

8860 GC 시스템 및 온보드 데이터 처리를 이용한 단환 방향족 용매를 분석하기 위한 통합 분석법

저자

Youjuan Zhang
Agilent Technologies
(Shanghai) Co. Ltd. Shanghai
200131 P. R. China

개요

간단한 데이터 분석만 필요한 단순화된 워크플로를 사용하는 고객은 Agilent DA Express가 설치된 Agilent 8860 가스 크로마토그래피(GC) 시스템에서 Agilent Browser 인터페이스를 사용할 수 있습니다. 브라우저 인터페이스와 DA Express를 결합하면 추가적인 워크스테이션 소프트웨어 없이 온보드 데이터에 대한 수집, 기본 적분, 검량 및 보고 작업을 수행할 수 있습니다. 이 응용 자료에서는 브라우저 인터페이스와 DA Express를 사용한 방향족 용매 순도 분석을 위한 통합 분석법을 설명합니다.

서론

방향족 탄화수소의 순도를 측정하고 확인하는 일은 화학 및 석유화학 산업의 많은 QA/QC 실험실에서 일상적으로 수행하는 분석 작업입니다. 벤젠, 톨루엔, ethylbenzene, *p*-xylene, *o*-xylene, styrene 및 혼합 xylene과 같은 특정 방향족 화합물의 제조 과정에서 잔류 탄화수소 불순물의 유형과 양을 측정해야 하는 경우가 종종 있습니다. ASTM D7504 분석법¹은 사양을 설정하고 이러한 제품을 생산하거나 사용하는 내부 품질 관리 도구로 적합합니다.

석유화학 산업에서 중국 국가 표준의 대부분은 ASTM 분석법을 준수합니다. 현재 중국에서 운반 가스로 헬륨을 사용하는 ASTM D7504에 기반한 국가 표준 분석법이 없기 때문에, 많은 실험실에서 방향족 탄화수소의 불순물을 분석하기 위해 여러 가지 다른 ASTM 분석법을 실행해야 합니다. 방향족 탄화수소의 불순물을 일상적으로 분석하기 위한 단일하고 간단한 방법이 요구됩니다. 중국에서 질소가 일반적인 운반 가스로 사용된다는 점을 고려하면, 이 분석법으로 헬륨과 질소 운반 가스를 개별적으로 사용하는 두 가지 보편적인 분석법이 개발됩니다.

브라우저 인터페이스는 8860 GC의 주요 기능으로, 데스크톱, 랩톱 또는 태블릿을 통해 액세스할 수 있습니다. 이를 통해 사용자는 8860 GC의 대부분 기능을 쉽게 이용할 수 있습니다. 또한 분석법을 편집, 수정 및 저장하고 GC에서 직접 시퀀스를 수행할 수 있습니다. 간단한 데이터 분석만 필요한 단순화된 워크플로를 이용하는 실험실을 위해, 8860 GC의 브라우저 인터페이스에는 DA Express 옵션이 제공됩니다. 이 소프트웨어를 사용하면 기본 적분, 선형 검량 및 온보드 데이터 보고 작업을 수행할 수 있습니다. 이 “완전한 솔루션” 개념에는 분석법, 시퀀스 및 DA Express가 결합되어 있어, 방향족 용매 순도 분석을 위한 단순화된 워크플로를 제공합니다.

실험

이 연구는 분할/비분할 주입구와 불꽃 이온화 검출기(FID)가 장착된 Agilent 8860 GC에서 수행했습니다. 표 1 및 표 2는 운반 가스로 헬륨과 질소를 개별적으로 사용하는 운용 조건의 세부사항을 보여줍니다. 그림 1A와 1B에 나타난 바와 같이 브라우저 인터페이스를 통해 시퀀스를 실행하여 데이터 수집을 마치고 DA Express를 통해 데이터 적분을 수행했습니다.

표 1. 헬륨 운반 가스를 사용했을 때 통합 방향족 용매의 분리 조건.

