\text{-}C_{16}$ 및 $n\text{-}C_{18}$ 에 대한 크로마토그래피 분리능은 각 컬럼에서 4보다 컸습니다. 그림 2는 Agilent SimDis 소프트웨어를 사용하여 수집한 컬럼 1에 대한 일반적인 비점 계산 리포트를 보여줍니다. 컬럼 2 및 3의 검량 데이터에 대한 리포트가 비슷하였습니다(표시되지 않음).

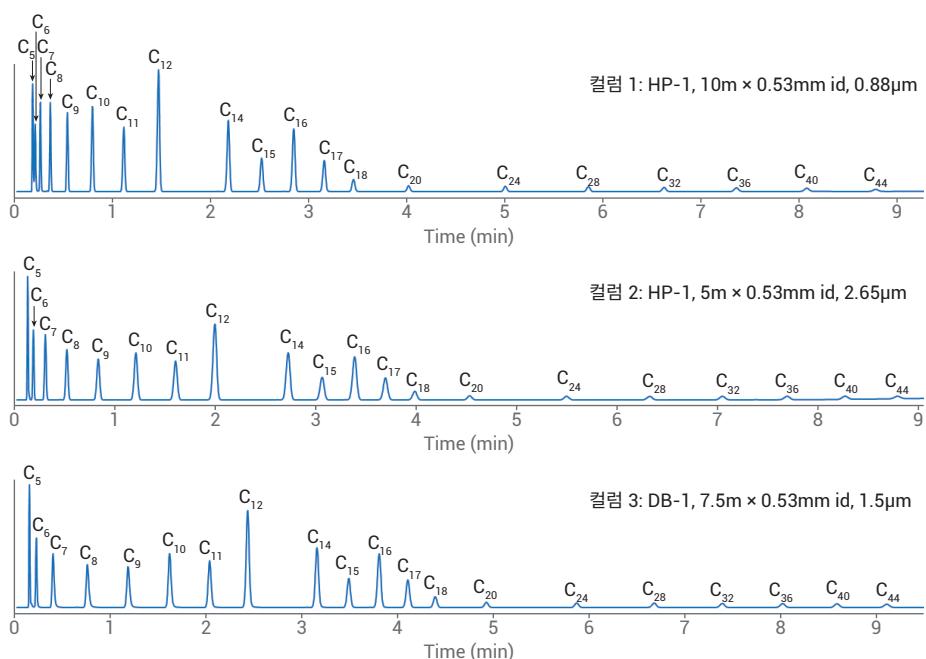


그림 1. ASTM D2887B에 지정된 각 컬럼에서 검량 표준물질 분석

Simulated Distillation Calibration Report

D2887 Std

SYSTEM -- 12-Jul-18, 12:46:06 -- D2887B_COC_Col1_Cal
C:\Chem32\3\Data\Nexus_D2887_180712\Calibration\Setup_180712 2018-07-12 11:48:53\Calibration.D (GC DATA FILE)

