

Application News

No. 01-00858-ENK

Gas Chromatograph Brevis™GC-2050

GI-30 자동 가스 주입기와 TCD 및 BID 검출기가 장착된 Brevis GC-2050을 사용한 가스 분석

Gas Analysis Using a Brevis GC-2050 Gas Chromatograph with a GI-30 Auto Gas Injector and TCD and BID Detectors

사용자 활용 포인트

- ◆ 최신의 TCD 검출기는 안정화 시간이 더 짧아졌으며, 고농도 화합물 분석에 적합하다.
- ◆ 독자적인 Shimadzu의 BID 검출기는 H₂를 포함한 주요 화합물을 동시에 분석할 수 있으며, 저농도 화합물도 검출할 수 있다.
- ◆ TCD와 BID 검출기의 결합을 통해 다양한 농도 범위의 샘플 분석이 가능하다.
- ◆ GI-30 가스 샘플 자동 주입기를 이용하면 연속적인 가스 샘플을 자동으로 반복 분석할 수 있다.

■ 서론

가스크로마토그래프(GC)는 천연자원/에너지 및 환경 분석과 같은 다양한 분야에서 가스 성분 분석에 사용되며, H₂, CO, CO₂와 같은 무기 가스는 물론 CH₄를 포함한 저분자 탄화수소 화합물의 분석도 가능하다. 해당 화합물 분석에는 일반적으로 열전도도 검출기 (Thermal Conductivity Detector, TCD)나 장벽 방전 이온화 검출기 (Barrier Discharge Ionization Detector, BID)가 사용된다.

TCD와 BID 검출기는 이동상 가스를 제외한 대부분의 화합물을 검출할 수 있다. (단, BID는 Ne는 검출되지 않는다.) TCD는 고농도 화합물의 분석에 적합하며, 안정화 시간이 짧은 것이 특징이다. BID는 Shimadzu의 독자적인 검출기로, TCD로는 검출이 어려운 저농도 화합물까지 분석이 가능하고, H₂를 포함한 다양한 화합물을 동시에 분석할 수 있는 장점이 있다.

GI-30은 가스 샘플 자동 주입기로 연속적인 가스 샘플 분석을 간편하게 수행할 수 있다. 그리고 AOC-30 시리즈의 자동 주입기 또는 기타 장치와 함께 사용할 수 있어 하나의 GC 시스템으로 가스와 액체 샘플을 효율적으로 분석할 수 있다.

본 뉴스레터에서는 TCD 및 BID 검출기가 장착된 Brevis GC-2050 시스템과 GI-30 자동 가스 주입기를 사용한 가스 샘플 분석 사례를 소개하며, GI-30을 사용한 분석 절차와 분석 재현성 평가에 대한 결과도 함께 제공한다.

■ 분석 조건

가스 실린더에서 채취한 가스 샘플을 GI-30 자동 가스 주입기(P/N: S221-89755-41)를 사용하여 TCD와 BID 검출기가 장착된 Brevis GC-2050에 주입하여 분석하였다. 장비 구성 및 GI-30의 가스 흐름 모식도는 그림 1에 나타냈으며, 분석에 사용된 조건은 표 1에 나타냈다.

표 1. 기기 분석 조건

Common Conditions

Model	: Brevis GC-2050 + GI-30
Inj. Mode	: Split 4
Inj. Temp.	: 150 °C
Flow Mode	: Column Flow (7.0 mL/min)
Purge Gas	: 3.0 mL/min
Column	: MICROPACKED-ST (2.0 m x 1.0 mm I.D.)*
Oven Temp.	: 35 °C (2.5 min) → 20 °C/min → 250 °C (26.75 min)

* 소프트웨어 내 컬럼 사양을 250 m x 0.50 mm I.D., df=15 µm으로 설정.