파라미터	값
GC	Agilent 8860 GC 시스템
소프트웨어	애질런트 브라우저 인터페이스 및 DA Express
주입구	분할/비분할; 270°C; 분할비 100:1
라이너	Ultra Inert, 분할, 낮은 압력 강하, 유리솜(p/n 5190-2295)
컬럼	Agilent J&W HP-INNOWax, 60m × 0.32mm, 0.5µm(p/n 19091N-2161)
운반 가스	헬륨, 2.1mL/분, 일정 유속
오븐	60°C(10분간 유지), 5°C/분으로 150°C까지(10분간 유지)
검출기	FID, 300°C
주입량	0.6µL(ASTM D7504 분석법에서 권장) (p/n 5181-8810)

표 2. 질소 운반 가스를 사용했을 때 통합 방향족 용매의 분리 조건.

파라미터	값
GC	Agilent 8860 GC 시스템
소프트웨어	애질런트 브라우저 인터페이스 및 DA Express
주입구	분할/비분할; 270°C; 분할비 100:1
라이너	Ultra Inert, 분할, 낮은 압력 강하, 유리솜(p/n 5190-2295)
컬럼	Agilent J&W HP-INNOWax, 60m × 0.32mm, 0.5µm(p/n 19091N-2161)
운반 가스	질소, 1.5mL/분(일정 유속)
오븐	65°C(23분간 유지), 5°C/분으로 150°C까지, 실행 후 220°C(5분간 유지)
검출기	FID, 300°C
주입량	0.6µL(ASTM D7504 분석법에서 권장) (p/n 5181-8810)

화학물질, 표준물질, 시료

ANPEL Laboratory Technologies (Shanghai) Inc.에서 26가지 용매(>98% 순도) 및 *n*-hexane 단일 표준물질을 구입했습니다.

그림 2에 나타난 바와 같이, ASTM D7504 분석법에 명시된 0.1 중량%의 모든 방향족 용매 및 불순물을 함유하는 *n*-hexane 용액을 제조했습니다. 톨루엔, *o*-xylene, *p*-xylene, ethylbenzene 및 styrene 표준 시료를 주입하여 분석을 수행했습니다.