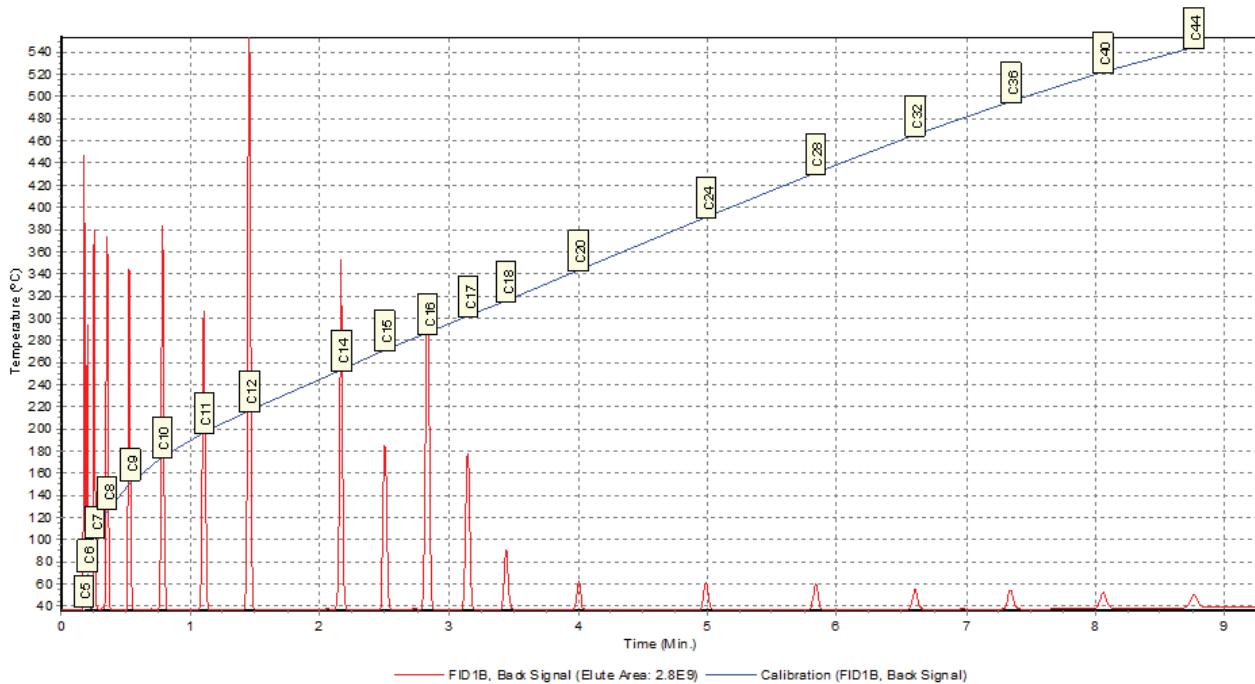


그림 2. 컬럼 1에 대한 SimDis 비점 검량선

시료를 분석하기 전에 RGO 시료를 분석하고 실험 커트 포인트를 발행된 참조값과 비교해 시스템 성능을 검증하였습니다. 그림 3은 컬럼 1에서 확보한 비점률 곡선 및 RGO 결과가 포함된 엔지니어링 리포트를 보여줍니다. 표 3에는 참조값과 비교한 실험 RGO 성능 결과가 나열되어 있습니다. 각 컬럼에서 실험 커트 포인트 온도가 ASTM에서 허용한 범위 내에 포함됩니다.