TCD Conditions

Detector Temp.	: 260 °C
Control Mode	: Standard
Makeup Gas	: 2.0 mL/min
Reference Gas	: 50.0 mL/min
Carrier Gas	: For analysis other than H ₂ : He For H ₂ analysis : N ₂

BID Conditions

Detector Temp.	: 260 °C
Discharge Gas	: 50.0 mL/min
Carrier Gas	: He

GI-30 Conditions

Loop Volume	: 1 mL
Purge Gas	: 20 kPa**

** 이동상 가스와 동일한 가스 사용

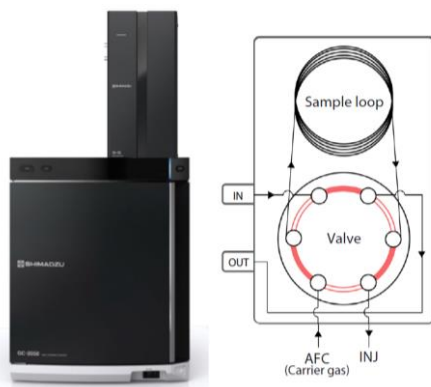


그림 1. Brevis™ GC-2050 + GI-30 시스템 (왼쪽)
GI-30의 모식도 (오른쪽)

■ TCD 검출기를 사용한 분석

1. 개요

일반적으로 GC에서 가장 널리 사용되는 검출기인 수소 불꽃 이온화 검출기(Flame Ionization Detector, FID)는 H_2 , CO , CO_2 와 같은 무기 화합물을 검출할 수 없다. 이에 비해 TCD와 BID는 보다 다양한 가스를 검출할 수 있다. BID는 TCD에 비해 미량의 불순물도 고감도로 검출이 가능하지만 He와 Ne은 검출할 수 없는 반면, TCD는 퍼센트(%) 수준의 고농도 화합물 분석에 적합하지만 이동상 가스를 제외한 대부분의 화합물의 검출이 가능하다.

TCD는 이동상 gas와 시료 성분 간의 열전도도 차이에 따른 필라멘트 온도 변화를 이용하여 물질을 검출하며, 이러한 원리를 바탕으로 다양한 가스 분석 분야에서 널리 활용되고 있다(그림 2). Shimadzu의 최신 TCD는 단일 필라멘트 시스템(Switching TCD)을 채택하여 안정성이 향상되었으며, 분석을 시작하는 데 필요한 안정화 시간이 크게 단축할 수 있다. 이에 따라 GC 장비를 가동한 직후에도 비교적 빠른 시간안에 분석을 시작할 수 있다.

2. TCD 검출기 분석 결과

가스 샘플은 Brevis GC-2050 시스템의 TCD 검출기를 사용하여 분석되었다. 본 분석에서는 H_2 를 제외한 화합물에 대해서는 헬륨 기반의 가스 샘플을 사용하였고, H_2 분석을 위해서는 질소 기반의 가스 샘플을 사용하였다. 측정된 크로마토그램은 그림 4에 나타냈다. 또한, 개선된 TCD는 필라멘트 활성화 후 신속하게 베이스라인이 안정화되어 GC 장비 가동 후 오랜 대기 시간 없이 분석을 할 수 있다.

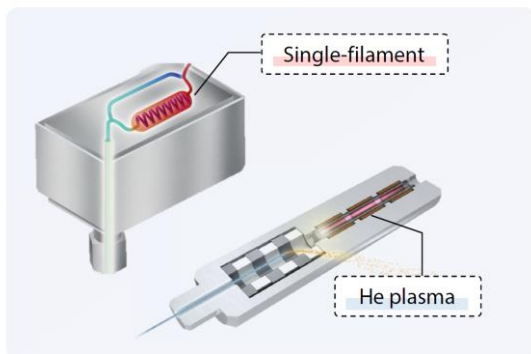


그림 2. 최신 TCD의 모식도 (왼쪽)
BID의 모식도 (오른쪽)

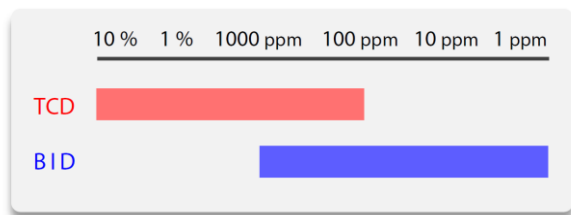


그림 3. TCD 및 BID 검출기에 적합한 대략적 농도 범위
(화합물, 분석 조건, GC 모델에 따라 달라질 수 있음.)

■ BID 검출기를 사용한 분석

1. 개요

BID는 Shimadzu에서 개발한 독자적인 검출기로, 분리된 화합물들을 He 플라스마에서 방출된 에너지를 사용하여 이온화시킨 후, 이온을 콜렉터에서 수집하여 검출하는 방식이다(그림 2). Shimadzu의 독자적인 장벽 방전 기술(barrier discharge technology)에 기반하여, 일반적인 범용 검출기 수준의 안정성을 유지하면서도 더욱 높은 감도를 제공한다. TCD와 마찬가지로 He와 Ne을 제외한 모든 화합물을 검출할 수 있어, 무기 가스 분석을 포함한 다양한 분야에서 유용하게 활용된다.

