

Application Data sheet

No. 02-GC-2109-ENK

System GC

Nexis™ GC-2030 가스 크로마토그래프를 이용한 신속한 온실가스 분석

Rapid Greenhouse Gas Analysis via the Nexis™ GC-2030 Gas Chromatograph

■ 배경

온실가스는 대기권에 존재하며 지구에서 방출되는 적외선 에너지를 흡수하고 다시 방출하여 온실효과를 일으키는 기체이다. 햇빛이 지구 표면에 닿으면 적외선의 일부가 대기중으로 반사된다. 이 온실가스는 적외선 에너지를 흡수하여 다시 지구로 반사 시킨다. 아래에 설명된 가스 크로마토그래피 시스템을 사용하면 세 가지 주요 온실가스 (CH₄, CO₂ 및 N₂O) 에 대한 정성 및 정량 분석을 쉽게 수행할 수 있다.

■ 분석장비

GC-2030에는 2개의 캐필러리 컬럼, ECD, Methanizer (Jetanizer™) 가 포함된 FID, 6 포트 가스 루프 샘플링 밸브 및 6 포트 스위칭 밸브가 장착되어 있다.

6 포트 가스 스위칭 밸브는 ECD에서 Permanent Gas(영구기체), H₂O 및 기타 분석 물질을 배출하는데 사용된다. 기기 설계의 개요는 아래 그림 1에 나와 있다.

이 시스템은 캐니스터 (Summa Canister), 테들러 백, 가스 타이트 시린지를 이용한 직접 주입 또는 자동주입장치를 통한 시료 주입 등 다양한 시료 유형을 사용할 수 있도록 설계되었다. AOC-6000 Plus 자동주입장치를 추가하면 Exetainer™ 바이알을 직접 샘플링 할 수 있어 시료 처리량이 증가하고 시료 주입이 쉬어진다.

