

TECHNICAL NOTE

넓은 농도 범위에서 뛰어난 고정밀 염소 분석

개요

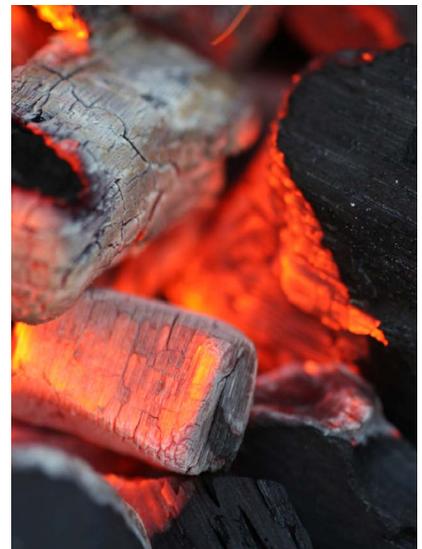
염소 분석은 최근 몇 년 동안 점점 더 중요해지고 있습니다. 시멘트 공장, 벽돌 공장 및 에너지 수요가 많은 기타 산업에서 대체 연료를 사용하려면 쉽고 유지보수가 적은 염소 분석이 필요합니다.

전통적으로 염소 측정에는 시간이 많이 걸리고 자동화하기 어려운 쉐닝거 분해법을 사용하여 수행됩니다. 따라서 고온 연소 후 형성된 염화수소를 전기량계로 측정하는 방법이 점점 더 많은 관심을 받고 있습니다. 그러나 널리 사용되는 전기량법에는 여전히 몇 가지 주요 단점이 있습니다. 전해질 용액을 매우 자주 교체해야 하고 전극이 마모되기 쉽기 때문에 상당한 유지보수 노력이 필요합니다. 또한 이 방식에서는 동적 범위가 낮은 농도로 제한됩니다. 반면에 전도도 검출과 결합된 이온 크로마토그래피는 보다 안정적인 기술이며 모든 할로겐을 개별적으로 측정할 수 있습니다. 이 솔루션의 단점은 투자 비용이 매우 높다는 것입니다.

원소 분석의 선구자인 Elementar는 더 간단한 대안을 개발했습니다. 성능이 입증된 최첨단 원소 분석기와 고성능 고체 전기화학 검출기(ECD)를 결합하여 염소 분석을 이전보다 훨씬 쉽고, 안정적이며, 정밀하게 수행할 수 있습니다. 적은 유지보수 노력으로 더 넓은 농도 범위에서 염소를 측정할 수 있습니다.

독창적인 염소 분석 솔루션

trace SN cube
rapid CS cube
UNICUBE®
vario EL cube
vario MACRO cube



측정 원리

시료는 샘플 캐러셀에서 블랭크 프리 볼 밸브를 통해 연소 튜브로 이송됩니다. 수평 퍼니스가 있는 시스템과 달리 이 시스템은 연소 튜브에 시료를 공급하기 위해 어려운 기계 장치나 압축 공기가 필요하지 않습니다. 그런 다음 시료가 고온 연소 구역으로 들어가 모든 염소가 100% 염산으로 변환됩니다.

다음 단계에서는 응축과 염소 손실을 방지하기 위해 운반 가스에서 수분을 효율적으로 제거합니다. 운반 가스는 최종적으로 고체 전기 화학 검출기를 통과하여 염화수소를 감지합니다. 이 기본 구성은 rapid CS cube, UNICUBE®, vario EL cube 및 vario MACRO cube 모델에 사용할 수 있습니다.(그림 1 참조)

경우에 따라 ECD 셀이 CO₂ 및 NO_x에 대해 약간의 교차 감도를 보여 통합 초기에 작은 네거티브 피크가 발생할 수 있습니다. 높은 염소 농도(> 100 ppm)의 경우 이는 염소 농도의 측정 결과에 크게 기여하지 않습니다. 휘발유와 같이 농도가 낮은 경우 이 작은 네거티브 피크가 결과에 영향을 미칠 수 있습니다.

이러한 이유로 낮은 염소 함량에 최적화된 trace SN cube의 염소 옵션 설정은 약간 다릅니다(그림 2 참조).

운반 가스에서 수분을 제거한 후 염산은 특수 트랩 컬럼에 갇힙니다. 연소 과정과 간섭 물질 제거 후 트랩 컬럼이 가열되어 HCl을 방출 하면 고체 전기 화학 검출기에서 검출됩니다. 고급 퍼지 및 트랩 기술은 신호 대 잡음비를 크게 개선하고 최고의 감도를 보장하는 피크 포커싱으로 이어집니다.

검출기 신호의 평가는 표준 PC에서 수행됩니다. 전체 프로세스가 완전 자동화되어 있어 사용이 간편하고 야간에도 작동할 수 있습니다.

