

Application News

No. SSK-TOC-2201

TOC-SSM/ Total Organic Carbon Analyzer

TOC-SSM을 이용한 Sodium carbonate 중 총 탄소 분석 (Total Organic Carbon Measurement of Sodium Carbonate using TOC-SSM system)

Shimadzu TOC Solid Sample Measurement System (이하, TOC-SSM)은 그림 1과 같이 TOC-L 총 유기탄소 분석기 (이하, TOC-L)와 SSM-5000A 고체 시료 연소로(이하, SSM-5000A)로 구성되어 있다. 고체 시료를 연소 산화시켜 생성된 이산화탄소의 양을 검출하여 시료 내 탄소의 함량을 정량하는 것으로, 시간이 많이 소요되는 추출이나 복잡한 전처리 과정이 필요하지 않아 간단하고 신속하게 총 탄소량의 분석이 가능하다.

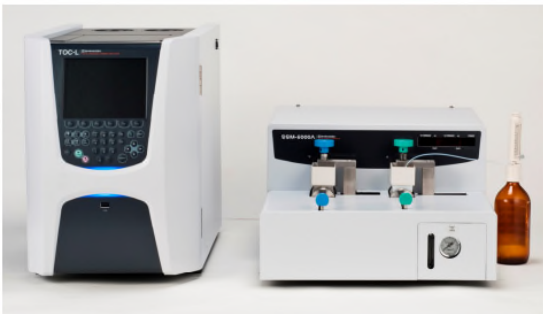
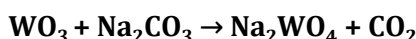


그림 1. TOC Solid Sample Measurement System

SSM-5000A를 이용하여 고체 시료의 총유기탄소(이하, TOC)를 정량하는 방법은 총탄소(이하, TC)와 무기탄소(이하, IC)를 각각 분석하여 그 차이를 이용하여 계산하는 방법과 전처리를 통하여 IC를 제거한 후, TC연소로에서 분석하는 방법 2 가지가 있다. 알칼리시료(알칼리금속을 포함한시료 등)의 경우, 연소 시 탄소, 이산화탄소(CO₂)와 함께 탄산염을 형성하게 되는데, 탄산염은 큰 열 분해 에너지가 요구되어 TC 연소로 조건(900 °C)에서는 연소산화가 되지 않는다. 이로 인해 TC 분석 시 올바르지 않은 결과값이 확인되는데, 이 문제는 텅스텐 옥사이드(WO₃)와 같은 첨가제를 이용함으로써 해결이 가능하다. 이에 본 뉴스레터에서는 Tungsten Oxide를 이용하여 TOC-SSM으로 Sodium carbonate의 총탄소 분석 가능성을 검토하였다.

◆ 시료 준비

시험분석을 위해 Sodium carbonate와 Tungsten(VI) Oxide를 Sigma-Aldrich사와 KANTO-CEHMICAL사에서 각각 구매하였다. 시료는 Sodium carbonate 단일 시료와 Sodium carbonate 및 Tungsten Oxide를 혼합한 시료를 각각 준비하였으며, 혼합시료의 반응식은 다음과 같다.



혼합시료는 반응식을 바탕으로 몰비 1:1(질량비 2.18:1)로 Sodium carbonate(약 100 mg)와 Tungsten Oxide(약 218 mg)를 섞어 시료로 사용하였다.

◆ 실험 방법

Sodium carbonate 단일시료와 Tungsten Oxide+Sodium carbonate 혼합시료를 비교 분석하였다.

- 1) Sodium carbonate 단일 시료는 약 100 mg을 샘플보트에 칭량한다.
- 2) 혼합시료는 PP튜브에 Tungsten Oxide 약 218 mg과 Sodium carbonate 약 100 mg을 칭량한 후 Vortex를 이용하여 섞는다. (그림 2)
- 3) PP튜브의 샘플을 샘플보트에 옮겨 담는다.(그림 3)
- 4) 1)과 3) 샘플보트를 TC연소로 900 °C에서 분석한다.



그림 2.



그림 3.

◆ 장비 및 분석조건

분석 장비 및 상세 분석조건은 표 1과 같다.

표 1. 분석 조건

Instruments	TOC Solid Sample Measurement System (TOC-Lcph Total Organic Carbon Analyzer+ SSM-5000A Solid Sample Combustion Unit)
Cell length	Short cell
SSM Carrier gas	500 mL/min oxygen gas
TC measurement Method	TC furnace 900 °C
Measurement Items	Total Carbon(TC)
Calibration Curve	Using Glucose
Sample	Sodium carbonate

◆ 검정곡선 작성

검정곡선은 Glucose(탄소: 40 %) 50 mg을 이용하여 탄소농도 20 mg의 1 point 검정곡선을 작성하였으며, 측정값은 그림 4와 같다.

