

휘발유 내 황 분석: ASTM D5623에 따른 경질 석유



기술적 이점: SCD를 활용한 Agilent Intuvo 9000 GC



소개

석유화학 산업의 많은 분야에서 신뢰성 있는 황 측정이 요구됩니다. 석유 원료와 석유 제품에는 황 포함 화합물이 존재합니다. 이러한 종류의 화합물은 냄새가 나며, 종종 장비에 지장을 주고 다운스트림 공정에 악영향을 미칩니다. 때문에 전체 정유 공정에서 황 포함 화합물을 모니터링하고 있습니다.

황 포함 화합물의 분석은 전통적인 가스 크로마토그래피 시스템을 이용해 쉽게 수행하는 반면에 Agilent 8355 Sulfur Chemiluminescence 검출기(SCD)를 활용한 Agilent Intuvo 9000 GC는 추가적인 이점을 가진 고유한 솔루션을 제공합니다.

- 작은 설치 면적
- 높은 안정성
- 간편한 유지보수

Intuvo 9000 GC의 크기는 27cm로, 기존 GC 크기의 약 절반에 불과합니다. 특히 흐름 경로와 연결 패러다임으로 보다 견고한 분석을 제공하면서 분석법 개발을 위해 더 빠른 컬럼 교환이 가능합니다.

자세한 내용은 www.agilent.com/chem/intuvo를 참조하시기 바랍니다



Agilent Technologies

실험

기존 가스 크로마토그래프와 동등한 크로마토그래피 성능을 보여주기 위해 이전에 발행된 8355 SCD를 활용한 응용 자료¹와 동일한 표준물질이 사용되었습니다. 이 실험에서는 0.1 ~ 100ppm의 22가지 황 포함 화합물을 포함하는 isooctane 표준물질을 만들었으며, 직전성과 재현성을 증명하기 위해 사용되었습니다. 표준물질을 20ppb 및 10ppm으로 희석해 실제적인 검출 한계(LOD)를 측정합니다.

표준 오븐 프로그램에 이어 30m Agilent Intuvo DB1 컬럼을 이용해 분할 주입(10:1)을 수행하였습니다. SCD는 권장 온도와 유속으로 유지되었습니다. 분석법의 모든 세부 사항은 별도의 응용 자료²에서 확인할 수 있습니다.

결과 및 토의

이 실험에서는 Agilent Intuvo 9000 및 독립형 SCD를 이용해 0.1 ~ 100ppm 범위의 네 가지 표준물질을 측정했습니다. 22가지 화합물을 5회 연속 주입했을 때 평균 피크 면적 RSD는 각각 0.1ppm, 1ppm, 10ppm, 100ppm에 대해 4.1%, 3.2%, 2.9%, 2.2%였습니다. 평균 R² 값은 0.999였습니다.

그림 1A 및 1B는 10ppm 및 20ppb에서 22가지 분석 성분을 보여줍니다. Diphenyl disulfide는 내부 표준물질 중 하나입니다. 10ppm에서 모든 분석 성분은 우수한 피크 모양을 보여줍니다. 대부분의 분석 성분은 20ppb에서 베이스라인으로부터 분리되며, 50% 이상은 3보다 큰 신호대 잡음비(S/N)를 보여줍니다(표 1).

