

화학적 순도 분석

기술적 이점: FID를 가진 Agilent Intuvo 9000 GC



소개

모노사이클릭 방향족 탄화수소는 폴리머 생산에 사용되는 중요한 원료 고분자입니다. ASTM 위원회 D16은 이러한 많은 종류의 화합물에 대한 순도를 규정하고 있습니다. ASTM D7405 method는 가스 크로마토그래피를 이용해 전체 화학적 순도 및 주요 불순물 함유량을 측정하여 검량 세부 사항들을 규정합니다. 이러한 분석은 분석 화학자로 훈련받지 않은 생산 관련 기술자들이 자주 수행하게 됩니다. 정밀성을 유지하면서 기법을 단순화하기 위해 D7504 method는 유효 탄소 번호(ECN) 반응을 이용해 시료 전처리 및 기기 검량 과정을 제거했습니다. 이 기법을 효과적으로 수행하려면 단일 수행에서 무게 범위 10^{-4} ~ 99.5%의 시료 성분이 검출되어야 합니다.

Agilent Intuvo 9000 GC는 정기적인 화학적 순도 분석을 보다 빠르고 쉽게 수행하도록 설계되었습니다

- 클릭 후 바로 실행되는 컬럼 디자인은 전문가적 수준의 컬럼 설치 기술을 필요로 하지 않습니다.
- 자동 범위 조절 불꽃 이온화 검출기는 과부하 없이 큰 농도 범위에 걸쳐 피크 반응을 정량적으로 분석할 수 있습니다.
- 작은 설치 면적과 낮은 자원 사용량으로 생산 실험실에 적합합니다.
- 단순하고 직관적인 터치스크린 인터페이스를 자랑합니다.

추가 정보는 다음 사이트에서 확인하십시오.

www.agilent.com/chem/intuvo



Agilent Technologies

방법

GC 기기 운영 조건

파라미터	값
주입구	100:1 split, 270°C
주입량	0.5μL
컬럼	Agilent HP-Innowax, 60m × 0.32mm, 0.5μm(p/n 19091N-216-INT)
일정한 컬럼 흐름	2.1mL/분 헬륨
컬럼 온도	10분간 60°C 5°C/분으로 150°C까지, 10분간 유지
검출기	불꽃 이온화 검출기, 300°C

결과 및 토의

그림 1에는 혼합 자일렌 시료의 10회 연속 주입에서 나타난 결과를 보여 줍니다. 단일 주입에서 Agilent Intuvo 9000 GC 불꽃 이온화 검출기(FID)는 4개의 큰 C8 방향족 피크 및 그보다 작은 불순물들을 정량적으로 분석할 수 있게 해 줍니다. 표 1에는 그 정량 분석의 결과가 나와 있습니다. 이 시료에서 발견된 모든 구성 물질은 단일 실험실 정밀성을 만족시켰습니다.

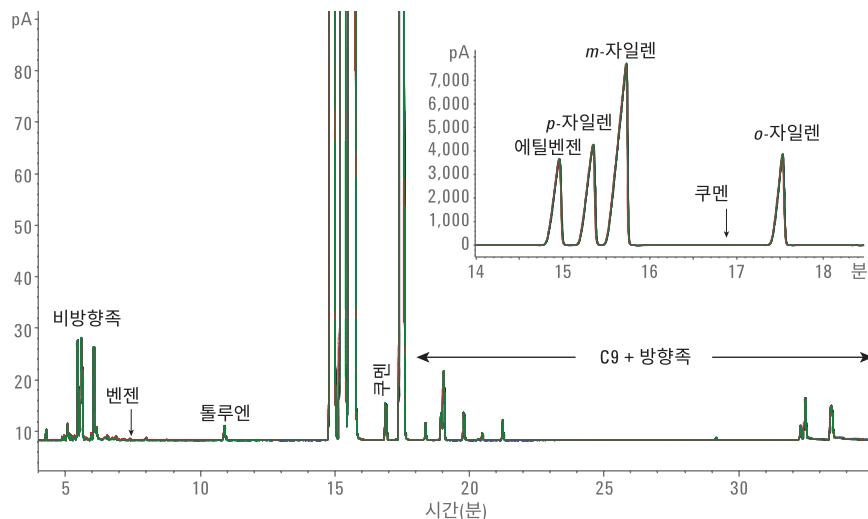


그림 1. 자일렌 혼합물을 분석에 대해 10개의 오버레이. 자동 범위 조절 FID는 단일 실행에서 크고 작은 피크를 정량적으로 검출해냅니다.

