

# APPLICATION NOTE



## *soli TOC<sup>®</sup> cube* 를 사용한 광물성 토양의 TOC 측정

### 소개

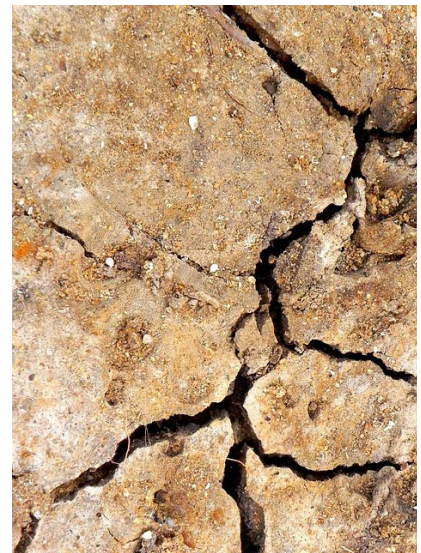
사전 산성화 처리와 함께 900 °C 이상의 온도에서 연소를 통한 총유기탄소(TOC) 측정은 EN 15936과 같은 많은 표준 분석법에 포함된 확립된 기법입니다. TOC 함량은 유기 물질과 부식질의 양을 나타내므로 전 세계적으로 토양 및 폐기물 분석에 사용됩니다.

광물성 토양 또는 퇴적물에서 TOC 농도를 정확하고 신뢰성 있게 측정하는 데는 몇 가지 도전 과제와 개선 여지가 있습니다. 시료 전처리로 인해 시료 구성이 크게 변하지 않도록 해야 합니다. 마그네사이트, 백운석 또는 사이드라이트와 같은 광물에서 탄산염과 같은 화합물을 포함하는 일부 무기 탄소를 시료에서 제거해야 TOC 함량을 측정할 수 있기 때문에 이는 사소한 문제가 아닙니다. 이를 위해서는 약 50 °C에서 10 % 염산으로 처리하여 완전히 분해해야 합니다. 그러나 50 °C에서는 유기 탄소 손실이 발생하여 시료의 유기 탄소 농도가 과소평가될 수 있습니다. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>와 같은 다른 산을 사용하는 경우 유기물 손실이 최대 80 % 까지 발생할 수 있습니다. 사전 산성화 단계를 제거하면 일관된 결과를 얻을 수 있습니다.

또한 사전 산성화는 시간이 많이 소요되는 수동 공정으로 사용자의 입력이 필요하고 작업 흐름에 병목 현상을 일으킵니다. 또한 사용자와 기기는 명백한 영향을 미치는 위험한 산에 노출됩니다. 이 외에도 산을 첨가하면 블랭크 값이 증가하여 검출 한계와 재현성에 영향을 미칩니다.

### *soli TOC<sup>®</sup> cube*

동적 온도 프로그램을 사용하여  
사전 산성화 처리 없이 TOC 농도를  
분석합니다.



# 600 °C에서 TOC 측정

사전 산성화 방법에 대한 대안으로 온도 의존적 TOC 측정을 사용하는 방법이 한동안 논의되어 왔습니다. 대부분의 무기 탄소 화합물은 600°C 이상의 연소 온도가 되어야 완전히 분해되는 반면, 유기 화합물은 이보다 낮은 온도에서 연소합니다. 실제로 다양한 방법을 비교한 많은 논문에서 515°C에서 650°C 사이의 연소 온도가 다양한 시료에 대해 사전 산성화를 거친 직접 방법과 비슷한 TOC 결과를 제공한다는 것을 보여주었습니다(예: Pitt et al., 2003; VDLUFA, 1991; Bisutti et al., 2007).

이 애플리케이션 노트에서는 soli TOC 큐브를 사용하여 사전 산성화 없이 TOC를 측정하는 방법을 소개합니다. 이 기기는 동적 온도 프로그램을 사용하여 다양한 탄소 분획을 구분합니다.

## 방법

동적 온도 프로그램(램핑 방법)의 적용을 검증하기 위해 산으로 사전 처리하고 900 °C에서 등온 연소시킨 5가지 토양과 동적 온도 프로그램을 사용하여 사전 산성화 없이 600 °C에서 연소시킨 5가지 토양에 대해 탄소 측정을 수행했습니다. 또한 반응성이 높은 시료에 대해 등온법과 비교하여 램핑법의 장점을 보여줍니다.