BID의 가장 큰 특징은 TCD에서 검출이 어려운 저농도 화합물을 효과적으로 검출할 수 있다는 점이다(그림 3). 또한, TCD 경우 H_2 분석을 위해 He 이외의 다른 이동상 가스(N_2 또는 Ar 등)로 교체해야 하지만, BID는 He를 이동상 gas로 사용하면서 H_2 와 다른 화합물들을 동시에 분석할 수 있다.

2. BID 검출기 분석 결과

가스 샘플은 Brevis GC-2050 시스템의 BID 검출기를 사용하여 분석되었다. 본 분석에서는 He 기반의 가스 샘플을 사용하였고, 측정된 크로마토그램은 그림 5에 나타냈다.

그림 5에서 볼 수 있듯이, 10 ppm 수준의 저농도 화합물도 충분한 감도로 검출되었으며, 이동상 가스를 변경하지 않고도 H_2 와 다른 화합물을 동시에 분석할 수 있기 때문에 분석에 소요되는 시간을 단축할 수 있었다.

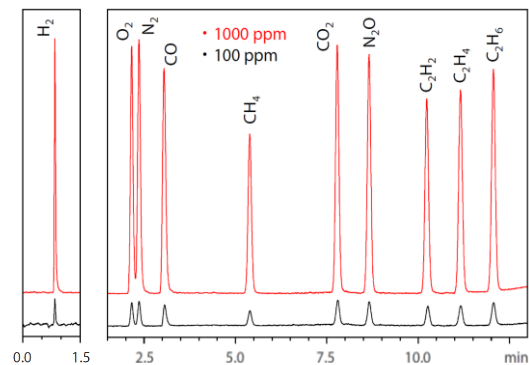


그림 4. TCD에서 검출된 화합물의 크로마토그램
(왼쪽 : N_2 이동상 가스, 오른쪽 : He 이동상 가스)

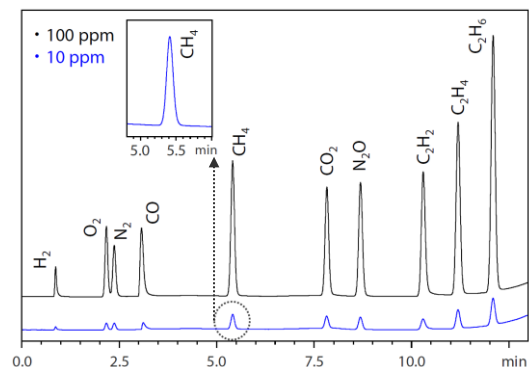


그림 5. BID에서 검출된 화합물의 크로마토그램
(삽입 : CH_4 의 확대된 크로마토그램)

■ GI-30을 사용한 샘플 주입

1. 개요

GI-30 자동 가스 주입기는 GC 장치에 일정한 양의 가스 샘플을 자동으로 주입하는 전처리 장비로 가스 실린더나 샘플백에 연결하여 사용할 수 있으며, 가스 실린더에 연결하면 가스 분석의 자동화가 가능하다. 그림 6은 수동 주입과 GI-30을 이용한 연속 분석 과정을 비교해서 나타내고 있으며, 각 분석마다 샘플을 직접 주입해야 하는 수동 주입과 달리 GI-30을 활용하면 분석을 시작 한 후 별도의 조작 없이 자동 연속 분석이 가능하다. 액상 샘플의 주입과 마찬가지로 LabSolutions 소프트웨어에서 생성된 배치 파일을 만들어 연속 분석을 수행할 수 있다. 또한, GI-30은 일정한 양의 가스 샘플을 샘플 루프에 채워 넣고 GC에 주입하기 때문에, 수동 주입보다 재현성 높은 결과를 얻을 수 있다.

GI-30의 선택 사양으로 밸브 퍼지 메커니즘(Valve purge mechanism)을 추가하면 밸브 내부를 가스로 불어주면서 밸브에 유입되는 공기의 양을 줄일 수 있다. 이는 N_2 , O_2 와 같이 대기 중에 존재하는 화합물이나 미량 성분을 분석할 때 유용하게 활용될 수 있다. 단, 이 때 고농도 성분의 흡착 및 캐리오버를 방지하기 위해 밸브 및 샘플 루프의 온도는 100 °C로 유지되어야 한다.

