

TECHNICAL NOTE

신뢰도 높은 미량 원소 분석을 위한 촉매 연소법

개요

액체 연료의 황과 질소 농도를 이해하는 것은 규제 목적과 공정 최적화라는 두 가지 주요 이유로 정유 작업에서 매우 중요합니다. 전 세계 대부분의 시장에서 환경 보호국(EPA)과 같은 규제 기관은 환경상의 이유로 정유 제품에 포함된 황과 질소의 총량을 제한하고 있습니다. 청정 연료에 대한 규제가 강화됨에 따라 제조업체는 SO_2 및 NO_x 와 같은 오염 물질을 더 잘 모니터링해야 한다는 압박을 받게 될 것입니다. 또한 정제 공정에 사용되는 고가의 촉매는 황과 질소 농도가 높을수록 훨씬 더 빨리 분해됩니다.

따라서 이러한 요소를 모니터링하는 것은 일반적으로 높은 농도가 나타나는 업스트림 공급 원료에서부터 시작됩니다. 이러한 원유가 정제됨에 따라 촉매 반응을 통과하는 황과 질소의 양을 신중하게 측정하여 촉매의 수명을 최대화합니다. 다운스트림에서는 이러한 정제된 제품들이 종종 에탄올과 혼합되어 최종 제품의 총 황과 질소를 더욱 낮춥니다. 제조업체가 최종 농도를 알기 위해서는 이러한 낮은 수준을 감지할 수 있는 분석 기술이 필수적입니다.

국제 표준(예: ASTM D4629 또는 ASTM D5453)에 따르면 연료 또는 경질 탄화수소의 황 및 질소 함량은 시료의 고온 연소법을 통해 결정해야 합니다. 형성된 NO 는 화학 발광 검출기로, SO_2 는 자외선 형광 검출기로 측정합니다. trace SN cube는 특히 디젤, 가솔린 및 관련 시료의 고감도 황 및 질소 측정을 위해 개발되었으며, 이러한 국제 표준을 준수합니다.

미량 원소 분석

trace SN cube



기존 기기 설정

황과 질소를 모두 분석하려면 시료를 고온에서 연소시켜야 하므로 대부분의 상용 분석기는 두 원소를 동시에 측정할 수 있습니다. 일반적인 설정은 그림 1에 나와 있습니다.

연소 튜브에는 시료 주입구와 운반 가스 및 산소용 연결부가 장착되어 있습니다. 시료 연소 후 운반 가스는 건조된 후 NO 분석을 위한 UV 형광 검출기와 SO₂를 위한 화학발광 검출기로 들어갑니다.

검출기가 직렬로 연결된 단일 연소 튜브의 이러한 설정은 NO와 SO₂ 형성의 가속화에 서로 다른 촉매가 필요하기 때문에 산화 과정을 지원하는 촉매를 사용할 수 없습니다. 따라서 이 설정은 각 요소에 대한 산화 프로세스의 특정 최적화를 허용하지 않습니다.

촉매가 없는 연소 과정은 느리기 때문에 그을음 형성이 잘 알려진 문제이며, 이로 인해 회복이 불충분하고 유지 보수 및 세척 작업이 증가합니다.

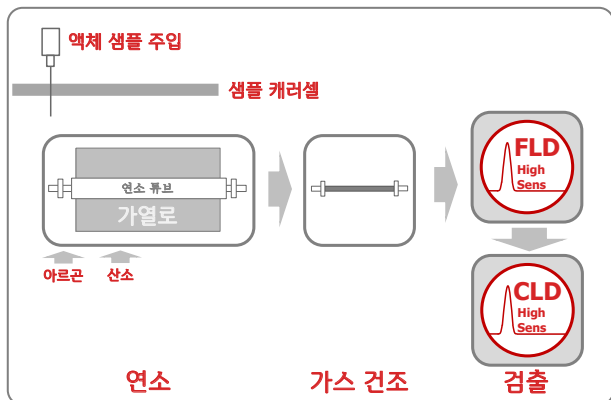


그림 1. 일반적인 SN 분석기의 기능 원리.