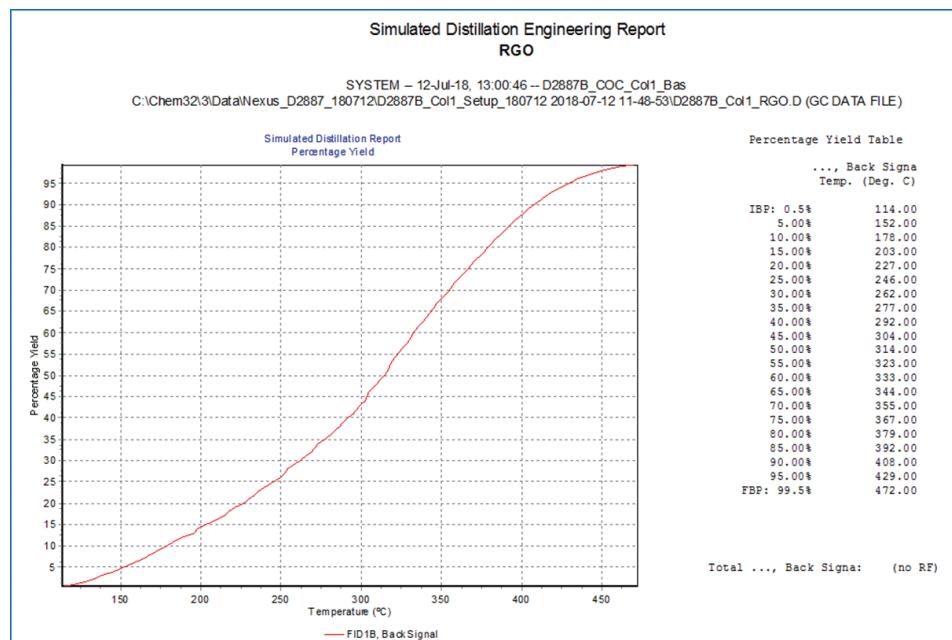


그림 3. 컬럼 1에서 RGO 분석에 대한 비점을 곡선 및 결과를 보여주는 Agilent SimDis 엔지니어링 리포트

표 3. 각 D2887B 컬럼에 대한 RGO 성능 결과

| | Ref | Allowed | 컬럼 1 | | 컬럼 2 | | 컬럼 3 | |
|-----------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| % Off | Temp °C | Diff °C |
| IBP(0.5) | 115 | 7.6 | 114 | 1.0 | 115 | 0.0 | 115 | 0.0 |
| 5 | 151 | 3.8 | 152 | 1.0 | 151 | 0.0 | 151 | 0.0 |
| 10 | 176 | 4.1 | 178 | 2.0 | 175 | 1.0 | 177 | 1.0 |
| 15 | 201 | 4.5 | 203 | 2.0 | 201 | 0.0 | 202 | 1.0 |
| 20 | 224 | 4.9 | 227 | 3.0 | 224 | 0.0 | 225 | 1.0 |
| 25 | 243 | | 246 | 3.0 | 243 | 0.0 | 244 | 1.0 |
| 30 | 259 | 4.7 | 262 | 3.0 | 259 | 0.0 | 259 | 0.0 |
| 35 | 275 | | 277 | 2.0 | 275 | 0.0 | 275 | 0.0 |
| 40 | 289 | 4.3 | 292 | 3.0 | 289 | 0.0 | 289 | 0.0 |
| 45 | 302 | | 304 | 2.0 | 302 | 0.0 | 303 | 1.0 |
| 50 | 312 | 4.3 | 314 | 2.0 | 312 | 0.0 | 312 | 0.0 |
| 55 | 321 | 4.3 | 323 | 2.0 | 321 | 0.0 | 321 | 0.0 |
| 60 | 332 | 4.3 | 333 | 1.0 | 331 | 1.0 | 332 | 0.0 |
| 65 | 343 | 4.3 | 344 | 1.0 | 342 | 1.0 | 342 | 1.0 |
| 70 | 354 | 4.3 | 355 | 1.0 | 353 | 1.0 | 353 | 1.0 |
| 75 | 365 | 4.3 | 367 | 2.0 | 365 | 0.0 | 365 | 0.0 |
| 80 | 378 | 4.3 | 379 | 1.0 | 378 | 0.0 | 378 | 0.0 |
| 85 | 391 | 4.3 | 392 | 1.0 | 391 | 0.0 | 391 | 0.0 |
| 90 | 407 | 4.3 | 408 | 1.0 | 407 | 0.0 | 407 | 0.0 |
| 95 | 428 | 5 | 429 | 1.0 | 428 | 0.0 | 428 | 0.0 |
| FBP(99.5) | 475 | 11.8 | 472 | 3.0 | 474 | 1.0 | 473 | 2.0 |

그림 4, 5 및 6은 3가지 컬럼을 사용해 수집한 3가지 중간 유분 시료 및 RGO 크로마토그램을 보여줍니다. 시료 크로마토그램이 놀라울 정도로 비슷하며, 프로파일 및 머무름 시간에서의 작은 차이는 컬럼 차수 및 운용 조건 차이 때문입니다 (표 2 참조). 시료 분석 후 나온 데이터를 각 컬럼의 검량 분석을 사용하여 SimDis 소프트웨어로 처리하였습니다(그림 1 및 2). 표 4에서는 3가지 중간 유분 시료에 대해 분석한 결과를 비교합니다. 각 커트 포인트에서 수집한 온도가 3가지 모든 컬럼에서 거의 동일합니다.

