

Agilent 990 Micro GC를 이용한 Sulfur Dioxide 분석

저자

Jie Zhang
Agilent Technologies, Inc.

서론

황산은 세계에서 가장 중요한 화학물질 중 하나로 비료, 안료, 염료, 약물, 폭발물, 세제, 무기염 및 산을 제조하는데 널리 사용됩니다. 또한 석유 정제와 야금 공정에도 쓰입니다.

황산 제조에서 가장 중요한 공정은 접촉 공정입니다. 이 공정에서, 황은 공기 중에 연소하여 sulfur dioxide(SO_2)를 만듭니다. 그 다음, SO_2 는 oxygen(O_2)에 의해 sulfur trioxide(SO_3)로 전환됩니다. SO_2 와 O_2 의 반응은 가역적이며, 일반적으로 촉매를 사용하여 반응속도를 높여 SO_3 의 생성량을 증가시킵니다.

접촉 공정에서, SO_2 의 농도를 O_2 와의 반응 전후로 모니터링하여 SO_2 의 전환율을 추적해야 합니다. SO_2 와 O_2 가 SO_3 를 만들기 위해 적절한 비율인지를 보장하기 위해 O_2 의 농도도 모니터링해야 합니다. Agilent 990 Micro GC는 SO_2 와 O_2 에 대한 빠르고 정확한 측정으로 SO_3 제조 공정의 제어를 돕습니다.

실험

채널 1: O₂ 분석을 위한 머무름 시간 안정성(RTS) 옵션을 갖춘 10m, Agilent CP-Molesieve 5Å, 백플러시 채널. 백플러시 옵션과 RTS는 수분, CO₂, SO₂ 및 기타 오염물질로부터 Molesieve 5Å 컬럼을 보호하기 위해 사용합니다. 이것은 RT 재현성 및 Molesieve 5Å 컬럼 성능의 장기간 유지에 도움이 됩니다.

채널 2: SO₂ 분석을 위한 12m, Agilent CP-Sil 19CB 일자형 채널.

그림 1은 채널 1의 O₂ 분석 크로마토그램입니다. 그림 2는 채널 2의 SO₂ 및 수분(H₂O)에 대한 분석 크로마토그램입니다. 제조 중에, H₂O는 O₂와 SO₂의 기체 혼합물에 수분으로 존재합니다. 그림 2는 시험 농도에서 CP-Sil 19CB 컬럼으로 SO₂와 H₂O를 효과적으로 분리할 수 있음을 보여줍니다. 이 크로마토그램의 피크 분리능은 3.6이며, SO₂를 정확하게 정량할 수 있습니다. 반응 가스에서, SO₂와 H₂O의 농도는 간혹 10%까지 높아집니다. 이렇게 높은 농도에서는 피크가 넓어지고, 분리능은 저하됩니다. 이러한 상황에서는, SO₂를 분석하기 전에 필터를 사용하여 반응 가스의 수분을 제거해야 합니다. 적용한 시험 조건에서, SO₂ 35ppm에 대한 신호 대 잡음비(S/N)는 98이며, 계산된 검출 한계는 1.1ppm입니다.

표 1. Agilent CP-Molesieve 5Å 및 Agilent CP-Sil 19CB 채널의 시험 조건

채널 종류	10m, Agilent CP-Molesieve 5Å, 백플러시	12m, Agilent CP-Sil 19CB, 일자형
주입구 온도	110°C	110°C
컬럼 압력	200kPa	220kPa
컬럼 온도	80°C	50°C
운반 가스	헬륨	헬륨
백플러시 시간	7초	NA
주입 시간	40ms	40ms