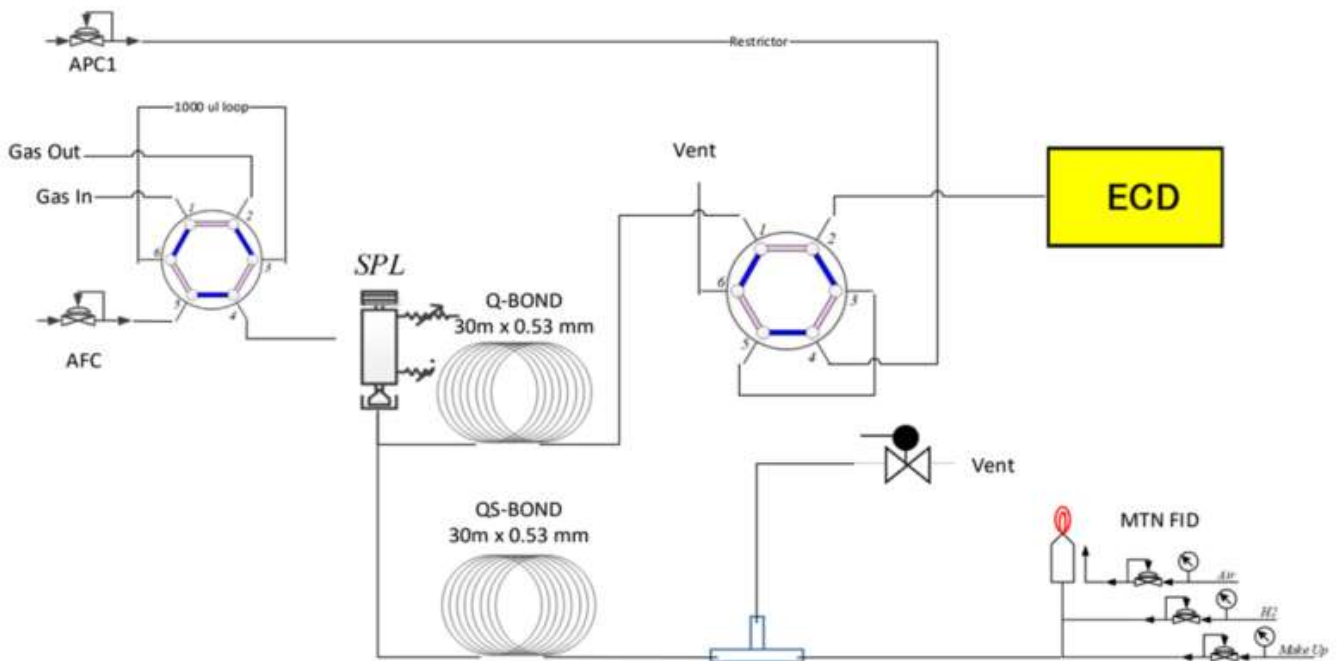


그림 1. 온실가스 분석기 도식

■ 실험 및 관찰

이 분석에는 두가지 표준물질이 사용되었다. 표준물 1은 검출한계(LOD) 및 정량한계(LOQ)을 결정하는데 사용되었고, 표준품 2는 Heart-cut 기능을 확인하는데 사용되었다.

표 1. 분석에 사용된 표준품

물질명	표준품 1 농도 (ppm)	표준품 2 농도 (ppm)
CO ₂	600	20000
CH ₄	5	4200
N ₂ O	1	Not Listed
H ₂	Not Listed	4200
O ₂	Not Listed	125000
N ₂	Balance	Balance
CO	Not Listed	4200
C ₂ H ₄	Not Listed	4200
C ₂ H ₂	Not Listed	4200
C ₂ H ₆	Not Listed	4200

분석 조건

분석 조건은 CO₂와 N₂O에서 Permanent Gas (영구 가스) 혼합 피크를 분리하기 위해 최적화되었다. ECD 라인은 모든 Permanent Gas (영구 가스) 를 분리하도록 시간 설정을 하였다. 6 포트 가스 스위치 밸브를 Positive 위치로 회전하여 N₂O 가 ECD로 검출되도록 한 다음 6 포트 가스 스위치 밸브를 다시

Negative 위치로 돌려 무거운 분자량의 분석물질들을 분리하도록 설정하였다. 분석장비의 재현성과 계산된 검출 및 정량한계는 표준 용액을 3회 반복 측정하여 계산하였다. 표준품 1의 크로마토그램은 그림 2와 3에 나타내었다. 분석 결과 CH₄, CO₂ 및 N₂O에 대한 피크가 완전히 분리되었고 3분 이내에 모두 검출되었다.

표 2. 분석 조건

분석 장비	조건
컬럼	SH-Q-BOND 30 m X 0.53 mm X 20 μm(P/N 221-75765-30) SH-QS-BOND 30 m X 0.53 mm X 20 μm(P/N 220-36366-01)
주입량	1 mL gas sampling loop
주입구 온도	250 °C
선 속도 (Linear Velocity)	35.7 cm/sec N ₂
분할 비	5:1
오븐 온도	Isothermal 35 °C
FID 온도	400 °C
FID 가스 유량	Makeup (He): 24 mL/min, H ₂ : 32 mL/min Air: 250 mL/min
ECD 온도	325 °C
ECD 가스 유량	15 mL/min (P5)
ECD 전류	2.0 nA