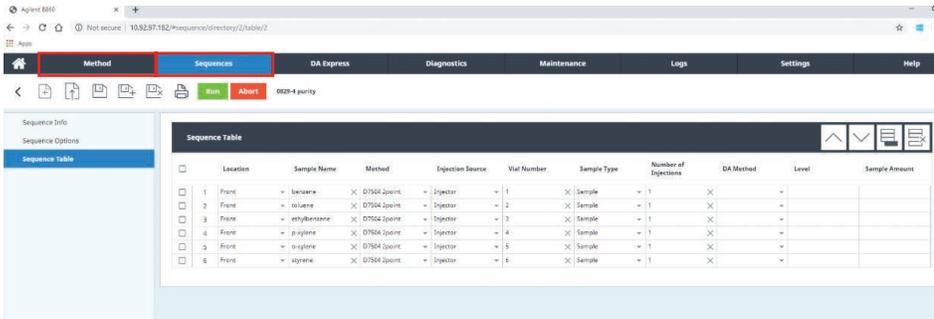


그림 1A. 애질런트 브라우저 인터페이스를 통한 시퀀스 편집 및 실행

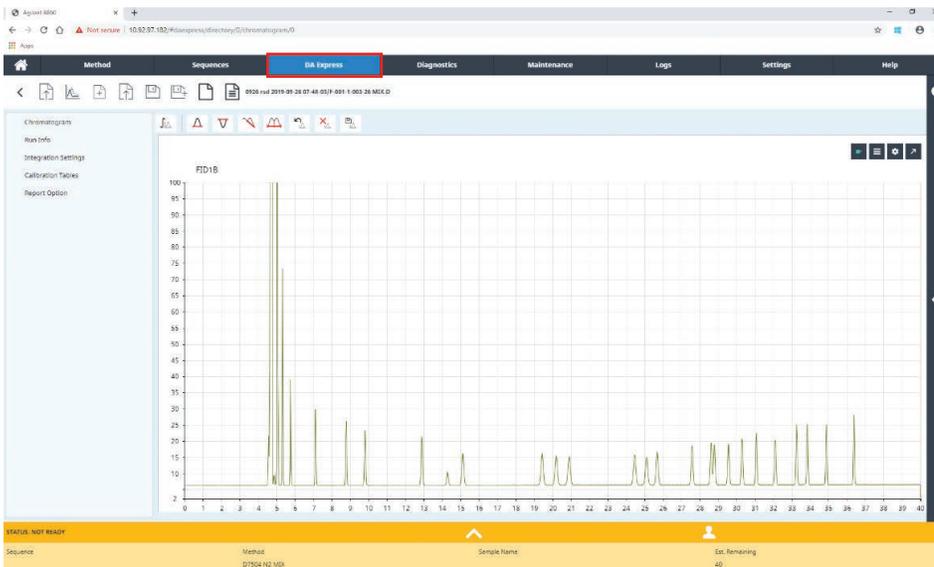


그림 1B. Agilent DA Express를 이용한 데이터 분석

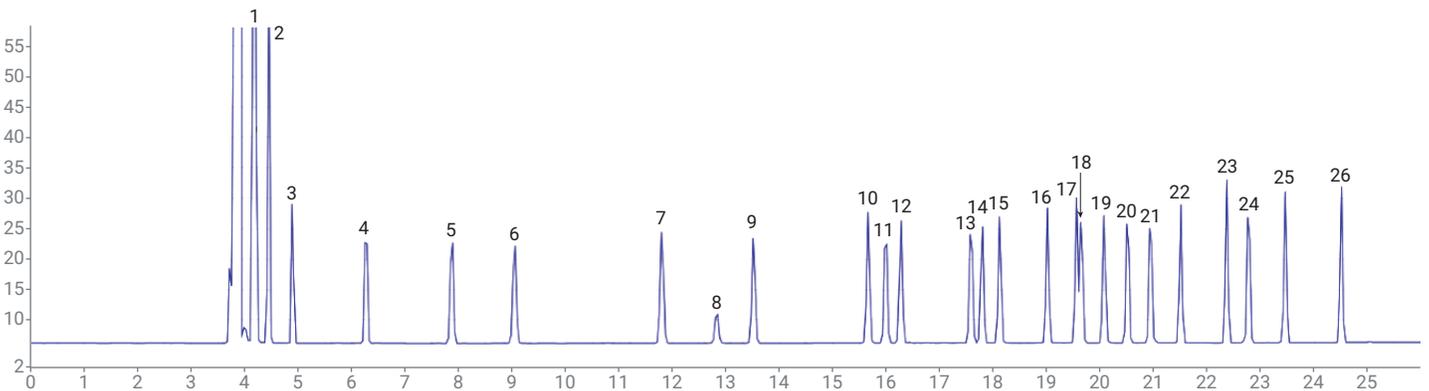


그림 2. 운반 가스로 He를 사용했을 때 26가지 화합물을 분리하기 위한 통합 분석법의 크로마토그램

결과 및 토의

ASTM D7504 분석법은 전반적인 화학 순도와 주요 불순물의 함량을 측정하기 위해 가스 크로마토그래피의 사용을 명시하고 있습니다. 그림 2는 헬륨(He)을 운반 가스로 사용했을 때 방향족 용매 및 불순물의 집합체를 함유한 헥산 용액에 대한 전형적인 크로마토그램을 보여줍니다. 크로마토그램에 나타난 바와 같이, 부분적으로 분리된 *p*-ethyltoluene 및 *m*-ethyltoluene을 제외한 대부분 화합물에 대해 베이스라인 분리를 실현했습니다.

