

## 아세틸렌생성-기체크로마토그래프법에 의한 디메틸아세트아미드중 미량의 수분정량

최영아, 한찬현

위대한 수령 김일성동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《과학자, 기술자들은 주체적인 립장에 튼튼히 서서 과학연구사업을 하여야 합니다. 그리하여 우리 나라의 공업을 주체화하는데서 절실하게 나서는 과학기술적문제들을 풀어야 합니다.》(《김일성전집》 제77권 262페이지)

화학공업의 합성원료로 리용되는 디메틸아세트아미드에 미량으로 들어있는 수분을 정확히 정량하는것은 매우 중요한 문제로 제기된다. 지금까지 유기용매중 미량의 수분을 정량하기 위한 방법들[1-6]이 많이 제기되었으나 장치와 시약준비가 복잡하고 분석시간이 오래며 정량방법에서 일련의 결함이 있다.

우리는 기체크로마토그래프법으로 디메틸아세트아미드중 미량의 수분을 정량하였다.

### 실험 방법

일반적으로 기체크로마토그래프법에서는 열전도형검출기를 리용하여 수분을 정량하는데 정량한계가 0.1%정도로서 미량의 수분정량에는 적합치 않다.

시료용액에 들어있는 미량의 수분을 탄화칼시움과 작용시킬 때 생기는 아세틸렌은 액상에 분포되며 시료속에 용해된 아세틸렌을 기체크로마토그래프로 측정하여 수분을 정량할수 있다.

기구로는 기체크로마토그래프(《GC-14B》), 마이크로주사기, 분석천평, 마이크로피펫, 초음파분산기(《KM-410L》), 마개달린 시험관울, 시약으로는 탄화칼시움(분말), 디메틸아세트아미드, 증류수를 리용하였다.

마개달린 시험관에 마이크로주사기로 디메틸아세트아미드 600 $\mu$ L와 탄화칼시움을 넣은 다음 밀봉한다. 일정한 시간이 지난 다음 마이크로주사기로 시료용액 1 $\mu$ L를 취하여 기체크로마토그래프(수송기체 질소, 류속 0.61mL/min, 주입구온도 200 $^{\circ}$ C, 초기온도 80 $^{\circ}$ C(1min), 마감온도 180 $^{\circ}$ C(1min), 승온속도 5 $^{\circ}$ C/min, 검출기온도 200 $^{\circ}$ C, 알킬페녹시드(APO)탑(3m $\times$ 3mm), 불꽃이온화검출기)로 아세틸렌을 측정하였다.

### 실험결과 및 해석

반응시간의 영향 일정한 량의 수분이 들어있는 디메틸아세트아미드에 탄화칼시움을 넣고 30 $^{\circ}$ C에서 초음파분산시킨다. 초음파분산시간(반응시간)에 따르는 아세틸렌의 봉우리면적변화는 그림 1과 같다.

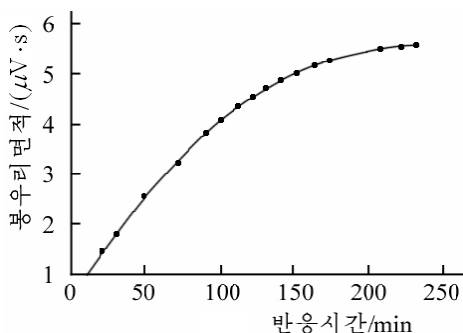


그림 1. 반응시간에 따르는 봉우리면적변화

달린 시험관에 시료를 각각 600μL씩 넣고 그중 한 시험관에는 물 1μL를 넣고 질량을 잰다. 한 시료를 기체크로마토그래프로 측정하는데 걸리는 시간이 10min이므로 10min간 차이를 두고 두 시료에 탄화칼슘을 넣고 초음파분산시킨 다음 분석한다.

기체크로마토그래프에서 측정한 봉우리면적으로부터 시료속에 들어있는 수분함량  $x(\%)$ 를 다음식으로 계산한다.

$$x = \frac{m_x}{m} \times 100$$

여기서  $m$ 은 취한 시료의 량(g),  $m_x$ 는 시료중 물의 량(g)이다.

반응온도 및 반응시간의 영향 아세틸렌발생에 미치는 반응온도의 영향은 그림 2와 같다.

그림 2에서 보는바와 같이 두 시료에서 반응온도가 30~40℃일 때 아세틸렌의 봉우리면적은 일정하며 그밖의 온도에서는 감소하였다. 따라서 시료들을 같은 온도에서 측정하면 반응온도의 영향을 보상할수 있다. 실험에서는 대기온도를 고려하여 30℃로 보장하였다.

반응온도를 30℃로 보장하면서 아세틸렌발생에 미치는 반응시간의 영향을 고찰한 결과는 그림 3과 같다.

