

APPLICATION NOTE



입자상 물질을 포집한 글라스 파이버 필터의 CHNS 분석

서론

과학자들은 자연수나 공기 중 입자상 물질의 원소 및 동위원소 구성에 관심이 있을 때 유리 또는 석영 섬유 필터를 사용하여 이 입자상 물질을 수집합니다. 그 후 필터는 CHNS 원소 분석기를 사용하여 연소시킵니다.

필터 샘플은 일반적으로 원소 분석기로 분석하는 다른 샘플과 구별됩니다. 필터는 매우 부피가 크고(특히 47 mm 필터) 재_(Ash)가 많이 생성됩니다. 종종 필터에는 원소 농도가 매우 낮은 시료만 들어 있는 경우가 많기 때문에 주변 공기 블랭크의 제거가 매우 중요합니다. 이러한 점을 고려하여 Elementar는 유리 섬유 필터의 입자상 물질 분석에 최적화된 최신 CHNS+O+Cl 원소 분석기인 UNICUBE®의 수정된 버전을 제공합니다. 또한 Elementar의 동위원소 비율 질량 분석기(IRMS)와 연결하여 입자상 물질의 동위원소 특성을 분석할 수 있습니다.

이 원소 분석기는 이미 많은 해양학자들이 해양의 탄소 배출 능력과 가라앉은 입자상 유기물(POM)의 C:N:S 비율이 수심에 따라 어떻게 변하는지를 이해하고자 하는 탐구에 사용하고 있습니다.

몇몇 경우, 당사의 분석기는 이동 중인 연구 선박에서 원소 및 동위원소 측정을 수행하기도 합니다!

UNICUBE® 필터 분석기

필터의 CHNS 분석에 최적화된
분석기 패키지입니다.



대형 샘플용으로 제작

많은 해양학자들은 물을 더 쉽게 여과할 수 있는 25 mm 필터보다 47 mm 필터를 선호합니다. 그러나 대부분의 원소 분석기는 47 mm 필터 전체를 수용할 수 없습니다.

UNICUBE 필터 분석기는 47 mm 필터를 한 번에 투입하고 분석할 수 있습니다. 이는 이례적으로 큰 구멍을 가진 60 개 위치의 자동 샘플러를 통해 가능합니다. 또한 연소 지점으로 이어지는 분석기 내부 경로가 확대되어 더 큰 시료를 방해 없이 투입할 수 있습니다.

47 mm 필터를 일체형으로 장착할 수 있기 때문에 필터를 절단해 시료의 손실을 초래할 필요가 없습니다. 또한 최대 1.5g의 침전물까지 분석할 수 있습니다.

간편한 샘플 전처리

UNICUBE의 자동 샘플러를 사용하기 위해 필터를 준비할 수 있는 두 가지 옵션이 있습니다.

옵션 A는 필터를 주석 호일로 감싸는 것입니다. 매뉴얼 프레스 툴을 사용하여 포장된 필터를 작은 주석 펠릿으로 추가 압축합니다(그림 1).

옵션 B는 시간을 절약할 수 있는 훌륭한 대안이지만 25 mm 필터에만 적용할 수 있습니다. 여기에서는 필터를 열린 0.3 ml 주석 캡슐에 넣기만 하면 됩니다(그림 2).

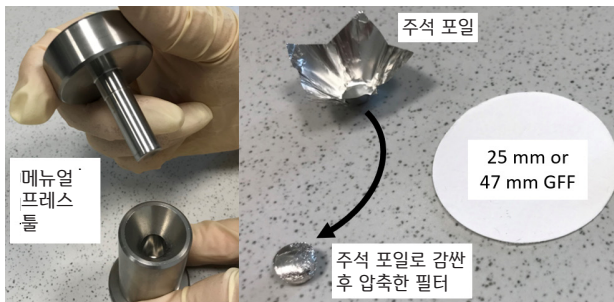


그림 1. 샘플 전처리 옵션 A

가능한 최소의 분석 공백

필터 시료에는 탄소와 질소 함량이 매우 낮은 입자상 물질이 포함되어 있는 경우가 많습니다. 따라서 분석 블랭크를 최대한 줄이는 것이 중요합니다.

질소의 경우, 분석 블랭크는 일반적으로 주변 공기에서 발생합니다. UNICUBE는 시료가 분석기에 주입된 후 모든 주변 공기를 제거하는 특허 기술을 갖추고 있습니다. 이 볼 밸브 기술은 그림 3에 나와 있습니다.

분석이 시작되면 샘플은 중력에 의해 볼 밸브로 떨어집니다(1단계). 그런 다음 이 볼 밸브가 90° 회전하고 헬륨으로 플러시되어 주변 공기를 효과적으로 제거합니다(2단계). 그 후 볼 밸브가 다시 90° 회전하고 시료는 연소 튜브로 떨어집니다(3단계).