혁신적인 trace SN cube

이러한 한계를 극복하기 위해 trace SN cube는 진정한 2채널 시스템으로 개발되었습니다.

SN 모드에서는 시료가 두 개의 개별 연소 튜브에 주입됩니다. 이를 통해 각각 NO 또는 SO₂ 형성에 최적화된 촉매를 사용할 수 있습니다. trace SN cube의 설정은 그림 2에 나와 있습니다.

시료 주입은 수직으로 배열된 연소 튜브에 최대 속도로 시료를 주입하는 마이크로리터 주사기를 통해 이루어집니다. 하나의 연소 튜브는 황 성분을 SO₂로 변환하는 데 매우 효과적인 촉매로 입증된 텅스텐 산화물로 채워져 있습니다. 다른 연소 튜브는 질소 화합물이 NO로 반응하는 것을 가속화하는 이산화세륨으로 채워져 있습니다.

가스 건조 단계가 끝나면 연소 생성물은 각 검출기로 분석됩니다.

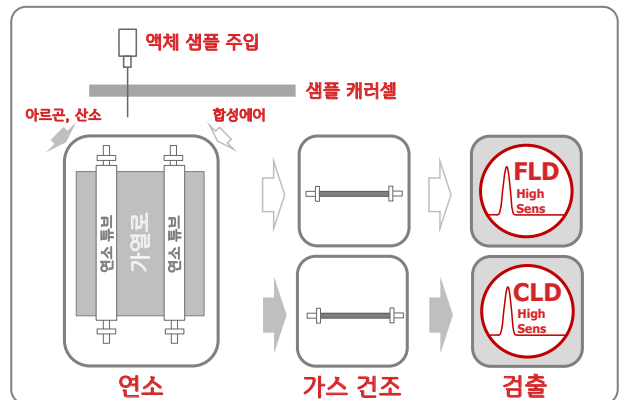
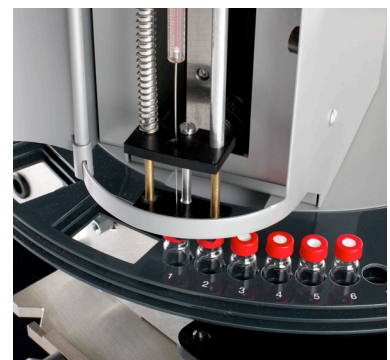
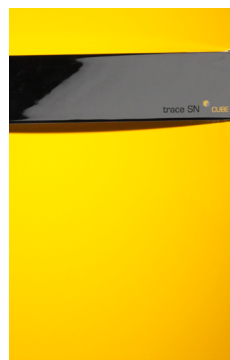
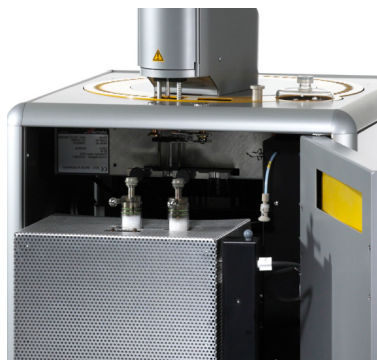


그림 2. 두 개의 독립 채널을 사용하는 trace SN cube의 기능 원리.



매연 없는 연소

높은 시료 주입량에서도 그을음 형성의 위험 없이 시료가 완전히 산화됩니다. 그림 3에는 톨루엔 샘플을 100 회 주입한 세 개의 연소 튜브가 나와 있습니다.

WO₃(a) 및 CeO₂(b) 촉매가 포함된 상단 두 개의 연소 튜브에는 그을음이 형성되지 않았습니다. 하단 연소 튜브에는 촉매가 포함되어 있지 않으며(c), 튜브 바닥에는 100 회 주입 후 상당한 양의 그을음이 형성되었습니다.