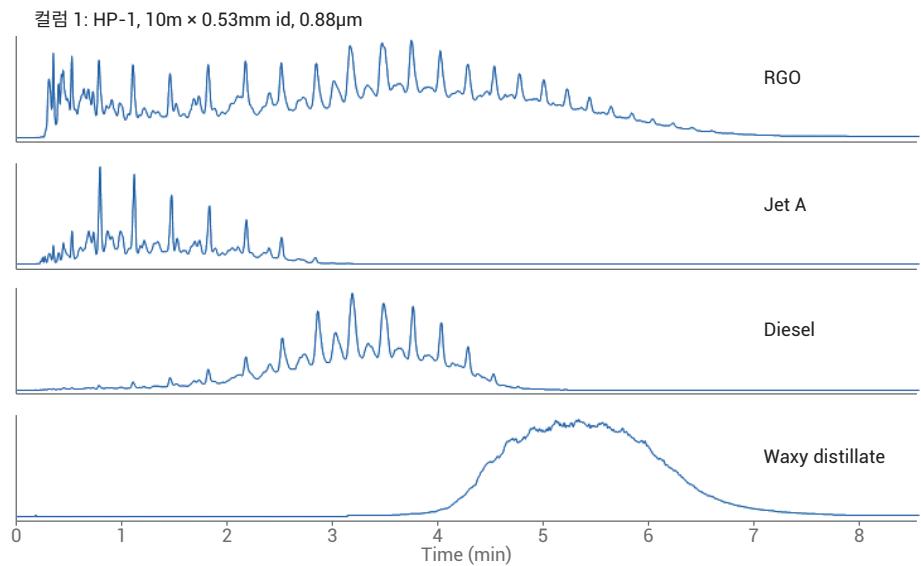


그림 4. 컬럼 1에서 RGO 및 중간 유분 시료 분석

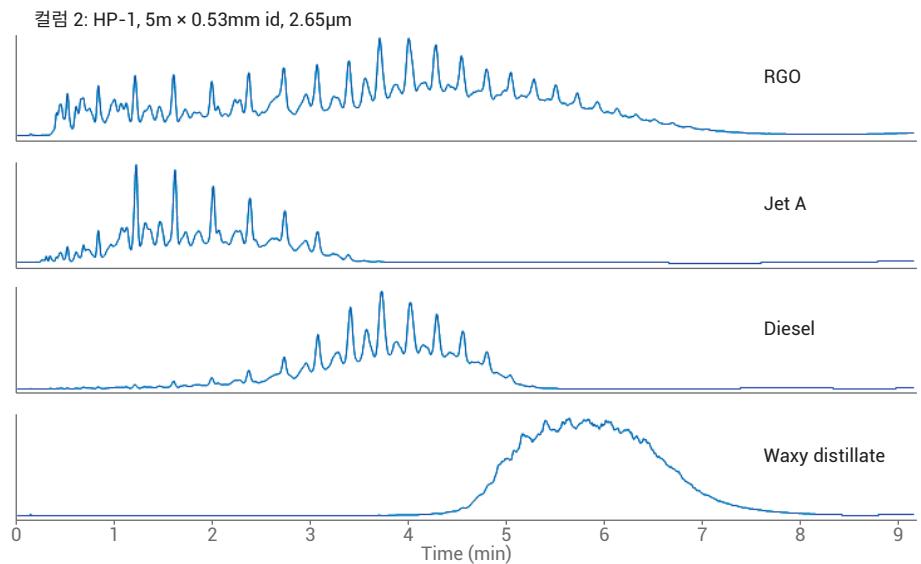


그림 5. 컬럼 2에서 RGO 및 중간 유분 시료 분석

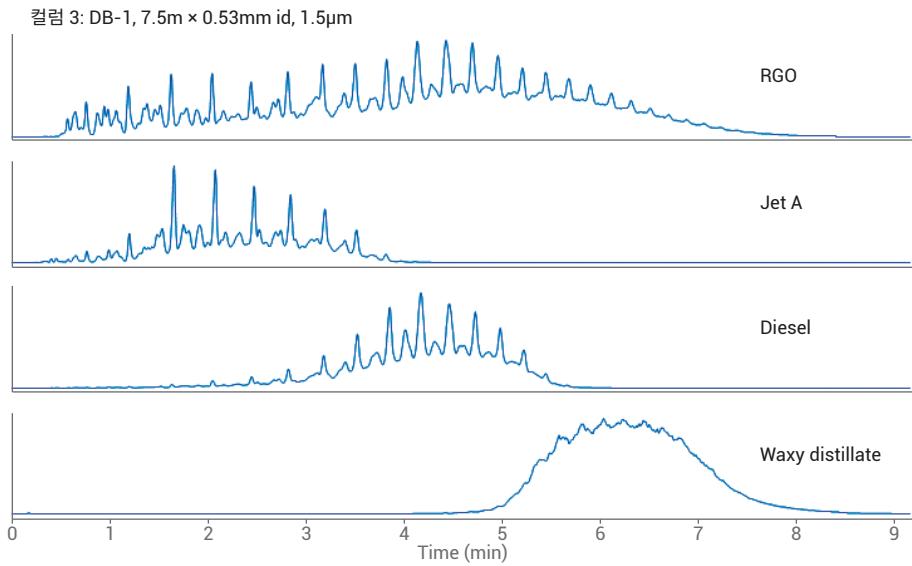


그림 6. 컬럼 3에서 RGO 및 중간 유분 시료 분석

표 4. 3가지 D2887B 컬럼에서 3가지 시료 분석 결과 비교

| % Off | 제트 A | | | 디젤 | | | Waxy 유분 | | |
|-----------|------|------|------|------|------|------|---------|------|------|
| | 컬럼 1 | 컬럼 2 | 컬럼 3 | 컬럼 1 | 컬럼 2 | 컬럼 3 | 컬럼 1 | 컬럼 2 | 컬럼 3 |
| IBP(0.5) | 103 | 104 | 103 | 156 | 152 | 157 | 333 | 336 | 336 |
| 5 | 145 | 145 | 146 | 230 | 229 | 231 | 363 | 361 | 362 |
| 10 | 162 | 162 | 163 | 253 | 252 | 254 | 371 | 369 | 370 |
| 15 | 169 | 169 | 170 | 267 | 266 | 267 | 377 | 375 | 376 |
| 20 | 175 | 175 | 176 | 274 | 273 | 275 | 382 | 380 | 382 |
| 25 | 180 | 180 | 181 | 283 | 282 | 283 | 387 | 385 | 387 |
| 30 | 186 | 186 | 188 | 288 | 288 | 289 | 392 | 390 | 392 |
| 35 | 193 | 193 | 194 | 295 | 294 | 295 | 396 | 395 | 397 |
| 40 | 197 | 197 | 198 | 299 | 299 | 300 | 401 | 399 | 401 |
| 45 | 202 | 202 | 203 | 304 | 303 | 305 | 405 | 404 | 406 |
| 50 | 209 | 209 | 210 | 307 | 306 | 308 | 409 | 408 | 410 |
| 55 | 216 | 216 | 217 | 313 | 312 | 314 | 414 | 413 | 415 |