모든 분석은 보정 또는 기기 영향을 피하기 위해 동일한 soli TOC cube 기기를 사용하여 수행되었습니다.

고전적인 TOC 방법의 시료 사전 산성화는 시료에서 모든 탄산염이 제거되도록 하기 위해 10% 염산과 1방울의 농축 염산으로 수행되었습니다. 이는 시료가 거품을 멈출 때 표시됩니다. 산성화 과정에서 샘플을 가열하지 않았습니다.

동적 온도 상승 방법은 약 100 °C에서 시작합니다. 시료를 투입한 후 온도는 분당 120 °C의 속도로 600 °C까지 상승하여 TOC를 측정합니다. 온도는 600 °C에서 230 초 동안 유지되는데, 이는 높은 탄소 농도에서도 시료의 모든 유기 탄소를 연소시키기에 충분한 시간입니다. 그런 다음 동일한 가열 속도를 사용하여 시료를 900 °C까지 가열하여 TIC를 측정합니다(그림 1 참조).

총 탄소(TC) 함량은 유기 탄소와 무기 탄소 농도를 합산하여 계산됩니다:

$$TOC + TIC = TC.$$

TOC 분석만 요청하는 경우 시간을 절약하기 위해 TIC 단계를 생략할 수 있습니다.

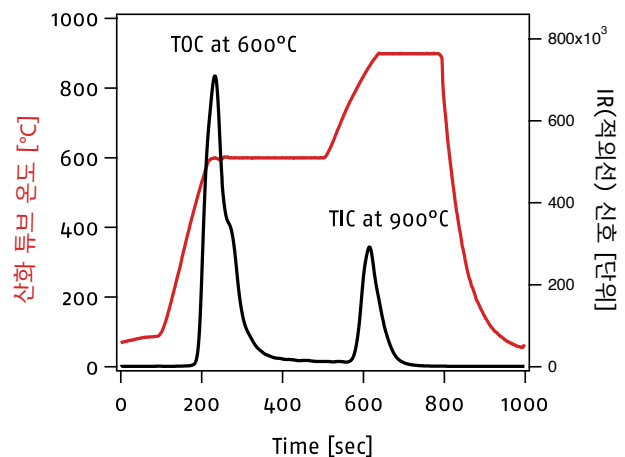


그림 1. 목표 온도가 600 °C 및 900 °C인 동적 온도 프로그램으로 TOC 및 TIC 농도를 나타냅니다.



# 결과

등온 방식에 비해 프로그램 온도 상승의 장점은 연소 반응이 더 잘 제어되어 보다 일관된 결과를 제공한다는 것입니다. 이는 석탄과 같이 반응성이 매우 높은 시료를 분석할 때 특히 중요합니다. 이러한 시료는 강한 발열 특성으로 연소하며 연소 중에 방출되는 에너지로 도가니의 온도를 높입니다.

표 1은 온도 상승 방법을 사용하면 등온으로 도입한 시료에 비해 총 무기 탄소(TC)를 원소/유기 탄소에서 더 잘 분리할 수 있음을 보여줍니다. 표준편차가 낮을수록 온도 램프가 사전 산성화를 사용하는 기존 방법에 비해 더 재현 가능한 결과를 가져온다는 것을 보여줍니다.

총 탄소(TC) 양은 방법에 관계없이 항상 동일하다는 점에 유의하세요.

램핑 방법으로 얻은 결과는 다양한 토양 샘플에 대한 사전 산성화 방법의 결과와 상관관계가 있습니다(표 2). 따라서 600 °C로 램핑하여 탄소 측정은 사전 산성화의 부담 없이 매우 유사한 결과를 제공하므로 900 °C에서 산성화된 토양 샘플을 분석하는 것과 동등한 것으로 간주할 수 있습니다.

사전 산성화 방법에서 약간 더 높은 TOC 농도는 산성화 과정에서 가열이 누락되어 일부 탄산염이 파괴되지 않았기 때문으로 설명할 수 있습니다.

