

# TECHNICAL NOTE

## Elementar의 특허 솔루션 - 직접 온도 프로그래밍 탈착 기술 (direct TPD)

### 개요

유기 매트릭스의 탄소, 수소, 질소 및 황 함량을 측정하는 것은 다양한 응용 분야에서 요구되는 중요한 파라미터입니다. 이 네 가지 원소를 동시에 측정하는 표준 분석 방법은 산소 분위기에서의 고온 연소(HTC)입니다. 연소 과정에서 탄소는 이산화탄소로, 수소는 물로, 황은 이산화황으로 산화됩니다.

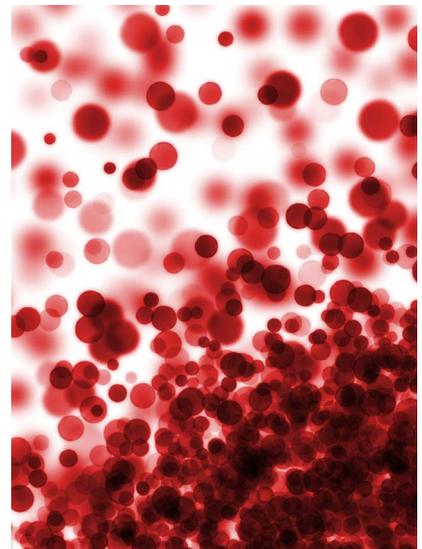
연소 과정에서 형성된 질소 산화물은 이후 하류 환원로에서 원소 질소 가스로 환원됩니다. 역사적으로 헬륨이 불활성 운반 가스로 선택되어 왔지만, 최근에는 헬륨 부족 가능성으로 인해 아르곤이 더 많이 사용되고 있습니다. 연소 및 환원 단계 후에 생성된 분석 가스( $N_2$ ,  $CO_2$ ,  $H_2O$  및  $SO_2$ )의 검출은 두 가지 방법으로 수행할 수 있습니다:

- 연소 가스를 정량적으로 분리한 다음 열전도도 검출기를 사용하여 정량화(가장 일반적인 접근 방식).
- 가스별 정량화를 위해 일련의 개별 적외선 및 열전도도 감지기를 사용.

고온 연소 분석 방법은 최소한의 시료 준비 작업만 필요하며 분석할 수 있는 매트릭스 유형에 대한 뛰어난 유연성을 제공합니다. 모든 유기 매트릭스는 모든 형태(고체, 점성, 액체 또는 기체)로 가능합니다. 다른 방법론과 달리 HTC 분석에서는 고도의 자동화가 가능하므로 연중무휴 24시간 무인 운영과 높은 시료 처리량이 가능하다는 이점이 있습니다.

#### 직접 온도 프로그래밍 탈착 기술 (direct TPD)

- UNICUBE®
- UNICUBE® trace



# 효율적인 가스 분리

Elementar는 가스별 흡착의 장점과 가스 크로마토그램 분리의 단순성을 결합한 고성능 가스 분리 기법으로 특허받은 다이렉트 온도 프로그래밍 탈착(direct TPD) 기술을 발명했습니다.

그 결과 탁월한 동적 측정 범위와 업계 최고의 검출 한계 및 정확도를 갖춘 고유한 크로마토그래피 기법으로 CHNS+O 분석을 수행할 수 있습니다.

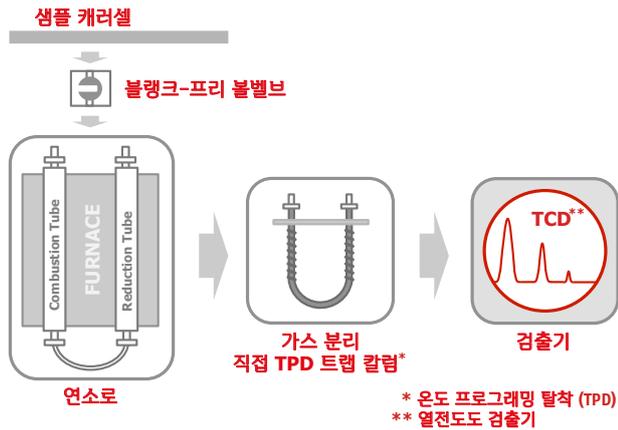


그림 1: 유니큐브의 기능 구성.