중국에서 질소(N₂)가 널리 사용되고 경제적인 운반 가스를 고려하여, 이 응용 자료에서는 운반 가스로 N₂를 사용하는 분석법을 개발했습니다. 운반 가스의 종류와 유속은 분리능과 머무름 시간에 큰 영향을 미칩니다. 분리능과 분석 시간의 균형을 맞추기 위해 적절한 가스 유속을 설정하는 것이 중요합니다. 운반 가스로 N₂를 사용할 때의 실행 시간은 운반 가스로 He를 사용할 때보다 깁니다. 일부 관련이 없는 시료 내의 고비점 불순물을 컬럼에서 제거하고 분석 시간을 최대한 단축하기 위해 N₂ 분석법에 Post Run 기능을 이용했습니다. 그림 3은 운반 가스로 N₂를 사용했을 때 동일한 26가지 화합물을 함유한 헥산 용액에 대해 얻은 크로마토그램을 보여줍니다. 그림 2와

비교하여 분리능 및 감응 측면에서 유사한 크로마토그래피 성능이 얻어졌고 총 분석 시간은 더 길었습니다. 시스템의 안정성을 검증하기 위해 26가지 화합물 혼합물을 9회 연속해서 주입하는 식으로 재현성을 확인했습니다. 표 3은 모든 화합물에 대해 면적 %RSD가 2.06% 미만이고, 머무름 시간 %RSD는 0.026% 미만임을 보여줍니다.

표 3. N₂ 운반 가스를 사용했을 때 26가지 화합물에 대한 RSD 결과

번호	명칭	%RSD (n = 9)	
		RT	면적
1	Heptane	0.021	1.07
2	Cyclohexane	0.022	1.19
3	Octane	0.023	1.67
4	Nonane	0.02	1.85
5	벤젠	0.019	0.98
6	Decane	0.023	1.89
7	톨루엔	0.023	1.34
8	1,4-Dioxane	0.023	1.14
9	Undecane	0.023	1.75
10	Ethylbenzene	0.023	1.85
11	p-Xylene	0.026	1.62
12	m-Xylene	0.022	1.7
13	Cumene	0.014	1.91

번호	명칭	%RSD (n = 9)	
		RT	면적
14	Dodecane	0.011	2
15	o-Xylene	0.013	1.75
16	Propylbenzene	0.009	1.9
17	p-Ethyltoluene	0.008	1.87
18	m-Ethyltoluene	0.007	1.88
19	t-Butylbenzene	0.006	1.87
20	sec-Butylbenzene	0.007	1.79
21	Styrene	0.005	1.73
22	Tridecane	0.004	2.03
23	1,3-Diethylbenzene	0.004	2
24	n-Butylbenzene	0.004	2.06
25	α-Methylstyrene	0.003	1.91
26	Phenylacetylene	0.003	1.58