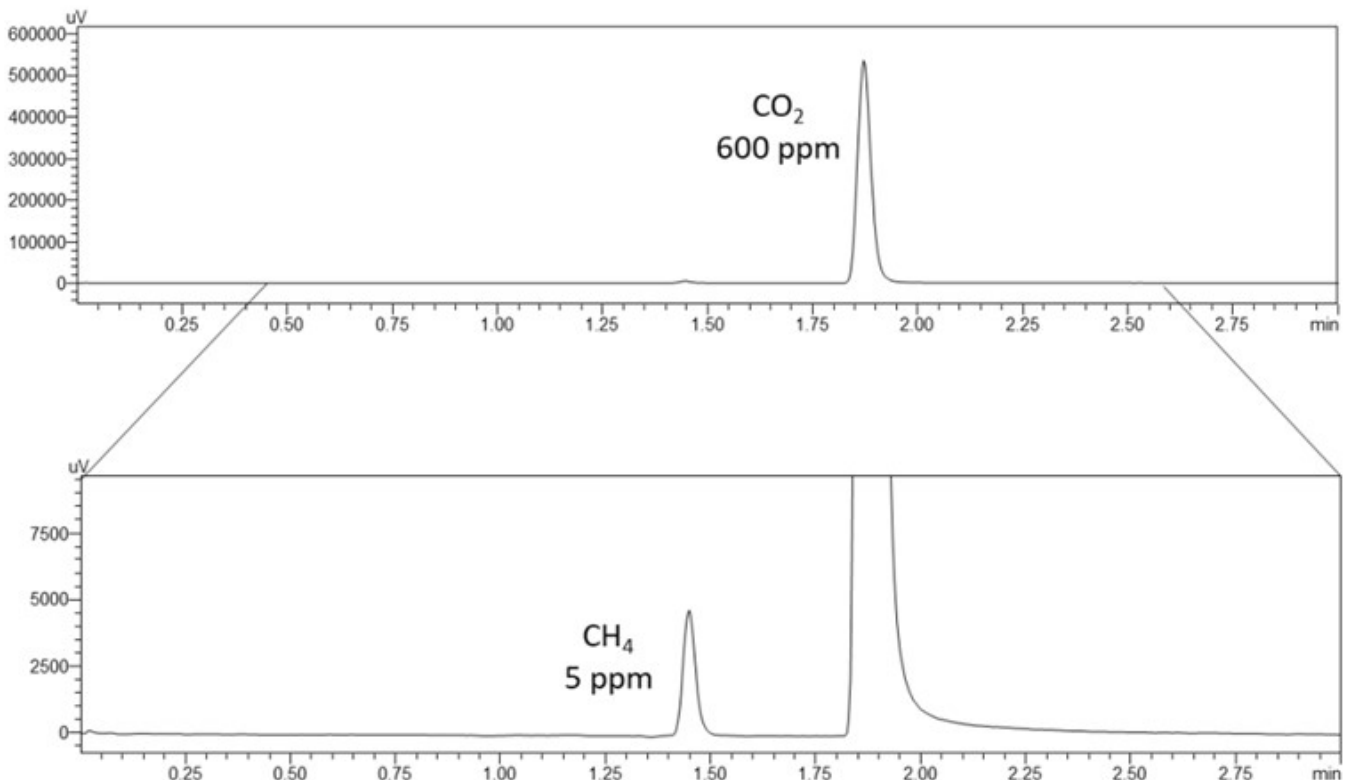


그림 2. Jetanizer™ -FID로 분석한 표준품1의 크로마토그램

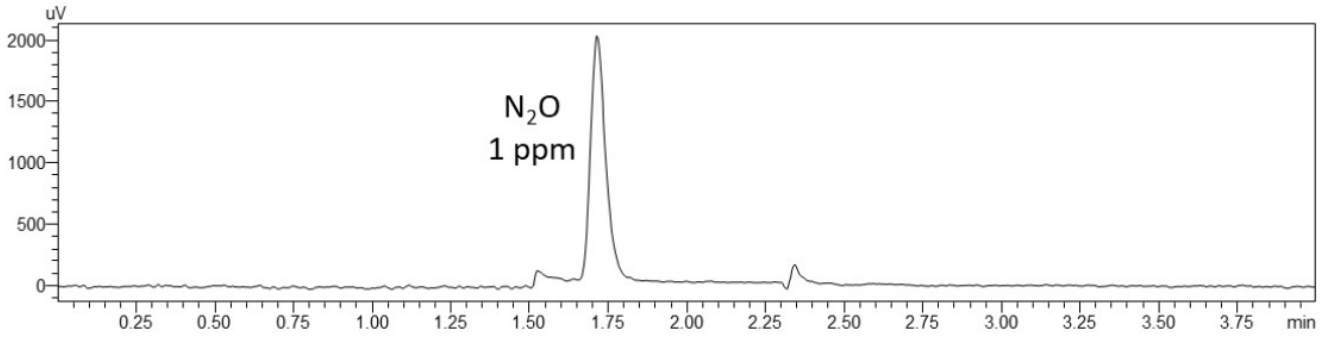


그림 3. ECD로 분석한 표준품 1의 크로마토그램

표 3. 표준품 1에 대한 상대 표준 편차 및 검출 및 정량한계

물질명	검출기	머무름시간 (min)	평균 피크 면적	RSD % (N=3)	S/N	정량한계 (LOQ) (ppm)	검출한계 (LOD) (ppm)
N ₂ O	ECD	1.72	6,597	0.18	32.50	0.31 (±0.02)	0.10 (±0.006)
CH ₄	Jetanizer™-FID	1.46	9,914	0.72	46.7	1.11 (±0.2)	0.37 (±0.08)
CO ₂	Jetanizer™-FID	1.88	1,227,780	0.31	5267.50	1.18 (±0.2)	0.39 (±0.08)

이 시스템은 모든 분석물에 대해 1 % 미만의 재현성을 보여주었다. CH₄과 CO₂에 대한 정량한계는 약 1 ppm, 검출한계는 모두 0.4 ppm 이하로 나타냈으며, N₂O의 정량한계는 약 0.3 ppm, 검출한계 약 0.1 ppm으로 나타났다.