다이렉트 TPD 기술이 탑재된 원소 분석기의 개략적인 설정은 그림 1에 나와 있습니다. 다이렉트 TPD 기술은 CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O 및 SO<sub>2</sub>를 선택적으로 흡착하는 하나의 고용량 트래핑 컬럼을 사용합니다.

N<sub>2</sub>는 흡착되지 않고 열전도도 검출기에 먼저 도달합니다(그림 2a). 소프트웨어는 피크가 감지되고 신호가 베이스라인으로 복귀되는 시점을 다음 가스 종의 검출을 위한 시작 신호로 인식합니다. 다이렉트 TPD 흡착 컬럼에는 3개의 온도 램프 중 첫 번째 온도까지 가열하라는 신호가 주어지며, 모든 CO<sub>2</sub>를 흡착할 수 있을 만큼 충분히 높지만 나머지 연소 가스를 여전히 보유할 수 있을 만큼 낮게 지정된 온도에서 CO<sub>2</sub>를 방출합니다(그림 2b).

마찬가지로, 다이렉트 TPD 컬럼은 두 번째 및 세 번째 온도 램프가 트리거되면 H<sub>2</sub>O를 연속적으로 방출하고 마지막으로 SO<sub>2</sub>를 방출합니다(그림 2c 및 2d).