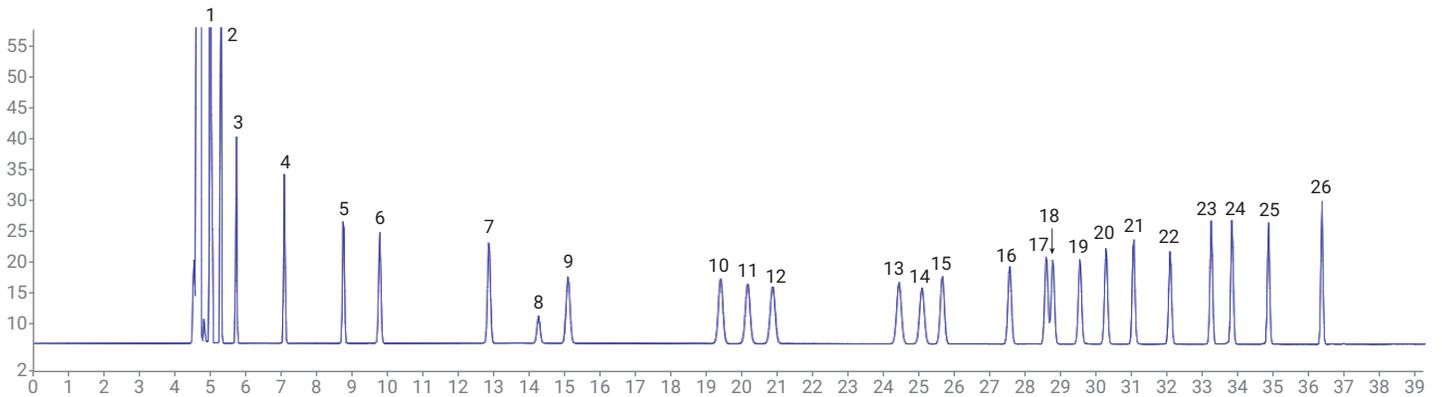


그림 3. 운반 가스로 N₂를 사용했을 때 26가지 화합물을 분리하기 위한 통합 분석법의 크로마토그램

톨루엔, ethylbenzene, o-xylene, p-xylene 및 styrene의 순도 분석

ASTM D7504 분석법은 운반 가스로 He를 사용 시 벤젠, 톨루엔, ethylbenzene, p-xylene, o-xylene, styrene 및 혼합 xylenes에서 총 비방향족 탄화수소 및 단환 방향족 탄화수소를 GC로 측정하는 내용을 다룹니다. 본 응용 자료에서 N₂ 분석법 (표 2)은 톨루엔, ethylbenzene, p-xylene, o-xylene 및 styrene에서 알려진 탄화수소 불순물의 측정 및 각 화합물 순도의 측정을 다룹니다. 이 분석법은 일반적으로 순도

99% 이상의 5가지 화합물을 분석하는 데 사용됩니다. 그림 4, 5, 6, 7 및 8은 톨루엔, ethylbenzene, o-xylene, p-xylene 및 styrene 표준 시료의 개별 크로마토그램을 보여줍니다. ASTM D7504 분석법은 또한 유효 탄소수(ECN) 감응을 사용하여 시료 전처리와 기기 캘리브레이션의 필요성을 없애줍니다. ECN 감응 계수를 이용해 각 성분의 피크 면적을 측정하고 조정했습니다. 각 성분의 농도는 조정된 총 피크 면적의 상대 백분율을 기준으로 계산하여 100%로 정규화했습니다. DA Express는 정규화된 면적 백분율을 사용하여 반정량 결과로 정성

분석을 수행하는 데 사용할 수 있습니다. 이는 내부 QA 또는 프로세스 모니터링을 수행하는 실험실의 수요를 충족할 수 있습니다. 전체 정량 보고서가 필요한 경우, 온보드 데이터를 DA Express로 적분할 수 있으며 피크 면적을 Excel로 내보내 ECN에 기반한 전체 정량 보고서를 나타낼 수 있습니다. 표 4, 5, 6, 7 및 8의 결과는 톨루엔, ethylbenzene, o-xylene, p-xylene 및 styrene의 중량% 및 ECN 계산에 기초한 해당 불순물을 개별적으로 보여줍니다.

