

Application News

No.G323K

Gas Chromatography

Nexis™ GC-2030(TCD)를 이용한 Packed Column 분석 Packed Column Analysis of Gases Using Nexis™ GC-2030(TCD)

Nexis™ GC-2030 가스 크로마토그래프가 Packed Column을 지원하기 시작했습니다. Packed Column과 호환되는 검출기는 불꽃이온화 검출기(FID)와 열전도 검출기(TCD)입니다. 이 자료에서는 Nexis™ GC-2030을 이용한 SUS packed column TCD 분석의 예로서 Molecular Che 5A(MS-5A) column을 이용한 가스 분석을 소개하겠습니다.

■ Packed Column 지원 시스템

Packed Column과 호환되는 시스템인 Nexis™ GC-2030에 사용할 수 있는 SUS 칼럼은 GC-14, GC-17 또는 GC-2014에 사용된 것과 동일하며, 이들 장비 간에 공유할 수 있습니다.

Packed Column(PTCD-2030)를 위한 TCD의 경우, Column은 샘플 인젝터(SINJ)에 연결되고 캐리어 가스 유량은 AFC(Advanced Flow Controller)에 의해 제어됩니다.

Fig. 1은 PTCD-2030이 장착된 장치의 외관과 각각 SUS column과 빈 파이프를 Analysis 라인과 Reference 라인에 연결하는 예를 보여줍니다. 또한 같은 타입의 Column을 연결함으로써 온도 프로그램 분석에서 베이스라인 드리프트를 제거할 수 있습니다.

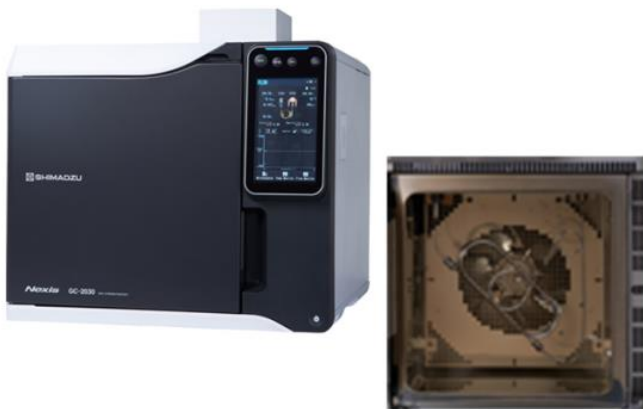


Fig. 1 Appearance of Instrument with PTCD-2030 and Example of SUS Column Installation

TCD를 사용한 가스 분석에서, 주입된 샘플의 양이 증가함에 따라, 샘플 주입과 관련하여 더 큰 베이스라인 드리프트를 야기할 수 있으며, 유지 시간이 짧은 화합물의 피크도 베이스 라인의 영향을

받게 됩니다. 베이스라인 드리프트를 줄이기 위해, GC-2014를 이용한 분석의 경우와 같이, 캐리어 가스 제어를 유량 제어에서 압력 제어로 변경하는 것이 효과적인 대책이 될 수 있습니다. 이러한 상황에서는 압력 제어를 위해 Advanced Pressure Controller (AUC APC)를 설치할 것을 권장합니다.

■ 가스 분석

가스 샘플은 SUS packed column (MS-5A)을 사용하여 분석하였습니다. 분석대상 표본으로는 He를 베이스 기체로 하여 H₂, CH₄, CO, C₂H₆를 각각 약 1000ppm(v/v)이 준비하였습니다. 표본은 Gas-tight 시린지를 이용해 목표 성분의 일정량을 반복적으로 채취한 뒤 블랭크 역할의 He가 채워진 백에 넣어 준비했습니다. 분석에는 각 가스의 1 mL를 Gas-tight 시린지로 흡인하여 수동으로 주입되었습니다. 이러한 작업 중에는 주변 가스가 백이나 시린지(니들)에 섞여 있었기 때문에 의도적으로 첨가되지 않은 N₂나 O₂도 분석하였습니다.

■ 가스 분석

Table. 1은 분석에 사용된 장비의 구성과 분석 조건을 나열한 것입니다.

Table. 1 Instrument Configuration and Analysis Conditions

Model	: Nexis GC-2030APT
Injection Mode	: Direct
Injection Volume	: 1 mL (gas-tight syringe)
Injection Temp.	: 120 °C
Carrier Gas	: He
Carrier Gas Control	: 40 mL/min
Column	: MS-5A 60/80 (2 m × 3 mm I.D.)
	* Reference line measurement was performed via a directly connected single column
Detector	: Thermal Conductivity Detector (TCD)
Detector Temp.	: 220 °C
Current	: 100 mA
Column Oven Temp.	: 60 °C (5min) - 10 °C/min - 200 °C (6min)

■ 가스 분석 결과

Fig.2는 가스분석에 대한 크로마토그램입니다.