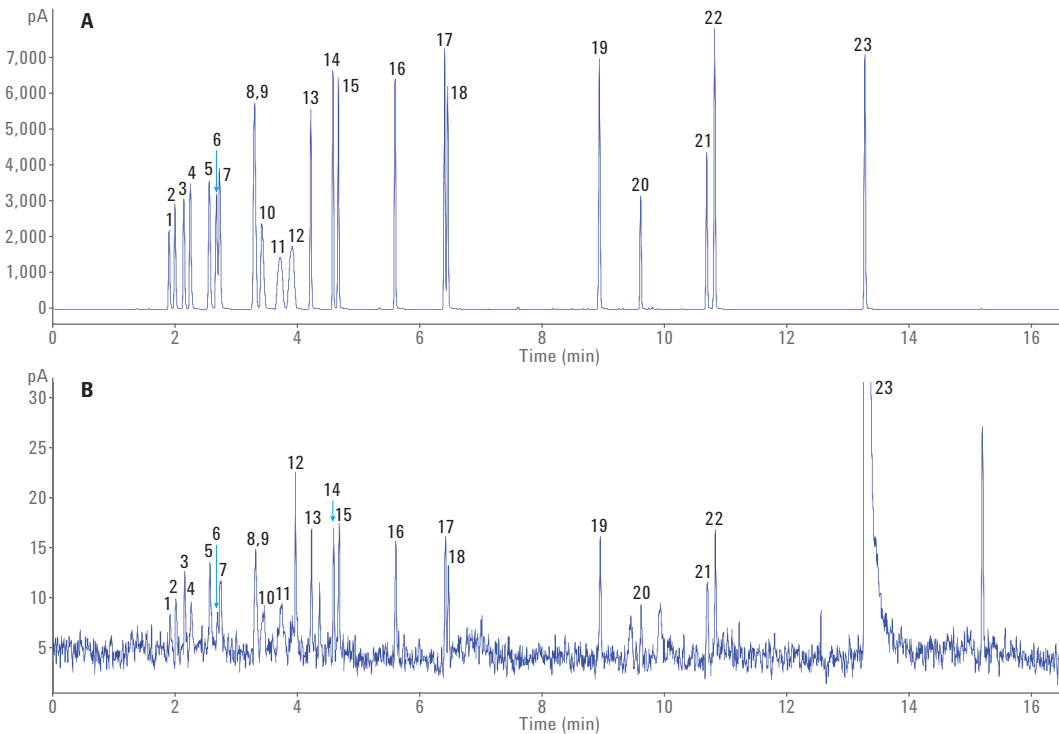


그림 1. 10ppm(A) 및 20ppb(B)에서 22가지 황 화합물을 분석한 크로마토그램. 피크 모양은 두 농도에서 적절히 유지됩니다.

표 1. 그림 1에 나오는 황 화합물에 대한 피크 식별; 및 20ppb 표준물질에서 확인된 S/N

피크	분석 성분	S/N(20ppb)
1	Ethanethiol	1.76
2	Dimethyl sulfide	2.43
3	Carbon disulfide	3.34
4	2-Propanethiol	2.04
5	2-Methyl-2-propanethiol	3.34
6	1-Propanethiol	1.48
7	Ethylmethyl sulfide	2.46
8	2-Butanethiol	4.01
9	Thiophene	ND
10	2-Methyl-1-propanethiol	2.00
11	Diethyl sulfide	1.34
12	1-Butanethiol	6.45
13	Dimethyl disulfide	4.79
14	2-Methylthiophene	4.83
15	3-Methylthiophene	5.04
16	3-Chlorothiophene	4.44
17	2-Bromothiophene	4.83
18	Diethyl disulfide	3.81
19	Di-tert-butyl disulfide	4.44
20	Thianaphthene	2.40
21	2-Methylbenzothiophene	3.31
22	3-Methylbenzothiophene	4.79
23	Diphenyl sulfide	ISTD

결론

Agilent 8355 SCD를 활용한 Agilent Intuvo 9000 GC는 동일한 검출기와 Agilent J&W DB1 컬럼이 장착된 기존 GC와 동일한 성능을 제공합니다. 광범위한 농도에서 면적 재현성과 직전성이 우수합니다. 베이스라인으로부터 관심있는 분석 성분을 분리할 수 있으므로 10:1 분할 비율을 고려할 때 2ppb의 실제적인 LOD를 제공합니다. 이 분석법은 혁신적인 흐름 경로로 설치 면적이 더 작고, 연결이 더 견고하며, 유지보수가 단순화되어 황 측정 방법의 신뢰성 있는 대안을 제공합니다.

참고문헌

1. Veeneman, R.; Smith, A. Detection of Sulfur Compounds in Gasoline According to ASTM D5623 with Agilent's Dual Plasma Sulfur Chemiluminescence Detector (8355), *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5991-6577EN, **2016**
2. Veeneman, R. Detection of Sulfur Compounds in Gasoline According to ASTM D5623 with Agilent's Intuvo GC and Dual Plasma Sulfur Chemiluminescence Detector, *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5991-7215EN, **2016**

www.agilent.com/chem/intuvo
이 발행물의 정보, 설명, 사양은 사전
고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2016
2016년 9월 1일, 한국에서 발행
5991-7178KO

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



Agilent Technologies