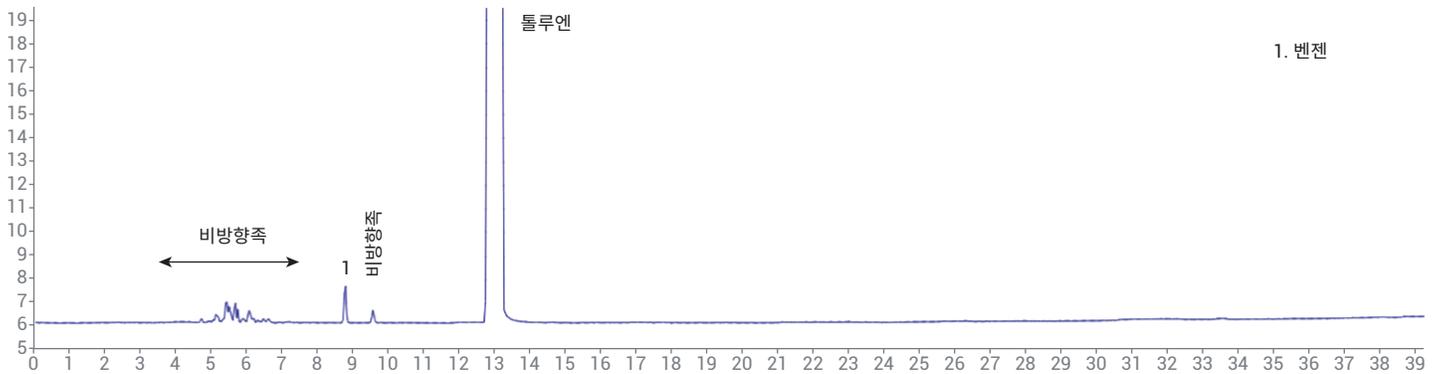


그림 4. N₂ 운반 가스를 사용하여 톨루엔 표준 시료 실행

표 4. N₂ 운반 가스 사용 시 톨루엔 순도 및 불순물

화합물	결과(중량%)
비방향족	0.0272
벤젠	0.0063
톨루엔	99.9665

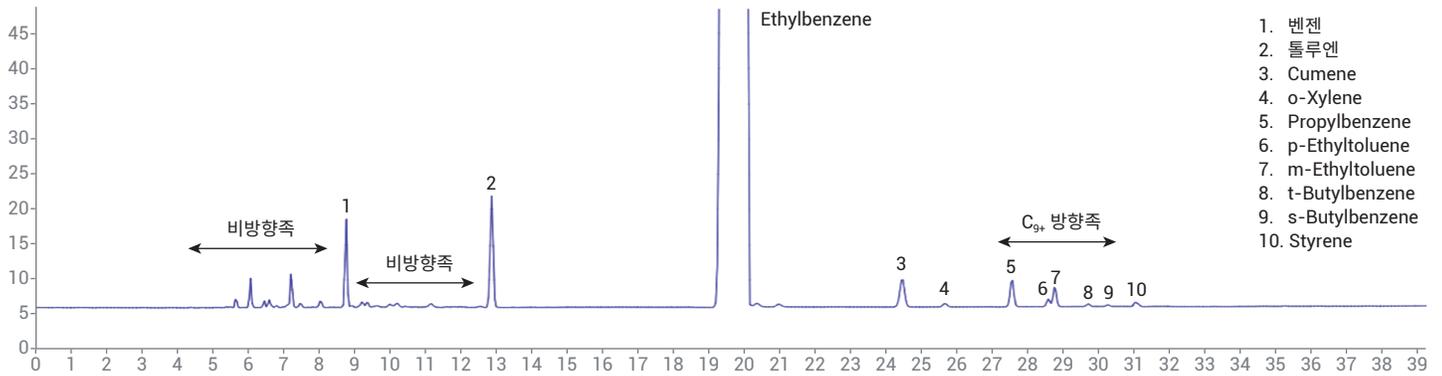


그림 5. N₂ 운반 가스를 사용하여 Ethylbenzene 표준 시료 실행

표 5. N₂ 운반 가스 사용 시 Ethylbenzene 순도 및 불순물

화합물	결과(중량%)
비방향족	0.0975
벤젠	0.0503
톨루엔	0.0861
Ethylbenzene	99.6661
Cumene	0.0351
o-Xylene	0.0042
Styrene	0.0052
C ₉₊ 방향족	0.0555