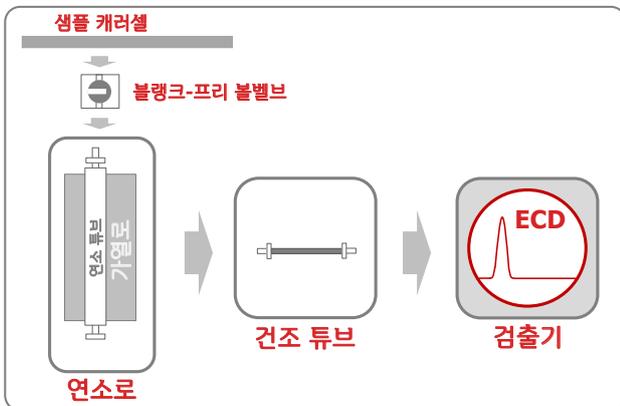


그림 1. 기본 구성에서 염소 검출 옵션의 작동 원리.

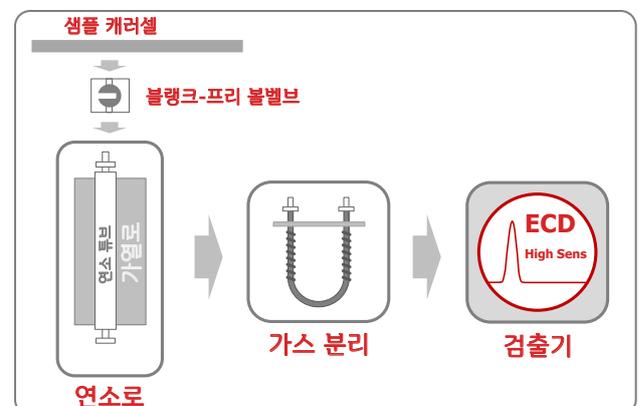
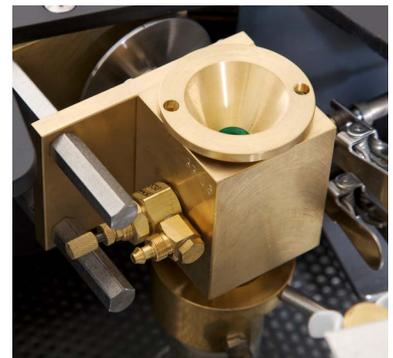


그림 2. 저농도 염소 검출 옵션이 있는 trace SN cube의 작동 원리.



전기 화학적 검출

전기화학 셀에서는 다음과 같은 반응이 발생합니다.:

- 워킹 전극: $Ag + HCl \rightarrow AgCl + H^+ + e^-$
- 기준 전극: $O_2 + 4e^- + 4H^+ \rightarrow 2H_2O$

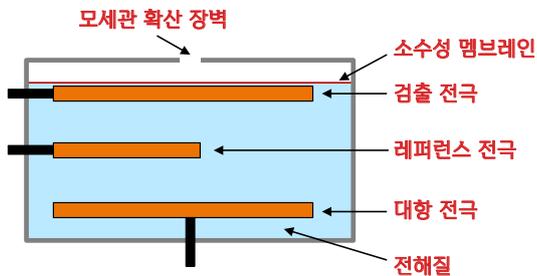


그림 3. EC 셀의 작동 원리.

이 반응에서 생성된 전자는 작동 전극과 기준 전극 사이의 전류를 낮추며, 이는 캐리어 가스의 HCl 농도를 측정하는 척도입니다. 이 검출 방법은 전류계 검출이라고 설명할 수 있습니다. 모세관 확산 배리어는 기본적으로 직경에 따라 셀의 감도가 결정되는 구멍입니다. 전해질은 농축된 비산화 산입니다.

전기화학 셀의 개략도는 그림 3에 나와 있습니다. 화학 이론에 따르면 ECD 셀은 고농도의 HBr에 의해서도 영향을 받을 수 있지만 실제로는 거의 나타나지 않습니다.

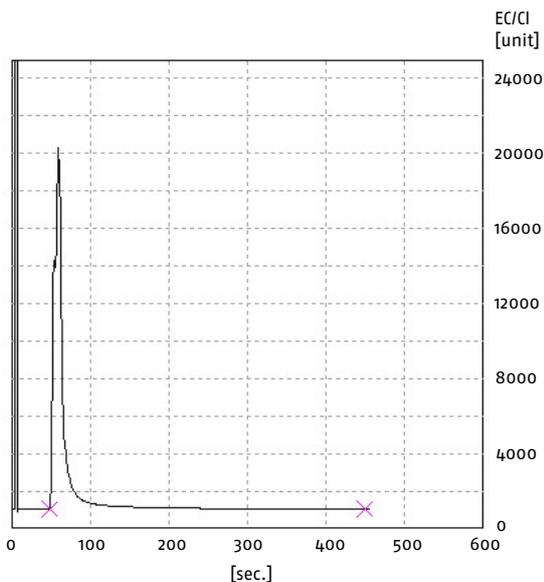


그림 4. 염소 검출 옵션과 5,000 ppm 측정 셀을 갖춘 rapid CS cube로 측정된 1.4 mg NH₄Cl 시료의 HCl 피크.