2. GI-30의 재현성

LabSolutions에서 TCD 및 BID 검출기와 GI-30을 사용한 연속 분석을 위해 배치 파일을 생성하고, 재현성을 확인하기 위해 가스 샘플 (TCD : 1000 ppm, BID : 10 ppm)을 준비하여 연속 5회 면적값을 측정하였다. 그림 7은 가스 샘플 중 CH_4 를 연속 분석한 크로마토그램이고 표 2는 각 화합물의 면적 값의 재현성 (%RSD) 결과이다. TCD 검출기의 면적 값 %RSD 범위는 0.258 ~ 0.552 %, BID 검출기의 면적 값 %RSD 범위는 0.096 ~ 0.392 %로 나타났으며, 이는 액상 샘플 주입과 유사한 수준의 높은 재현성을 보여준다.

■ 결론

Brevis GC-2050 시스템에 장착할 수 있는 TCD 및 BID 검출기 모두 가스 분석에 효과적인 검출기이다. TCD 검출기는 고농도 화합물을 분석할 수 있고 짧은 안정화 시간이 특징이며, BID 검출기는 TCD 검출기로 검출하기 어려운 미량 화합물을 검출할 수 있으며, H_2 를 포함한 화합물을 동시에 분석할 수 있다.

새롭게 출시된 GI-30 모델은 자동 연속 가스 분석을 통해 분석자의 부담을 줄여줄 뿐만 아니라, 수동 주입 방식에 비해 높은 재현성을 제공한다.

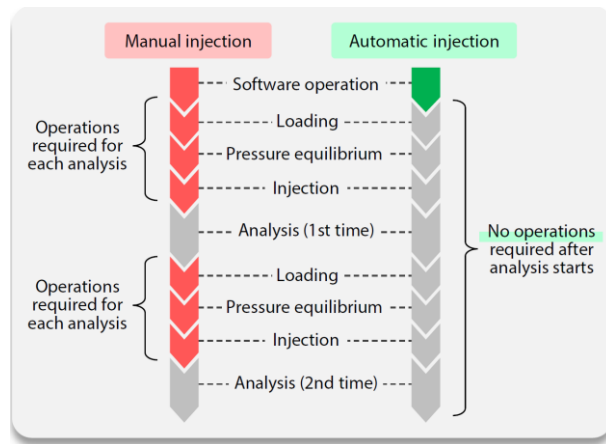


그림 6. 수동 주입과 자동 주입의 연속 분석 과정 비교
(색상이 지정된 영역은 필수 과정)

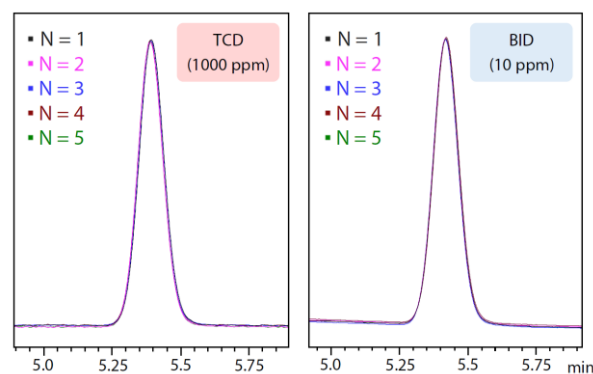


그림 7. CH_4 의 크로마토그램 (Carrier Gas : He)

표 2. 각 화합물의 면적 값 재현성 (n=5, Carrier Gas : He)

	Area Value Reproducibility (%RSD)	
	TCD (1000 ppm)	BID (10 ppm)
CO	0.445	0.268
CH_4	0.258	0.220
CO_2	0.497	0.178
N_4O	0.410	0.142
C_2H_2	0.330	0.392
C_2H_4	0.552	0.171
C_2H_6	0.443	0.0961

Brevis 및 LabSolutions 는 일본 및 기타 국가에서 Shimadzu Corporation 또는 그 계열사의 등록 상표입니다..

01-00858-ENK



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

For Research Use Only. Not for use in diagnostic procedures. Not available in the USA, Canada, and China.
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. Company names, products/service names and logos used in this publication are trademarks and trade names of Shimadzu Corporation, its subsidiaries or its affiliates, whether or not they are used with trademark symbol "TM" or "®". 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.

Copyright © 2025 SHIMADZU group. All rights reserved.