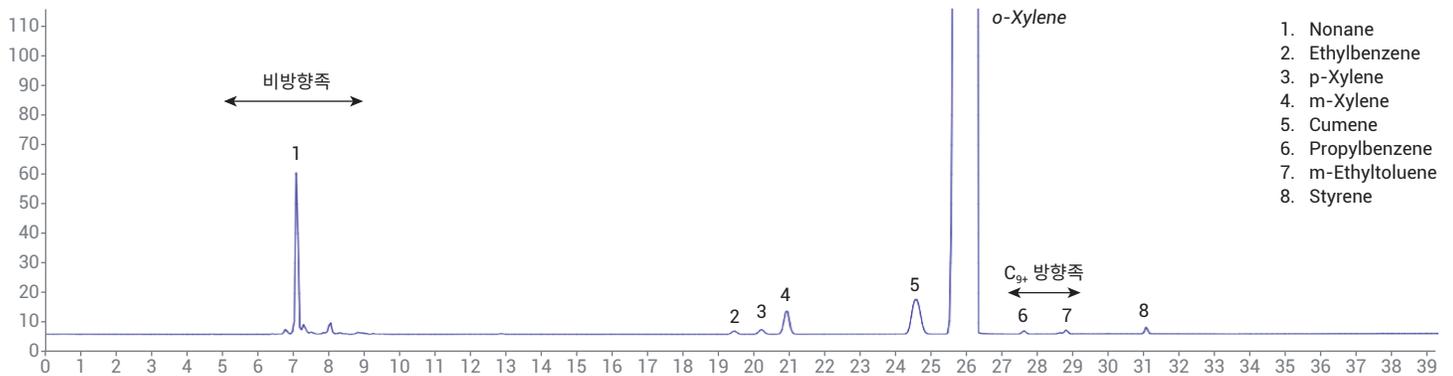


그림 6. N₂ 운반 가스를 사용하여 o-Xylene 표준 시료 실행

표 6. N₂ 운반 가스 사용 시 o-Xylene 순도 및 불순물

화합물	결과(중량%)
비방향족	0.3711
Ethylbenzene	0.0097
p-Xylene	0.0148
m-Xylene	0.0781
Cumene	0.1798
o-Xylene	99.327
Styrene	0.0123
C ₉₊ 방향족	0.0072

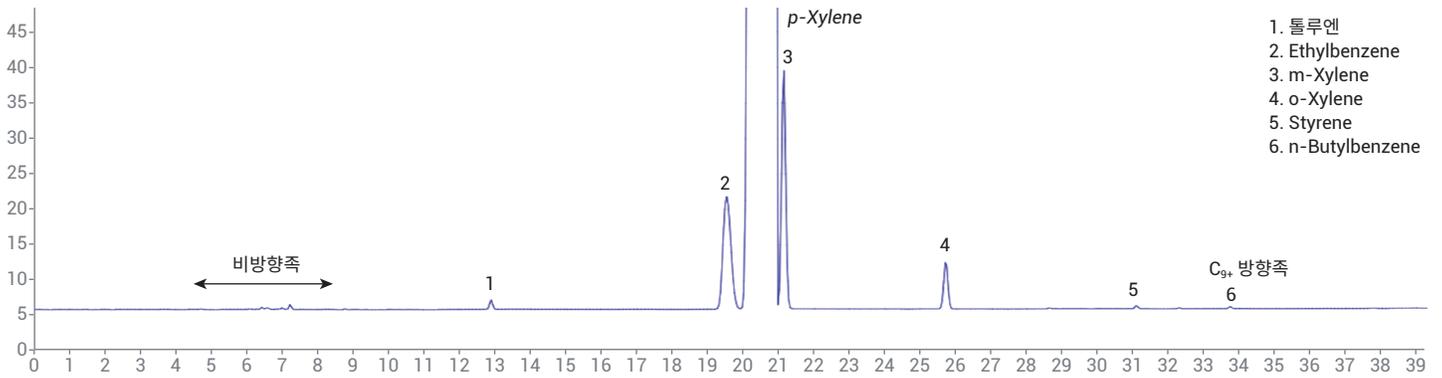


그림 7. N₂ 운반 가스를 사용하여 p-Xylene 표준 시료 실행

표 7. N₂ 운반 가스 사용 시 p-Xylene 순도 및 불순물

화합물	결과(중량%)
비방향족	0.0105
톨루엔	0.0079
Ethylbenzene	0.2307
p-Xylene	99.4344
m-Xylene	0.26
o-Xylene	0.052
Styrene	0.0028
C ₉₊ 방향족	0.0017