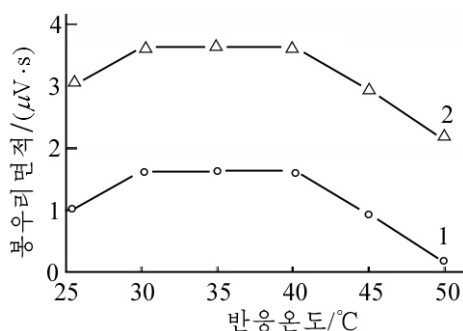


그림 2. 아세틸렌발생에 미치는 반응온도의 영향  
1-시료, 2-물첨가시료

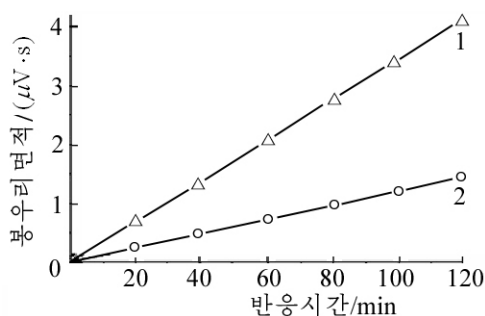


그림 3. 아세틸렌발생에 미치는 반응시간의 영향  
1-초음파분산시킨것, 2-초음파분산시키지 않은것

그림 3에서 보는바와 같이 초음파분산시키면 아세틸렌발생시간이 짧아진다는것을 알 수 있다.

반응온도가 30℃이고 초음파분산시킬 때 표준첨가법으로 반응시간에 따르는 시료의 수분함량변화를 고찰하였다.(그림 4)

그림 4에서 보는바와 같이 아세틸렌발생이 끝나지 않아도 임의의 시간에 정량할수 있다는것을 알수 있다.

정량한계 수분함량에 따르는 아세틸렌의 봉우리면적변화를 고찰하였다.(그림 5)

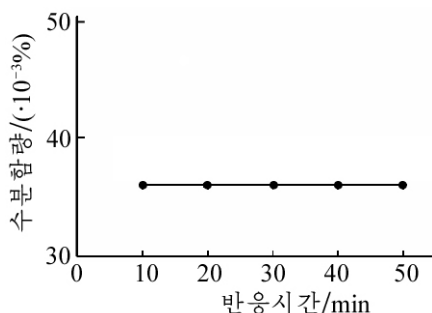


그림 4. 반응시간에 따르는 수분함량변화

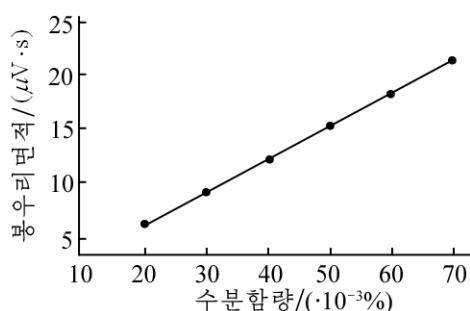


그림 5. 수분함량에 따르는 봉우리면적변화

그림 5에서 보는바와 같이 수분함량이 증가함에 따라 아세틸렌의 봉우리면적은 선형적으로 증가한다. 검출기의 잡음에 의하여 얻어지는 봉우리면적이  $3\mu V \cdot s$ 이므로 이 방법의 정량아래한계는 0.002%이다.

대상물분석 표준첨가법으로 디메틸아세트아미드시료속의 수분을 정량하였다.(표)

표에서 보는바와 같이 디메틸아세트아미드에 미량으로 들어있는 수분을 변동결수 2.272%의 정밀도로 정량할수 있다.

표. 디메틸아세트아미드중 미량의 수분정량결과

No.	원시료		물첨가시료		수분함량 (·10 <sup>-3</sup> %)
	시료량/g	봉우리면적/(μV·s)	물첨가량/g	봉우리면적/(μV·s)	
1	0.579	0.70	0.003 1	11.13	36.0
2	0.576	0.70	0.002 8	11.10	35.2
3	0.579	0.71	0.002 9	11.10	34.3
4	0.581	0.73	0.003 2	11.86	36.1
5	0.583	0.79	0.002 7	11.02	36.2
평균값					35.56
표준편차					0.808
변동결수/%					2.272

## 맺 는 말

반응온도 30℃와 초음파분산조건에서 디메틸아세트아미드속의 수분과 탄화칼시움이 작용하면 아세틸렌이 얻어진다. 기체크로마토그래프법으로 시료용액속에서 수분을 2.272%의 정밀도로 정량할수 있으며 정량아래한계는 0.002%이다.

## 참 고 문 헌

- [1] S. Mintova; Microchemical Journal, **98**, 2, 177, 2011.
- [2] A. Cedergen; Anal. Chem., **69**, 4051, 1997.
- [3] J. Jalbert et al.; Anal. Chem., **75**, 15, 1999.
- [4] 李春燕; 润滑与密封, **38**, 9, 65, 2013.
- [5] 张靓; 计量与测试技术, **42**, 1, 68, 2015.
- [6] 刘志娟; 低温与特气, **30**, 5, 1, 2012.

주체107(2018)년 1월 5일 원고접수

### **Determination of Trace Moisture in Dimethylacetamide by Acetylene Production-Gas Chromatography**

*Choe Yong A, Han Chan Hyon*

We established the method for determination of trace moisture in dimethylacetamide by acetylene production-gas chromatography. In the condition of the reaction temperature of 30°C and ultrasonic dispersion, when moisture in dimethylacetamide was reacted with calcium carbide, acetylene was obtained. Using gas chromatography, we can determinate moisture in the sample with precision of 2.272% and the limit of the measurement is 0.002%.

Key words: gas chromatography, moisture, dimethylacetamide