그림 2. 샘플 전처리 옵션 B

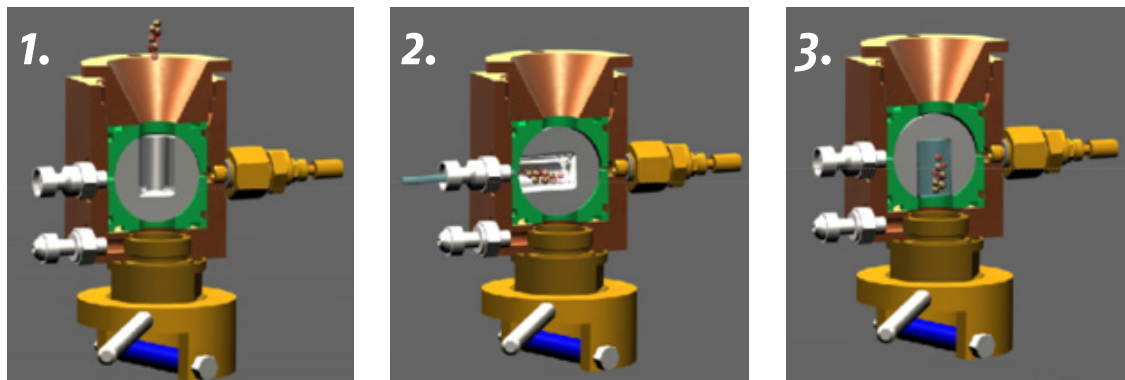


그림 3. 특허 받은 볼 밸브 기술

높은 신호 대 공백 비율

필터에는 미미한 양의 탄소가 포함되어 있으므로 블랭크 필터도 입자상 물질이 포함된 필터와 함께 분석하는 것이 중요합니다. 필터가 어떤 종류의 전처리 (예: 무기 탄소 제거를 위한 산성화)를 거쳤다면 블랭크 필터도 동일하게 전처리해야 합니다.

산성화된 47 mm 블랭크 필터 4개를 분석한 결과, N 및 C 피크 영역의 재현성이 높은 것으로 나타났습니다 (표 2). 블랭크 필터 신호는 POM이 로드된 두 개의 산성화된 필터의 신호에 비해 낮았습니다. 이 데이터는 수심 3 m와 24 m에서 해양 연구 스테이션에서 수집되었습니다. UNICUBE 필터 분석기를 사용한 결과, 낮은 N과 C 함량에 대해 높은 감도가 관찰되었습니다.

UNICUBE의 감도는 일반적으로 해양 필터 시료의 분석에 충분합니다. 더 높은 감도가 필요한 경우, 미량 N 및 C 분석에 최적화된 검출기를 갖춘 UNICUBE trace를 필터 분석에 맞게 수정할 수도 있습니다. 단, UNICUBE trace는 CHNS 분석기가 아니며 N과 C 성분만 분석할 수 있습니다.

UNICUBE trace의 탁월한 감도를 입증하기 위해 토양 표준을 N과 C가 없는 석영 모래로 희석했습니다. 이 희석된 토양 표준 물질 150 mg을 분석한 결과, 3.5 µgN에 해당하는 770 단위의 길고 좁은 질소 피크가 나타났습니다 (그림 4).

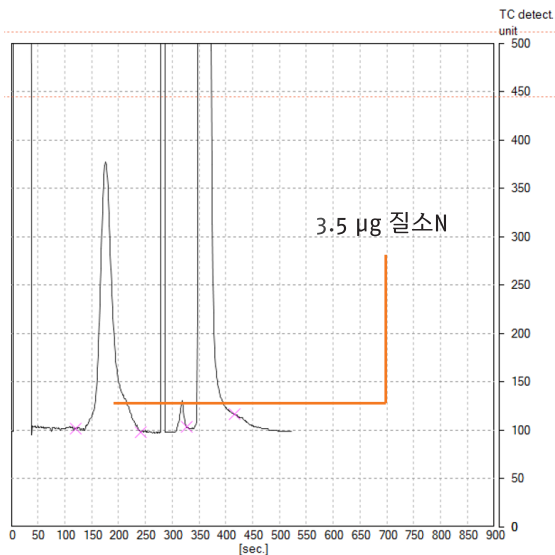


그림 4. 미량의 질소 피크만 포함된 토양 샘플의 크로마토그램. 길고 좁은 피크 모양은 Elementar의 고유한 가스 분리 및 사전 농축 기술의 직접적인 결과입니다. 가스는 의도적으로 빠르게 방출될 때까지 TPD 컬럼에 갇혀 있습니다.

표 2. 산화된 47 mm 블랭크 필터와 샘플의 피크 면적 및 원소 함량.

샘플	질소 피크면적	탄소 피크면적	질소 [µg]	탄소 [µg]
블랭크 필터 1	15	389		
블랭크 필터 2	13	331		
블랭크 필터 3	16	319		
블랭크 필터 4	18	351		
필터 POM 3m 깊이	861	4494	19	106
필터 POM 24m 깊이	2227	6722	49	179

식염수 샘플

필터를 사용하여 바닷물에서 입자상 물질을 추출한 후에는 필터 자체에 염분 잔류물이 남게 됩니다. 이러한 염분 필터 샘플 분석에는 비표준 기기 구성이 필요합니다.