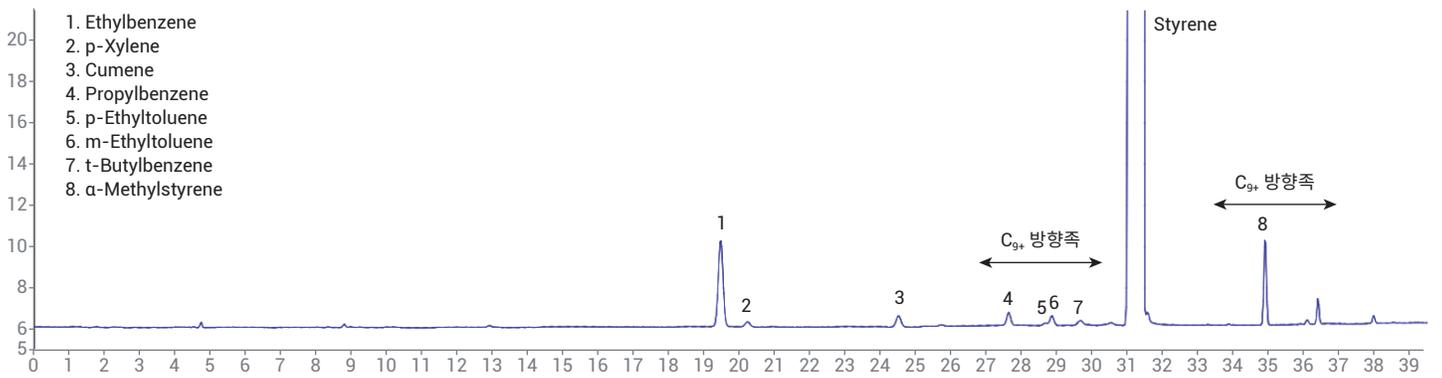


그림 8. N₂ 운반 가스를 사용하여 Styrene 표준 시료 실행

표 8. N₂ 운반 가스 사용 시 Styrene 순도 및 불순물

화합물	결과(중량%)
Ethylbenzene	0.0353
p-Xylene	0.0011
Cumene	0.0054
Styrene	99.921
C ₉₊ 방향족	0.0372

결론

Agilent 8860 GC 및 DA Express 소프트웨어를 갖춘 브라우저 인터페이스는 단한 방향족 용매 순도를 측정하기 위한 ASTM D7504 분석법을 성공적으로 실행할 수 있었습니다. 이 시스템은 또한 동일한 화합물 분석에 대해 운반 가스로 N₂를 사용하는 경우에도 훌륭하게 적용할 수 있음을 입증했습니다. DA Express는 브라우저 인터페이스 수집 방법 및 시퀀스와 결합했을 때 방향족 용매 분석을 수행하는 강력하고 간단한 접근 방식으로서, 데이터 분석을 수행하는 간편한 방법을 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**.
2. McCurry, J. D. A Unified Gas Chromatography Method for Aromatic Solvent Analysis. *Agilent Technologies*, publication number 5988-3741EN.
3. Zhou, Y. A Unified Method for the Analysis of Aromatic Solvent Using the Agilent 6820 Gas Chromatography System. *Agilent Technologies*, publication number 5988-9278EN.

www.agilent.com/chem

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
2019년 11월 15일, 한국에서 인쇄
5994-1586KO
DE.4777662037

한국에질런트테크놀로지스(주)
대한민국 서울특별시 서초구 강남대로 369,
A+ 에셋타워 9층, 06621
전화: 82-80-004-5090 (고객지원센터)
팩스: 82-2-3452-2451
이메일: korea-inquiry_lsca@agilent.com