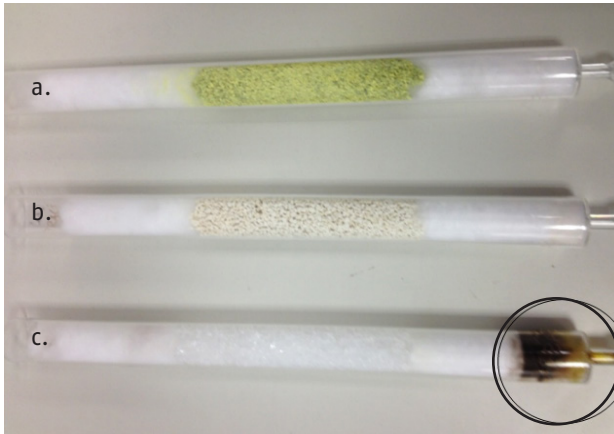


그림 3. 톨루엔 샘플을 100 회 실행한 후 촉매를 사용한 연소 튜브(a 및 b)는 눈에 띄는 변화가 없는 반면, 촉매를 사용하지 않은 연소 튜브는 그을음 형성이 뚜렷하게 나타납니다(c).

간편한 보정 절차

항상 전체 연소가 보장되므로 시스템을 다른 표준에 따라 고전적인 방식으로 보정하든, 더 편리하게는 하나의 표준과 다른 주입량으로 보정하든 상관없습니다. 그림 4는 두 방법 모두 동일한 결과를 제공한다는 것을 보여줍니다.

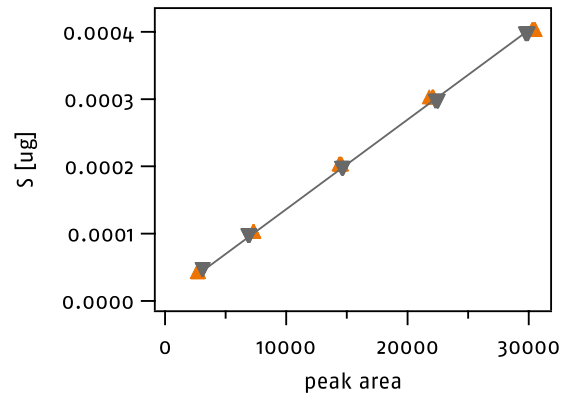


그림 4. trace SN cube의 SO₂ 검출기에 대한 검량 곡선. 빨간색 마커는 서로 다른 농도의 서로 다른 표준을 사용한 캘리브레이션 결과입니다. 파란색 표시는 하나의 표준물질과 다른 주입량을 사용한 캘리브레이션 결과입니다.

낮은 캐리오버 동작

종종 촉매가 캐리오버 문제의 원인이 될 수 있다고 합니다. 이는 trace SN cube에서는 관찰되지 않습니다. 실제로 캐리오버는 일반적으로 1% 미만입니다. 그림 5는 50 ppm SN 표준물질 주입에 따른 황 및 질소 피크와 HPLC 등급 톨루엔의

두 가지 분석을 보여줍니다. 첫 번째 톨루엔 샘플은 약간의 캐리오버를 보이지만, 두 번째 톨루엔 분석은 블랭크 분석과 비슷합니다. 이 실험에서 계산된 캐리오버는 질소의 경우 0.06 %, 황의 경우 0.22 %로 낮았습니다.