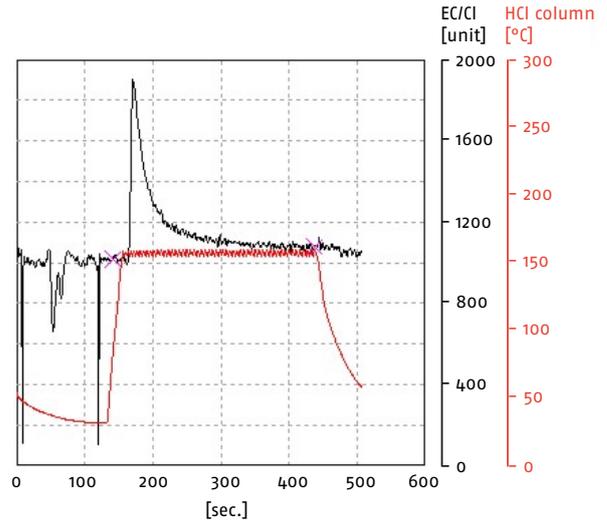


그림 5. 염소 검출 옵션이 있는 trace SN cube와 20 ppm 측정 셀을 사용하여 분석된 디젤 시료(+5 ppm Cl)의 HCl 피크.

검량

검량선에 사용할 수 있는 몇 가지 스탠다드가 있습니다. 캡슐 프레스를 사용할 수 없는 경우 염화암모늄(Cl 함량 65.97%)을 선택할 수 있습니다. 또한 염소의 높은 용해도는 스탠다드 용액을 준비하는 데 이상적입니다.

또 다른 가능한 검량 스탠다드는 정의된 양의 염소가 포함된 오일 또는 사용 가능한 경우 매트릭스별 염소 스탠다드를 사용할 수 있습니다. 일반적으로 이러한 스탠다드들은 촉진제 없이 사용할 수 있습니다. 예를 들어 그림 6은 Cl-옵션이 있는 rapid CS cube에서 0.11% Cl의 석탄 스탠다드로 얻은 일반적인 검량선을 보여줍니다.

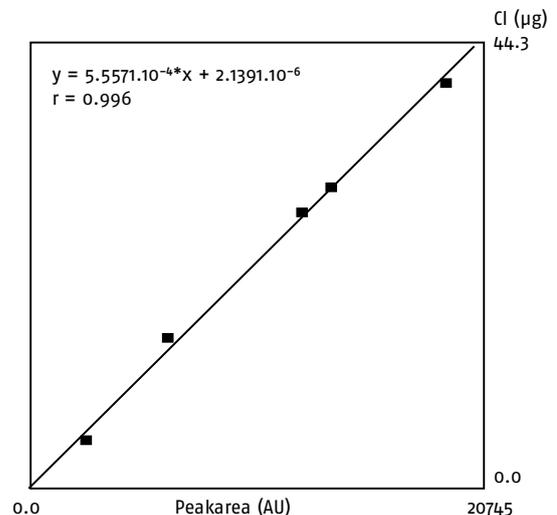


그림 6. 염소용 EC 셀 검량선.

선택 가능한 전기화학(EC) 셀

Elementar는 농도 범위에 따라 세 가지 유형의 전기화학 셀을 제공합니다. 셀의 이름은 분석할 수 있는 가스 스트림의 최대 염화칼륨(HCl) 농도를 나타냅니다. 이 농도는 시료의 염소 함량으로 직접 환산할 수 없다는 점에 유의하십시오.

다양한 전기 화학 셀의 특성은 다음 표에 나와 있습니다.

셀 타입	검출 하한 (µg Cl abs.)	검출 상한 (µg Cl abs.)	Cl 상대 표준 편차 (%)*
20 ppm [†]	0.05	2	8
200 ppm	0.5	20	5
5000 ppm	15	1200	5

*: 측정 범위의 중간에 해당하는 코노스탄 스탠다드에서 얻은 값입니다.

†: trace SN cube에서만 사용 가능

대표적인 어플리케이션

염소 검출 옵션은 연료, 잔류 연료, 바이오매스, 폐기물, 토양 등의 분야에 최적화되어 있습니다. 정밀도와 정확도의 한계로 인해 고전적인 원소 분석(예: 순수 화학 물질의 Cl 함량 측정)에는 Cl 옵션을 사용하지 않는 것이 좋습니다. 다음 표는 Cl-옵션의 몇 가지 대표적인 응용 분야를 보여줍니다.

물질	무게 (mg)	검출기	Cl (W-%)	상대 표준편차 (%)
무연탄-1	34	200	0.151	1.52
무연탄-2	33	200	0.021	6.1
목탄	60	200	0.0045	8.9
바이오매스-1	15	200	0.133	4.2
바이오매스-2	30	200	0.0086	8.9
유기 폐기물	20	200	0.142	4.3
잔류 연료	31	5000	0.893	6.1
플라스틱 파이버	10	200	0.354	11.3
1 ppm의 Cl을 스파이크한 디젤	35	20	1.07	8.8

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.

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

Elementar Analysensysteme GmbH

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