표 2. SO₂ 검량 가스 표준물질

화합물	농도
SO ₂	0.1%
N ₂	Balance

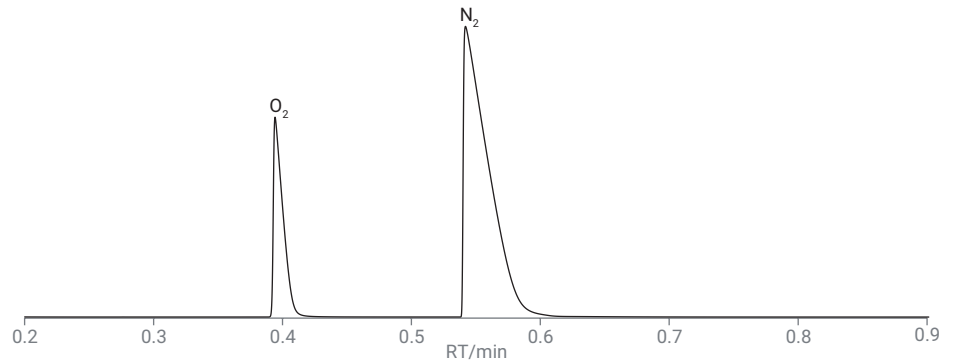


그림 1. Agilent CP-Molesieve 5Å 채널의 O₂ 분석

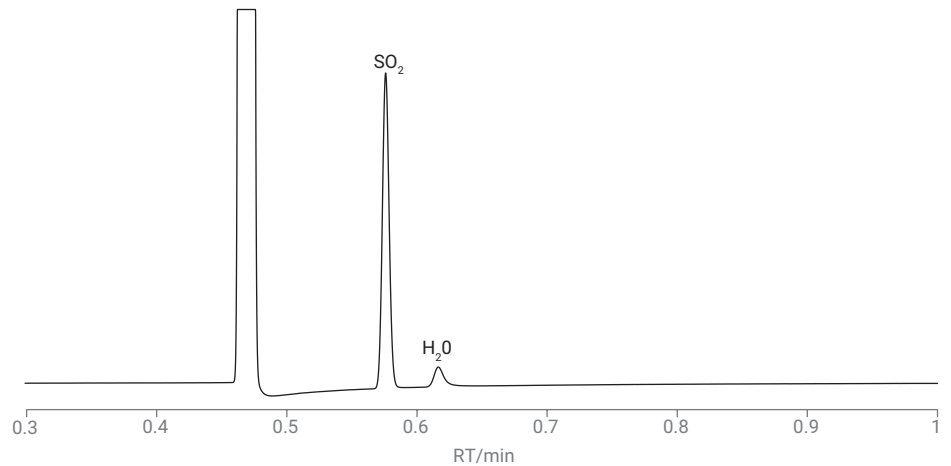


그림 2. Agilent CP-Sil 19CB 채널의 SO₂ 및 H₂O 분석

검량 표준물질 10회 주입으로 기기 반복성을 평가하였습니다(SO₂ 1,000ppm 및 실험실 공기). 표 3은 O₂와 SO₂에 대한 RT 및 면적 RSD입니다. RT RSD%는 0.1% 미만이고, 면적 RSD%는 1% 미만입니다.

결론

본 연구는 Agilent 990 Micro GC를 이용하여 촉매 성능 평가 또는 황산 제조 공정 제어에 사용할 수 있는 SO₂ 및 O₂에 대한 분석을 입증합니다. 특별히 선택한 컬럼 채널인, Agilent CP-Sil 19CB를 이용하여 0.1%의 SO₂ 및 H₂O를 3보다 우수한 분리능으로 분리할 수 있습니다. Oxygen은 백플러시 옵션을 갖춘 molecular sieve 채널에서 분석하였습니다. 정량 정밀도는 RT 반복성이 0.1% 미만, 면적 반복성이 1% 미만인 검량 표준물질과 실험실 공기의 10회 연속 분석으로 평가하였으며, SO₂와 O₂의 믿을 수 있는 적격성 및 정량 분석을 위한 우수한 기기 성능을 입증하였습니다.

표 3. 두 가지 분석 채널의 SO₂ 및 O₂에 대한 RT 및 면적 반복성

	SO ₂		O ₂	
	RT(분)	면적(mv×s)	RT(분)	면적(mv×s)
	0.576	1.689	0.395	74.520
	0.576	1.704	0.395	74.622
	0.575	1.700	0.395	74.598
	0.575	1.721	0.395	74.616
	0.575	1.697	0.395	74.596
	0.575	1.694	0.395	74.608
	0.576	1.669	0.395	74.592
	0.576	1.684	0.395	74.568
	0.576	1.680	0.395	74.568
	0.575	1.716	0.395	74.617
평균	0.576	1.695	0.395	74.592
RSD%	0.09	0.93	0.002	0.041

www.agilent.com/chem

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
2019년 8월 6일, 한국에서 인쇄
5994-1044KO

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