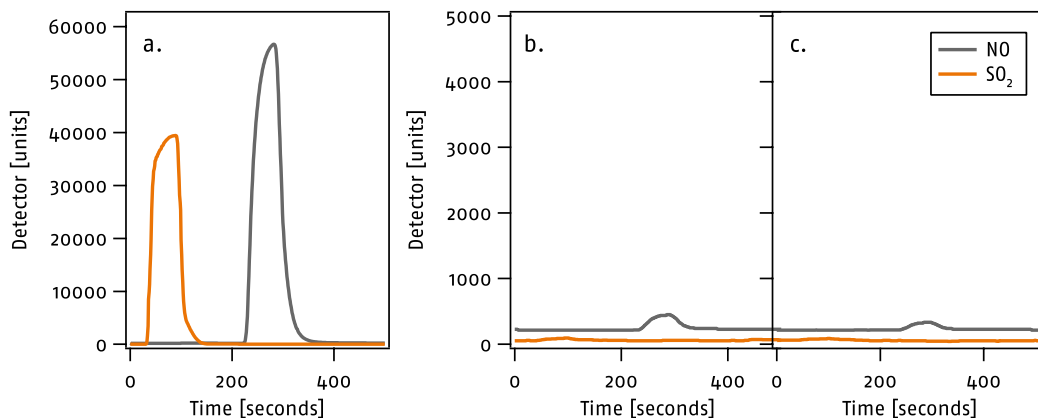


그림 5. 3 가지 trace SN cube 분석: 50 ppm SN 스탠다드(a)와 두 개의 HPLC 등급 톨루엔(b, c).

빠른 주입

샘플을 최대 속도로 직접 주입할 수 있습니다. 그 결과 선명하고 잘 정의된 피크가 발생하여 신호 대 잡음비가 증가하며, 이는 더 나은 검출 한계로 직접 변환될 수 있습니다. 그림 6은 주입 속도가 연소 과정의 품질과 회수율에 영향을 미치지 않음을 보여줍니다.

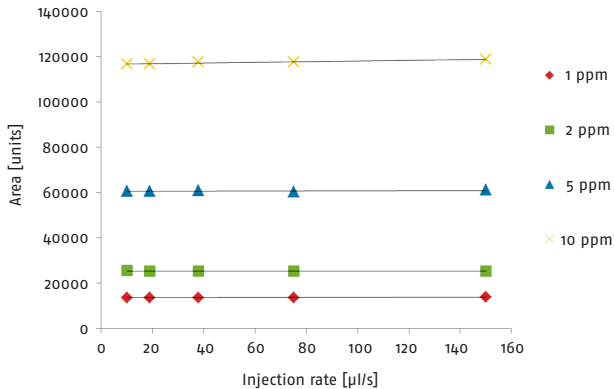


그림 6. 주입 속도가 연소 과정에 영향을 미치지 않는다는 실험 적 증명

실험 결과

실험 결과 trace SN cube의 성능을 보여주기 위해 다양한 시료 유기 액체 분석 결과가 아래 표에 나와 있습니다.

샘플	황 [mg/kg]	표준편차 [%]	질소 [mg/kg]	표준편차 [%]
디젤	348	0.74	166	0.65
미네랄 오일	0.664	0.96	6.66	1.88
테크니컬 오일	3.84	2.23	0.06	4.53
벤젠	0.225	0.48	0.22	4.65
케톤	183	1.04	7.56	1.85
바이오메스	27.8	1.83	385	1.31

요약

연소 튜브에서 촉매를 사용하여 연소 과정을 촉진하는 것은 원소 분석에서 흔히 사용되는 기술입니다. 황과 질소의 미량 분석을 위해 trace SN cube에서 이 원리를 사용하면 연소 튜브의 간단한 설계, 그을음 없는 연소 및 쉬운 검량 루틴과 같은 몇 가지 분명한 이점이 있습니다.

따라서 촉매 보조 연소의 도입은 유기 액체에서 질소와 황을 분석하는 데 있어 중요한 진전으로 간주될 수 있습니다.

Elementar - 뛰어난 원소분석을 위한 파트너

Elementar는 유기 및 무기 원소의 고성능 분석 분야에서 세계적인 선두 업체입니다. Elementar의 지속적인 혁신, 창의적인 솔루션 및 포괄적인 지원은 당사 제품이 80개 이상의 국가에서 농업, 화학, 환경, 에너지, 재료 및 법의학 분야의 지속적인 과학적 진보를 보장합니다.

Elementar Analysensysteme GmbH

Elementar-Straße 1 • 63505 Langenselbold (Germany)
Phone: +49 (0) 6184 9393-0 | info@elementar.com | www.elementar.com

이에이 코리아 주식회사

경기도 하남시 조정대로 150 하남지식산업센터 768호
전화 031-790-1308 | 팩스 031-790-1309
info@ea-korea.com | www.ea-korea.com