표 2. 램핑 방법을 사용하여 600 °C에서 측정된 다양한 토양의 유기 탄소 농도와 900 °C에서 분석한 사전 산성화된 토양 샘플의 비교

샘플	TOC [%] 600 °C	TOC [%] 900 °C 사전 산성화
토양 1	2.7 ± 0.04	2.6 ± 0.04
토양 2	3.8 ± 0.09	4.5 ± 0.02
토양 3	2.1 ± 0.02	2.1 ± 0.06
토양 4	3.5 ± 0.02	4.0 ± 0.01
토양 5	2.4 ± 0.02	2.8 ± 0.09

램핑 방식의 계측기 분석 시간은 사전 산성화 등온 방식에 비해 길지만, 전체 작업 흐름 시간은 크게 단축됩니다. 이는 사전 산성화에 많은 시간이 소요되기 때문입니다. 수동으로 수행해야 하는 산성화 후 시료를 몇 시간 동안 건조시켜야 합니다. 또한 일부 분석기의 경우 시료를 은박으로 포장해야 합니다. 이러한 힘든 수동 프로세스는 자동화할 수 없으며 전체 분석 시간을 증가시킵니다.

표 1. 600 °C로 온도를 상승시킨 후 반응성 그을음 시료의 탄소 농도를 사전 산성화 처리된 시료를 직접 주입하고 600 °C에서 등온 연소했을 때와 비교한 결과.

샘플	파라미터	TOC [%]	TOC [%]	TC [%]	TC [%]
	온도 온도 프로그램 산성화	600 °C 상승 no	600 °C 등온 yes	900 °C 상승 no	900 °C 등온 yes
그을음		48.4 ± 0.3	49.0 ± 0.9	49.5 ± 0.2	49.4 ± 0.7

## 요약

Tsoli TOC cube의 89개 위치 자동 샘플러와 간편한 시료 전처리로 분석 시간을 단축하고 일상적인 야간 무인 작업을 수행할 수 있습니다. 따라서 작업 흐름의 주요 병목 현상이 제거되고 24시간 동안 분석할 수 있는 샘플 수가 최대화됩니다.

또한 솔리 TOC cube는 언제든지 한 번의 샘플 실행으로 TOC400과 생물학적으로 비활성인 원소 탄소(EC) 또는 잔류 산화가능 탄소(ROC) 및 TIC를 구분하는 데 사용할 수 있으며, 이는 폐기물 매립 처리에 중요한 척도입니다. 이는 새로운 독일 표준 DIN 19539에 포함되었으며 향후 몇 년 동안 더 널리 채택됨에 따라 그 중요성이 더욱 커질 것으로 보입니다. 유연성이 뛰어난 soli TOC cube는 고체 시료의 다양한 탄소 분획(TOC, TIC 및 EC / ROC)을 측정하는 데 완벽한 솔루션입니다.

연소 조건이 최적화되고 블랭크 값이 매우 낮은 도가니를 사용하며 산을 첨가하지 않기 때문에 soli TOC cube는 더 낮은 측정 범위를 커버합니다. 각 시료와 함께 회분이 시스템에서 자동으로 제거되므로 시료에 포함된 염분이 제거되어 시스템이 부식되지 않도록 보호합니다.

## 참조

Bisutti, I., I. Hilke, J. Schumacher and M. Ressler (2007): A novel single-run dual temperature combustion (SRDTC) method for the determination of organic, in-organic and total carbon in soil samples. Talanta 71, 521-528.

DIN EN 15936 - Sludge, treated biowaste, soil and waste - Determination of total organic carbon (TOC) by dry combustion.

DIN 19539 - Investigation of solids - Temperature-dependent differentiation of total carbon.

VDLUFA Methodenbuch (1991): Band I- Die Untersuchung von Böden, A 4.1.3.2, 7. Teillfg. 2016.

Pitt, J.L., T.L. Provin, F.M. Hons, F. Dou, and J.S. Waskom (2003): Use of a total carbon/nitrogen analyzer for the determination of organic and inorganic carbon in soils, manure, and composts. Abstracts, 2003 Meeting of ASA, Denver, CO.

### 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