| 60 | 219 | 219 | 221 | 318 | 317 | 319 | 418 | 417 | 419 |
| 65 | 227 | 227 | 228 | 321 | 320 | 322 | 423 | 421 | 424 |
| 70 | 233 | 233 | 235 | 327 | 326 | 328 | 428 | 426 | 428 |
| 75 | 237 | 237 | 238 | 332 | 331 | 333 | 433 | 431 | 433 |
| 80 | 246 | 246 | 247 | 337 | 337 | 339 | 438 | 437 | 439 |
| 85 | 253 | 253 | 254 | 344 | 344 | 345 | 444 | 443 | 445 |
| 90 | 261 | 260 | 262 | 350 | 350 | 351 | 452 | 451 | 452 |
| 95 | 271 | 271 | 272 | 358 | 358 | 359 | 465 | 464 | 465 |
| FBP(99.5) | 292 | 291 | 293 | 379 | 379 | 379 | 503 | 503 | 502 |

결론

8890 GC는 3가지 지정된 캐필러리 컬럼 중 하나를 사용하는 가속 ASTM D2887B 분석법에 따라 모의 증류 분석을 성공적으로 수행하는 것으로 나타났습니다. 각 구성에서 피크 대칭성, 분리능 및 RGO 검증을 위한 성능 측정 기준이 쉽게 충족되었습니다.

8890 GC 시스템은 ASTM D2887 범위 전반의 비점을 나타내는 3가지 시료에 대해 일관된 커트 포인트 온도를 나타냈습니다.

참고 문헌

1. ASTM D2887-16a, Standard Test Method for Boiling Range Distribution of Petroleum Fractions by Gas Chromatography, ASTM International, West Conshohocken, PA, **2016**, www.astm.org.

www.agilent.com/chem

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2018
2018년 12월 6일, 한국에서 인쇄
5994-0548KO

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