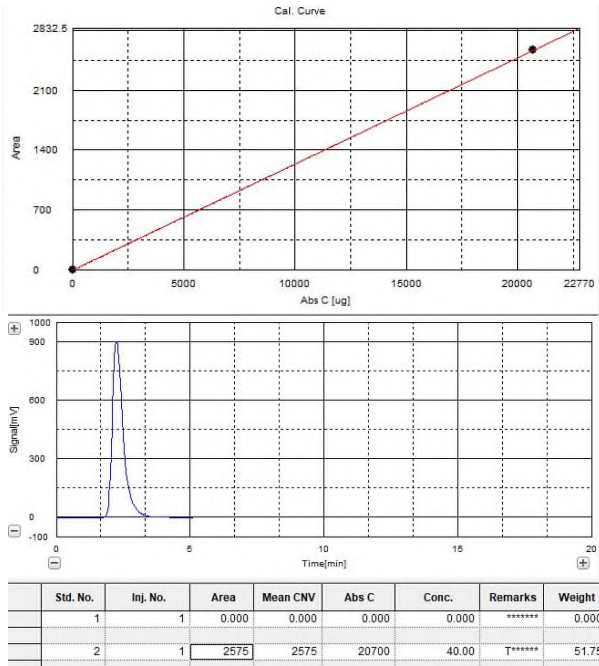


그림 4. 총탄소(TC) 검정곡선

◆ 시료 분석 결과

Sodium carbonate(탄소 11.32 %) 단일시료 약 100 mg을 TC 연소로에서 분석한 결과, 농도가 0.015 %로 그림 5에서 보는 것과 같이 탄소가 거의 측정되지 않는 것으로 나타났다. 반면, Sodium carbonate와 Tungsten Oxide를 반응 비율(몰비 1:1, 질량비 2.18:1)대로 혼합하여 10 회 반복 측정한 결과는 표 2에서 보는 것과 같이 탄소함량이 10 % 이상으로 Sodium carbonate의 실제 탄소함량 11.32 %에 근접한 것으로 나타났으며, 정확도는 약 (88 ~ 92) % 수준으로 나타났다. 대표적인 측정 데이터는 그림 6과 같다.

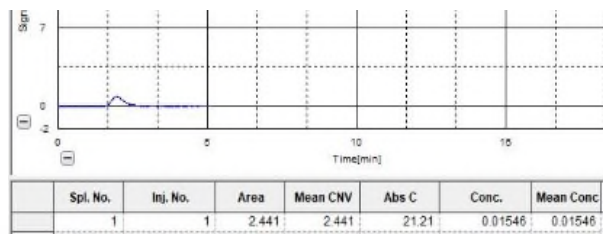


그림 5. Sodium carbonate 단일 시료

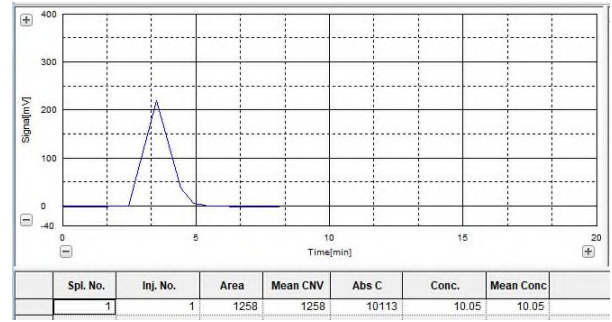


그림 6. Sodium carbonate + Tungsten Oxide 혼합시료

표 2. Sodium carbonate+ Tungsten Oxide 10 회 분석 결과

	WO ₃ /Na ₂ CO ₃ (질량비)	Na ₂ CO ₃ 의 탄소(%)	SSM 분석 결 과(%)	정확도 (%)
1	2.18	11.32	10.05	88.78
2	2.20		10.07	88.96
3	2.17		10.00	88.34
4	2.19		10.23	90.37
5	2.19		10.31	91.08
6	2.21		10.36	91.52
7	2.19		10.20	90.11
8	2.19		10.42	92.05
9	2.19		10.38	91.70
10	2.19		10.32	91.17

◆ 결론

이 뉴스레터에서는 TOC-SSM을 이용하여 Sodium carbonate 중 총탄소(TC)의 정량 분석을 검토하였다. 일반적으로 Sodium carbonate의 경우, TC 연소로 900 °C 조건에서 정확한 정량분석이 어려우나, Sodium carbonate에 Tungsten Oxide를 반응비율대로 첨가하여 분석한 결과, 실제 농도의 약 (88 ~ 92) %의 정확도를 보이는 것으로 나타났다. 본 시험을 통해 첨가제를 사용하면 Carbonate 등 TC 연소로 900 °C 조건에서 분석이 어려운 시료도 정량 분석이 가능함을 확인할 수 있었다.