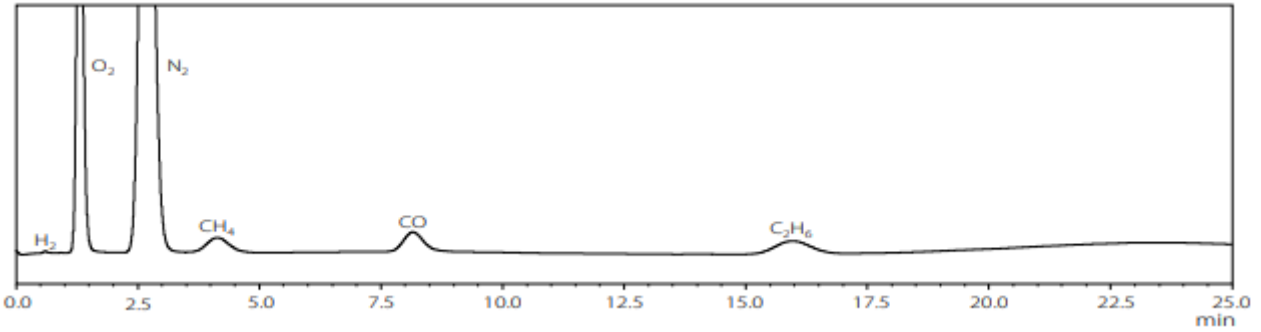


Fig. 2 Chromatogram of Gas Analysis

■ 샘플 주입과 베이스라인 드리프트

Fig. 3은 캐리어 가스의 유량을 제어하면서 0.5mL, 1mL 그리고 2mL의 샘플가스 주입으로 인한 베이스라인 드리프트를 나타냅니다. 그림에서 보듯이, 더 많은 샘플이 주입될수록 베이스라인이 크게 움직이고 있으며, 0.6분에서 H₂ 피크가 나올 때까지 베이스라인 드리프트가 여전히 발생하는 것을 볼 수 있습니다. 이와 비교해서, Fig. 4는 APC를 이용하여 캐리어 가스의 압력을 제어하는 동안의 베이스 라인을 보여줍니다. 압력에 의해 제어 되었을 때도 역시 샘플 주입과 관련하여 베이스라인 드리프트가 나타나지만 2mL의 샘플을 주입 후 약 0.4분후에 베이스라인이 원래의 수준으로 복귀 하였고, 가스 유량 제어의 경우보다 더 빠르게 복귀하는 것을 확인 할 수 있습니다.

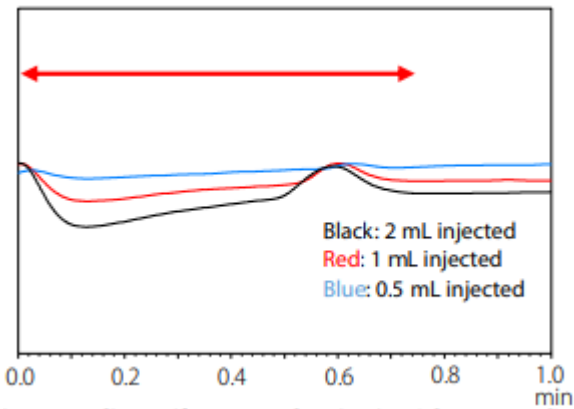


Fig. 3 Baseline Drifts at Sample Injection (Flow Control)

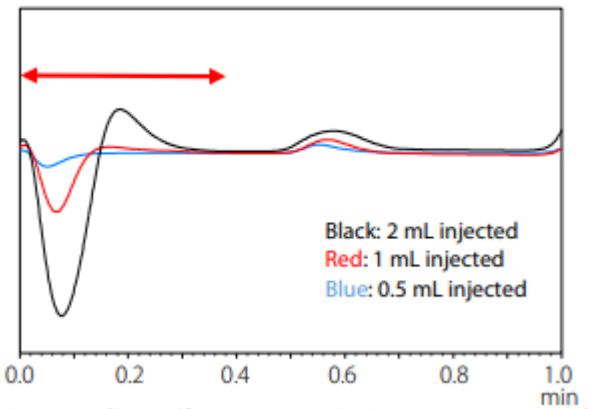


Fig. 4 Baseline Drifts at Sample Injection (Pressure Control)

■ 결론

SUS packed column을 Nexis™ GC-2030의 packed column에 TCD에 연결한 상태에서 가스 분석을 수행했습니다. 화합물의 피크들은 양호한 상태로 분리되어 있었습니다. 또한 많은 양의 샘플이 주입되었을 때 APC를 이용한 압력제어가 가스 분석에 효과적인 방법임을 재 확인하였습니다.

Optional Information on Nexis GC-2030

Nexis GC-2030시스템은 다양하고 유용한 옵션들을 가지고 있습니다.



<수소 센서>

헬륨의 공급이 어려운 상황에서 캐리어 가스로 H₂를 사용하기를 고려하고 있는 고객에게는 장비의 안전한 작동을 보장하기 위해서 수소센서를 설치하는 것이 좋습니다. 이 센서는 가스크로마토그래프 오븐의 수소 농도를 모니터링 하여 가스 누출의 가능성을 즉시 감지합니다. 가스 누설이 감지되면 온도 조절 작동을 멈추고 자동으로 안전대기 모드로 전환됩니다. 만약 수소 농도가 계속 높아져 2%를 넘으면 가스크로마토그래프의 주 전원을 차단해 사고를 예방합니다.