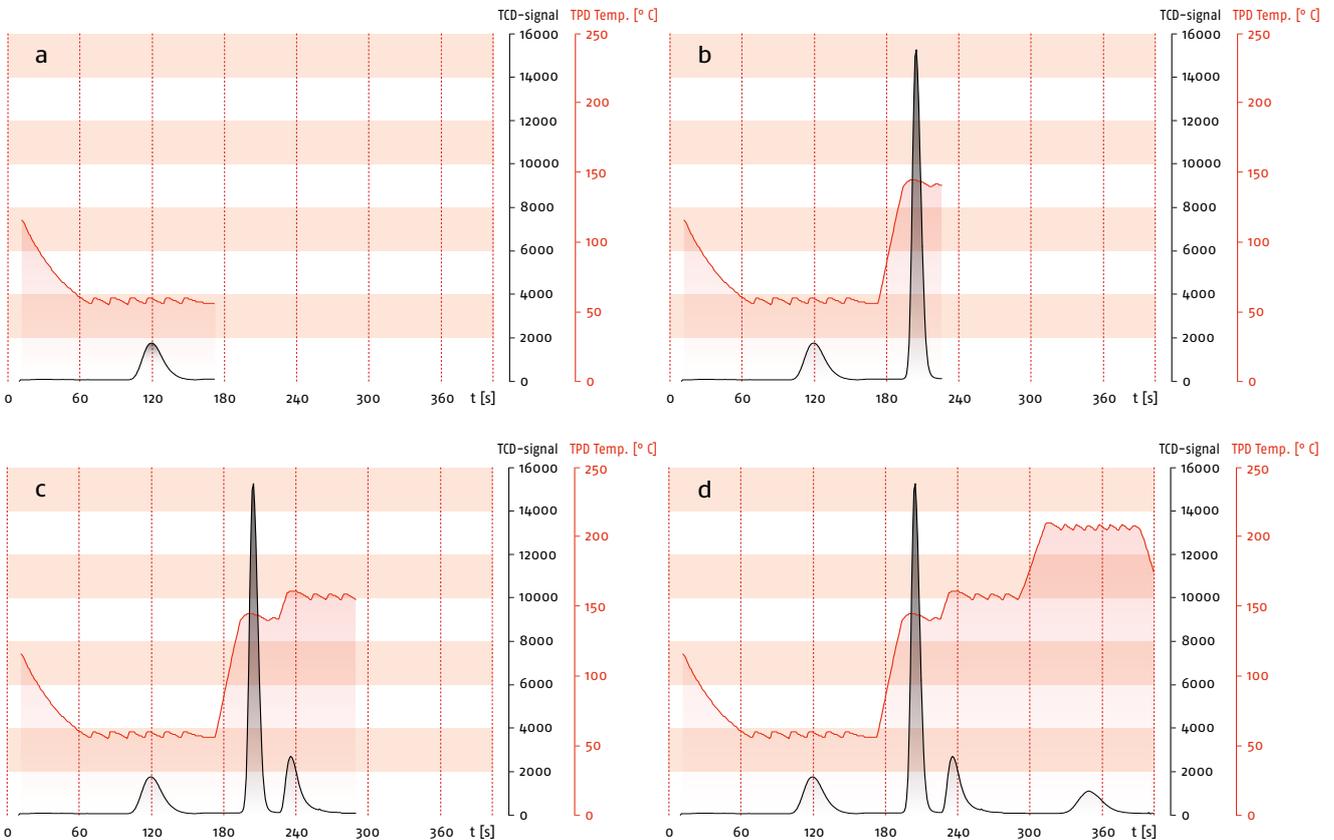


그림 2. UNICUBE를 사용한 설파닐산의 CHNS 분석 피크 그래프.

## 샘플 처리량 및 용량

다이렉트 TPD 컬럼의 온도 제어는 가스 스트림 내부에서 직접 가스 온도를 측정하여 실현되므로 피크 통합의 시작 및 중지 신호에 매우 빠르게 반응합니다.

그 결과, 고도로 최적화된 다이렉트 TPD 흡착 컬럼은 CN 모에서 최대 50 mg의 탄소를 흡착할 수 있으며, CHNS 모드에서는 일반 가스 크로마토그래피(GC) 컬럼의 약 4 배에 달하는 최대 14 mg의 탄소를 흡착할 수 있습니다. 또한 직접 온도 제어를 통해 분석 시퀀스 속도를 높이고 7분 이내에 CHNS 동시 측정을 완료할 수 있습니다(그림 2).

Elementar 장비를 사용할 때 안정적인 성능과 시스템 가동 시간 덕분에 시료 처리량은 항상 높았지만, 이제 CHNS 모드에서 가능한 일일 최대 시료 처리량이 200 개라는 놀라운 수치로 증가했습니다.

## 최고의 피크 형태

중요한 파생 효과로, 다이렉트 TPD 컬럼의 빠른 가열 속도로 인한 탈착 가속화는 날카로운 피크, 더 높은 피크 높이 및 베이스라인 분리를 보장하여 뛰어난 신호 대 잡음비와 매우 낮은 정량 한계로 이어집니다.

이는 CHNS 모드에서 GC 기반 분리를 사용할 때 상당한 피크 확대와 피크 테일링의 영향을 받는 수소와 황의 검출에 특히 중요합니다. 이와는 대조적으로 다이렉트 TPD 기술은 극한 원소 비율에서도 피크 분리가 가능합니다. 따라서 최대 12000:1의 까다로운 C/N 및 C/S 원소 비율도 쉽게 정량화할 수 있습니다(그림 4).



그림 3.  
UNICUBE의  
다이렉트 TPD  
가스 흡착  
컬럼 사진.

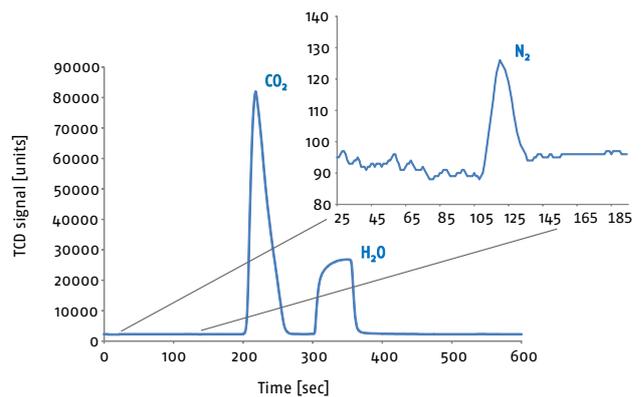
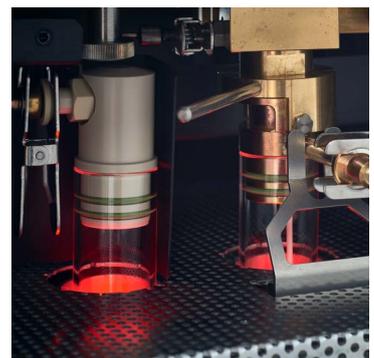
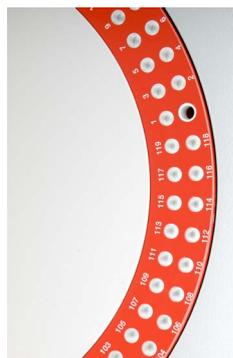
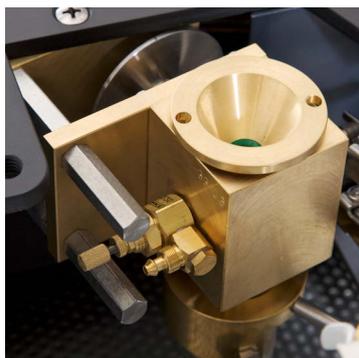