이 분석장비는 분자량이 작은 탄화수소를 포함한 다른 분석물에 적용할 수 있으며, 추가 분석물에 대한 시스템의 성능을 입증하기 위해 분자량이 작은 탄화수소를 포함한 표준품 2를 3회 주입하였다. 또한, Methanizer 촉매 물질로 알려진 코킹제 C₂H₂를 사용하여 Heart-cut 기능을 확인해보았으며, 크로마토그램은 그림 4에 나타냈다.

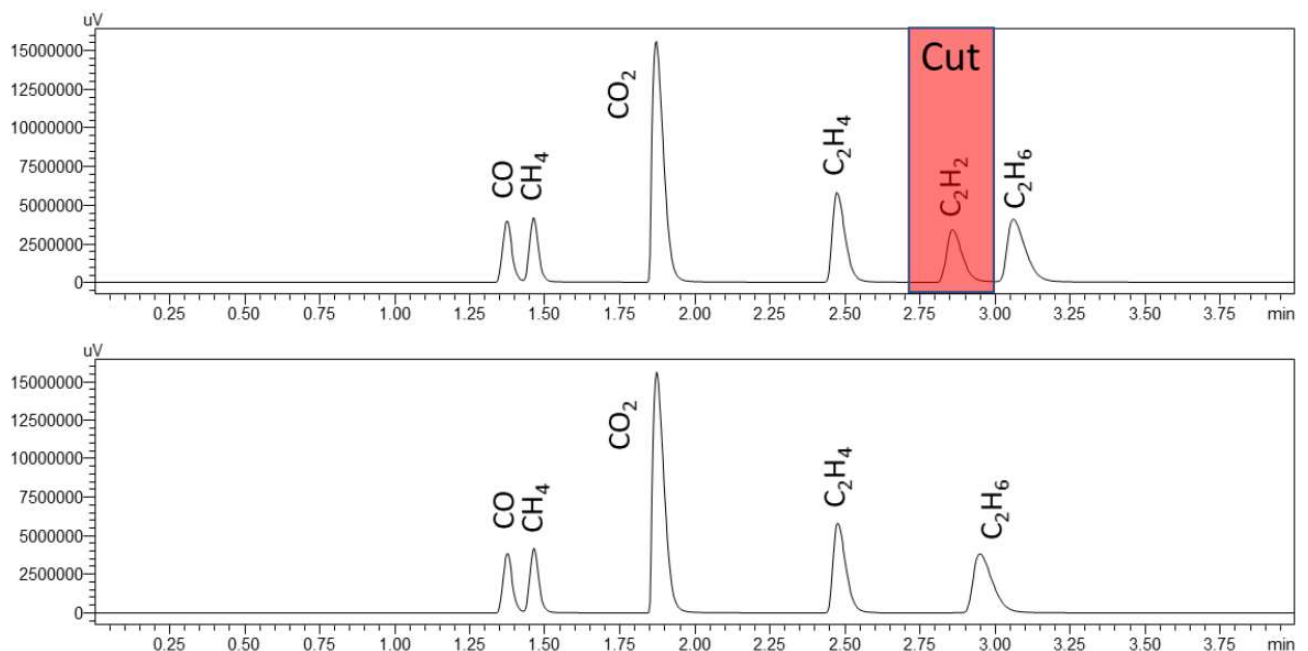


그림 4. C₂H₂가 Heart-Cut 되어진 표준품 2의 크로마토그램

표준품 2를 분석했을 때, 영구 가스/일산화탄소 혼합 피크, CH₄, CO₂, C₂H₄, C₂H₂ 및 C₂H₆의 분리가 3.5분 이내에 완료되었다. 일반적으로 기존 Methanizer에서 상당한 간섭을 일으키는 O₂는 Jetanizer™를 사용하면서 베이스라인에 큰 영향을 미치지 않는다. 결과적으로 CO는 함께 용출되는 영구 가스 성분의 간섭 없이 Jetanizer™ FID에 의해 감지된다.

표준품 2의 결과 데이터는 표 4에 나타내었으며, Heart-Cut 주입 기술로 인한 데이터 사이의 불일치 정도를 확인하기 위해 CH₄을 기준으로 피크 면적비를 계산하였다.