CNS 모드에서는 표준 쿼츠 글라스 애쉬 핑거를 세라믹 애쉬 도가니로 교체해야 합니다. CN 모드에서는 애쉬 핑거를 스틸 애쉬 도가니(독립형 원소분석기) 또는 세라믹 애쉬 도가니(EA-IRMS)로 교체해야 합니다.

CN 모드에서 연소 튜브는 일반적으로 산화 구리로 채워집니다. 염분이 존재할 경우 산화구리는 산화세륨으로 대체되어야 합니다. 비용 효율을 높이기 위해 1:1 혼합 비율을 사용하여 더 비싼 산화 세륨을 커런덤(Al_2O_3) 볼로 희석할 수 있습니다.

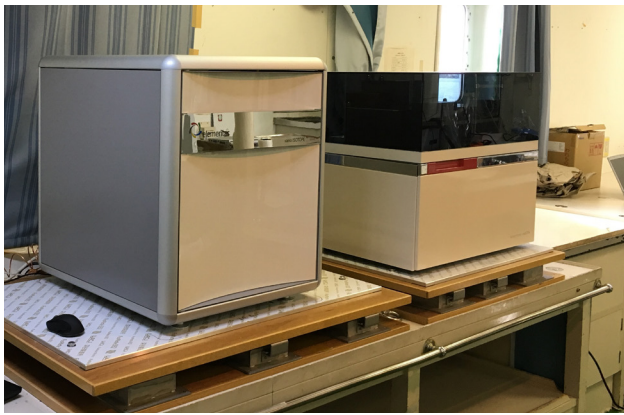
유니큐브 필터 분석기에는 식염수 필터에 필요한 비표준 소모품 및 시약이 함께 제공됩니다.

도구가 불필요한 유지보수

필터 샘플을 분석하면 필터당 많은 양의 재(Ash)가 생성됩니다. 이 애쉬는 연소 튜브의 애쉬 핑거에 수집되며, 애쉬 핑거가 가득차면 비워야 합니다. 유지보수를 최소화하기 위해 유니큐브는 약 40 x 25 mm 필터, 25 x 47 mm 필터 또는 70 x 100 mg 침전물 샘플의 재를 담을 수 있는 매우 큰 애쉬 핑거를 갖추고 있습니다.

유니큐브는 슬라이드 아웃 오븐과 나사 대신 클램프 연결부를 통해 유지보수가 용이합니다. 따라서 애쉬 핑거를 비우는 데 걸리는 시시간은 3-4 분이면 충분합니다.

해당 비디오 클립을 보려면 다음을 방문하십시오.:
<https://elementargroup.wistia.com/medias/rspc37m3m1>.



과학자들은 EA-IRMS 번들 Eco**vision**을 사용하여 입자상 물질의 $\delta_{13}C$ 및 $\delta_{15}N$ 을 측정할 수 있습니다. 이 동위원소 분석기는 맞춤형 충격 흡수 장치를 사용하여 해상에서도 사용할 수 있습니다.

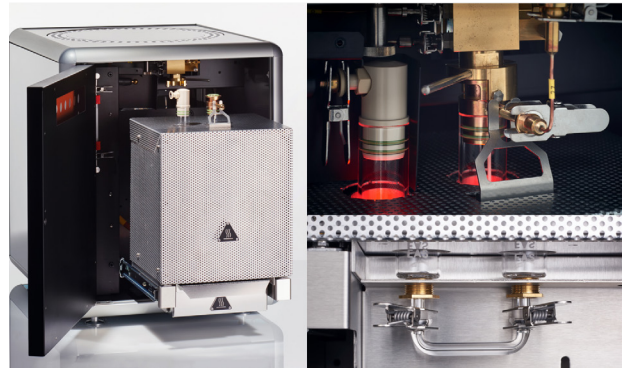


그림 5. UNICUBE는 슬라이드 아웃 오븐과 클램프 연결부를 갖추고 있어 유지·보수가 용이합니다.

요약

TUNICUBE 필터 분석기는 최대 1.5 g의 침전물뿐만 아니라 전체 유리 섬유 필터(최대 47 mm)의 CHNS 분석에 최적화되어 있습니다.

이 분석기는 주변 공기를 제거하는 고유한 방식으로 매우 낮고 재현 가능한 분석 블랭크를 생성합니다. 미량의 질소와 탄소만 함유한 필터 샘플은 블랭크 필터보다 훨씬 더 큰 피크 영역을 생성하는 것으로 나타났습니다.

또한 유니큐브의 대형 애쉬 핑거, 슬라이드 아웃 오븐 및 클램프 연결부 덕분에 유지·보수 작업이 빈번하지 않고 별도의 도구가 필요하지 않습니다.

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 분야 전반의 지속적인 과학적 진보를 보장합니다.

Elementar Analysensysteme GmbH

Elementarstraße 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