그림 4. 뚜렷한 피크 분리를 통해 절대적으로 신뢰할 수 있고 문제 없는 데이터 수집을 보장합니다. 따라서 최고의 분석 성능을 유지하면서 더 많은 양의 시료에 대해 분석 실행을 쉽게 자동화할 수 있습니다. 결과적으로 실험실 효율성을 크게 향상시킬 수 있습니다.



# 피크 포커싱을 통한 LOD 개선

모든 분석 가스를 다이렉트 TPD 흡착 컬럼에 포집하고 온도 프로그래밍 탈착을 통해 각 분석 가스를 연속적으로 방출하는 방식은 지정된 시간에 펄스 방출을 위해 소량의 가스를 농축하는 데 매우 효과적입니다.

목표 원소가 소량만 존재하는 경우 직접 TPD 흡착 컬럼에 가스를 농축하면 피크에 초점을 맞출 수 있어 더 정확하고 재현 가능한 검출이 가능하며, 때로는 처음부터 검출이 가능한 경우도 있습니다.

옵션으로 제공되는 IR 검출기를 사용하면 2ppm의 낮은 황 농도도 이러한 방식으로 검출할 수 있습니다. 그림 5는 황 농도가 7ppm인 탄소질 토양 샘플의 분석 결과를 보여줍니다. 이 분석은 황 분석에서 다이렉트 TPD 기술의 탁월한 감도를 보여줍니다.

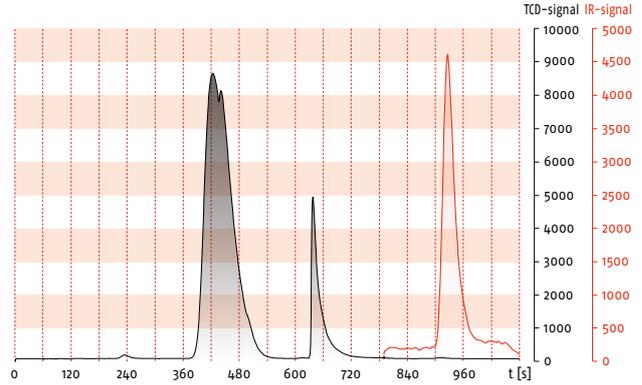


그림 5. 옵션인 IR 검출기를 사용하여 UNICUBE에서 분석한 심토 시료에서 7ppm의 유황을 측정합니다.

## 요약

- 다이렉트 TPD 기술은 유기 원소의 연소 분석에서 표준 검출 유형인 후속 열전도도 검출을 위해 가스를 분리하는 강력한 방법입니다. 각 대상 가스 종에 대한 가스별 흡착으로 인해 몇 가지 장점이 있습니다:
- 다이렉트 TPD 컬럼의 전용 충전 물질의 높은 흡착 용량으로 인해 매우 넓은 동적 측정 범위가 제공되므로 최대 50 mg의 유기 물질 또는 최대 1g의 토양과 같은 많은 양의 시료를 분석할 수 있습니다.
- 각 대상 기체 종의 방출을 제어하여 베이스라인 분리를 보장하므로 최대 12000 : 1의 극한 C : N 또는 C : S 원소 비율을 가진 시료에서도 신뢰할 수 있고 정확한 검출이 가능합니다.
- 가스 스트림의 직접 온도 제어로 분석 시퀀스가 빨라져 시간당 시료 처리량이 증가합니다.
- 목표 가스 종의 빠른 탈착으로 피크 높이가 증가하여 검출 한계가 개선됩니다.

### 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

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