표준품 2는 C₂H₂를 제거하는 Heart-Cut 분석이 3회 반복되었으며, 분석 결과는 표 5에 나타났다. Heart-Cut 밸브는 베이스라인에 영향을 주지 않았으며, Heart-Cut 후 피크의 머무름 시간에 약간의 변화만 일으켰다. CH₄로 표준화한 피크 면적을 비교해보면 Heart-Cut 이 인접한 피크의 면적에 영향을 주지 않았음을 보여준다.

C₂H₂이 배출되면서 상대 표준 편차 백분율이 1 %에서 0.3 % 미만으로 감소하여 재현성이 크게 향상된 것을 보았을 때, C₂H₂가 재현성이 낮아지는데 영향을 미칠 수 있다고 보여진다. 이 Heart-Cut 기술은 다른 고농도 분석물이나 Methanizer 촉매 물질의 잠재 유해물질을 분석하는데 적용될 수 있다.

표 4. 표준품 2의 상대 표준 편차

물질명	검출기	머무름 시간 (min)	평균 피크 면적	상대 표준 편차 % (N=3)	CH ₄ 를 기준으로 나타낸 피크 면적 비
CO	Jetanizer™-FID	1.39	8601785	1.00	0.96
CH ₄	Jetanizer™-FID	1.48	8910063	0.67	1.00
CO ₂	Jetanizer™-FID	1.90	39994197	0.17	4.60
C ₂ H ₄	Jetanizer™-FID	2.51	16664855	0.11	1.92
C ₂ H ₂	Jetanizer™-FID	2.90	11355536	1.01	1.39
C ₂ H ₆	Jetanizer™-FID	3.10	17121040	0.06	1.97

표 5. 아세틸렌을 Heart-Cut 한 표준품 2의 상대 표준 편차

물질명	검출기	머무름 시간 (min)	평균 피크 면적	상대 표준 편차 % (N=3)	CH ₄ 를 기준으로 나타낸 피크 면적 비
CO	Jetanizer™-FID	1.39	7844457	0.27	0.93
CH ₄	Jetanizer™-FID	1.48	8370707	0.25	1.00
CO ₂	Jetanizer™-FID	1.89	39239009	0.20	4.66
C ₂ H ₄	Jetanizer™-FID	2.50	16478246	0.29	1.94
C ₂ H ₆	Jetanizer™-FID	2.99	16389142	0.14	1.97

■ 결론

캐필러리 컬럼을 이용한 온실가스 분석법은 높은 재현성과 신속하게 분석할 수 있는 방법인 것으로 나타났다. N₂O, CH₄ 및 CO₂를 2.5분 이내에 분석하고 모든 분석물에 대해 0.5 ppm 미만의 검출한계를 나타내는 이 분석법은 높은 감도를 나타낼 수 있다. 이 시스템 구성은 추가 분석 물질을 정량 할 수 있는 기능과 바이알에서 직접 샘플을 추출할 수 있는 AOC-6000

Plus 자동 시료 주입기를 통합하는 기능을 모두 갖추어 확장성이 뛰어나다. 또한, 이 응용 GC 시스템은 각 분석 라인 및 Heart-Cut에 대해 독립적인 컬럼을 사용하는 간단한 흐름 경로를 통해 높은 감도로 반복 측정이 가능하며 견고하다.



Shimadzu Corporation
 www.shimadzu.com/an/
 Shimadzu Scientific Korea
 www.shimadzu.co.kr

For Research Use Only. Not for use in diagnostic procedures.

This publication may contain references to products that are not available in your country. Please contact us to check the availability of these products in your country.

The content of this publication shall not be reproduced, altered or sold for any commercial purpose without the written approval of Shimadzu. See <http://www.shimadzu.com/about/trademarks/index.html> for details.

Third party trademarks and trade names may be used in this publication to refer to either the entities or their products/services, whether or not they are used with trademark symbol "TM" or "®".

Shimadzu disclaims any proprietary interest in trademarks and trade names other than its own.

The information contained herein is provided to you "as is" without warranty of any kind including without limitation warranties as to its accuracy or completeness. Shimadzu does not assume any responsibility or liability for any damage, whether direct or indirect, relating to the use of this publication. This publication is based upon the information available to Shimadzu on or before the date of publication, and subject to change without notice.