표 1. 자일렌 혼합물의 10회 D7504 분석 결과

실행	비방향족 wt %	톨루엔 wt %	에틸벤젠 wt %	p-자일렌 wt %	m-자일렌 wt %	쿠멘 wt %	o-자일렌 wt %	C9+ 방향족 wt %
1	0.1982	0.0101	16.84	21.05	46.43	0.0221	15.29	0.1667
2	0.1991	0.0100	16.83	21.05	46.43	0.0219	15.30	0.1662
3	0.1986	0.0100	16.84	21.05	46.43	0.0218	15.29	0.1646
4	0.1994	0.0100	16.83	21.05	46.43	0.0219	15.30	0.1595
5	0.1984	0.0100	16.83	21.04	46.43	0.0219	15.30	0.1623
6	0.1993	0.0101	16.84	21.04	46.43	0.0219	15.31	0.1651
7	0.2008	0.0100	16.83	21.04	46.43	0.0219	15.30	0.1632
8	0.1998	0.0101	16.84	21.04	46.43	0.0219	15.30	0.1566
9	0.2005	0.0100	16.83	21.04	46.43	0.0219	15.30	0.1624
10	0.2005	0.0100	16.83	21.04	46.43	0.0219	15.31	0.1633
평균값	0.1995	0.0100	16.83	21.04	46.43	0.0219	15.30	0.1630
표준 편차	0.00092	0.00005	0.004	0.004	0.003	0.00007	0.006	0.00307
ASTM SD	0.00700	0.01400	0.007	0.029	0.021	0.00003	0.010	0.00100

Intuovo 9000 FID의 넓은 자동 반응 범위를 보여드리기 위해 고순도 톨루엔 시료도 분석되었습니다(그림 2). 검출기는 범위 0.16 ~ 13,500pA의 피크에만 감응할 수 있습니다. 이는 18ppm ~ 99.97%(무게 백분율)의 농도 차이를 나타냅니다.

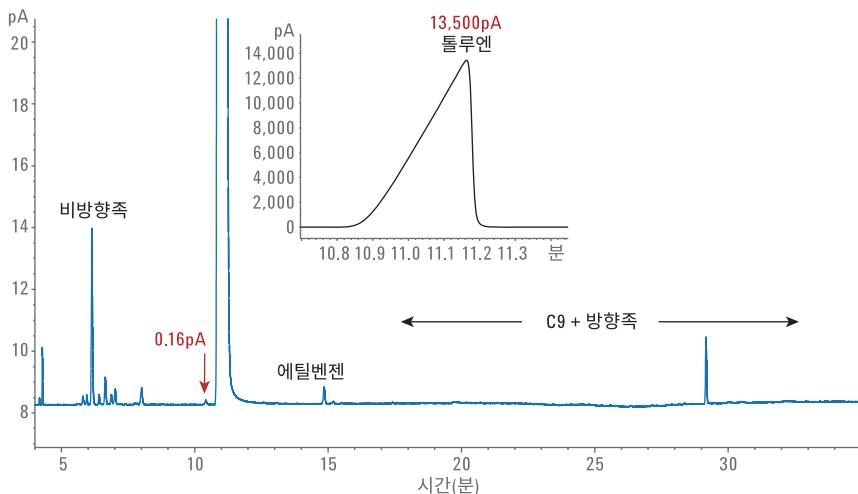


그림 2. 정제 톨루엔의 D7504 분석 결과. 단일 실행에서 매우 큰 비율의 구성 물질(99.97%)과 매우 작은 비율의 구성 물질(0.18ppm)이 모두 측정됩니다

결론

화학 업계는 정기적 모노사이클링 방향족 화합물의 GC 분석을 보다 쉽고 간단하게 수행할 수 있는 방안을 필요로 해왔습니다. 바로 이러한 목표를 위해 개발된 ASTM method D7504는 ECN 반응을 사용함으로써 전문가의 시료 전처리 및 검량의 필요성을 제거했습니다. Agilent Intuvo 9000 GC는 한층 더 쉬운 GC 분석법을 위해 한번의 클릭으로 컬럼 설치가 실행되는 기술을 적용했으며, 따라서 모든 수준의 사용자도 빠르고 정확하게 GC 컬럼을 교체할 수 있습니다. 또한 자동 범위 조절 FID를 적용한 ECN 반응법은 높은 수준의 정밀성을 자랑하는 분석 결과를 쉽고 효율적으로 제공합니다.

참고 문헌

1. ASTM D7504-15e1, Standard Test Method for Trace Impurities in Monocyclic Aromatic Hydrocarbons by Gas Chromatography and Effective Carbon Number, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2015, www.astm.org

www.agilent.com
이 발행물의 정보, 설명 및 사양은 사전 공지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2016
2016년 8월 1일 한국에서 발행
5991-7220KO

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



Agilent Technologies