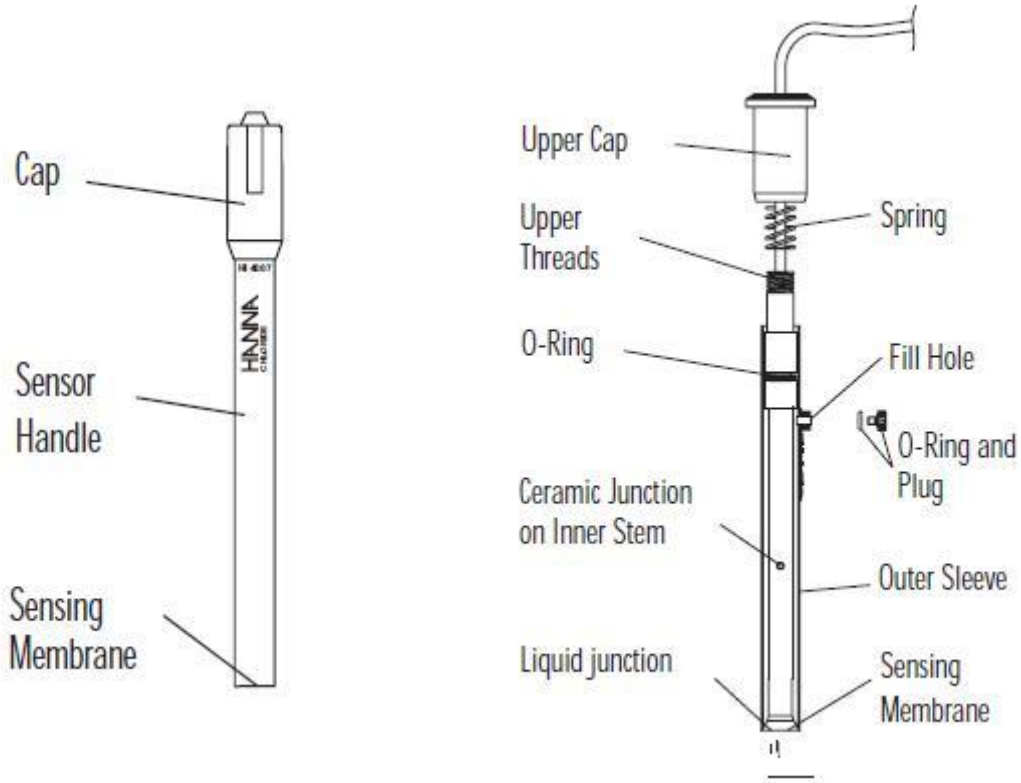


HI 4107 & HI 4007

Hanna HI 4007와 HI 4107은 용액 속 염화물 이온 측정을 위해 디자인된 전극입니다.

◎ 전극 HI 4007과 HI 4107의 디자인



◎ 필요한 제품:

- HI 4007을 위한 HI 7072 충전 용액과 HI 5315 Double Junction Reference Electrode.
- HI 4222 pH/ISE/mV 미터 혹은 다른 이온 적합 혹은 pH/mV 미터. Note: ISE (이온) 미터가 사용가능하지 않다면, log/linear 그래프용지가 유용합니다.
- Hanna HI 180 Magnetic Stirrer 혹은 Teflon 코팅된 막대(HI 731320). Note: 사이에 발포제 혹은 코르크와 같은 격리 물질을 가까이 두어 교반기 모터 열로부터 비커를 격리시킵니다.
- HI 76404 전극 홀더.
- 플라스틱 비커 (HI 740036P) 혹은 다른 적합 물질 용기.

◎ 염화물 측정을 위해 필요한 용액

아래 Hanna Instruments standard와 ISA 리스트에서 알맞은 용액을 선택하십시오.

0.1 M Sodium Chloride Standard, 500mL	HI 4007-01
100 ppm Chloride standard, 500mL	HI 4007-02
1000 ppm Chloride standard, 500mL	HI 4007-03
<u>ISA, 500mL</u>	<u>HI 4000-00</u>

피펫과 유리제품을 사용하여 샘플의 농도 브래킷에 희석물을 만드십시오. $10^{-3}M$ (35.5ppm)보다 작은 표준을 매일 준비해두어야 합니다. 할로젠화물 전극(HI 4000-00)을 위한 Hanna ISA 2mL를 100mL의 샘플 혹은 표준에 더해주시십시오. 사용자가 준비한 아세테이트 pH 버퍼는 대략 4pH 샘플을 조정하는데 사용될 수 있습니다. 각 100mL 샘플 또는 표준에 10mL를 더해줍니다. 19.5g 암모늄 아세테이트와 15.0mL 빙초산을 탈 이온수 200mL에 녹이고 희석하여 250mL를 준비합니다.

공급된 산화제는 수산화물, 황화물, 브롬화물, 암모니아 혹은 시안화물과 같은 영향을 억제하는데 사용될 수 있습니다. 10mL를 100mL 표준 혹은 샘플에 더해줍니다. 측정 수행 전 10분 동안 샘플을 섞어줍니다. 샘플과 표준을 즉시 폐기하고 재생 불가능하도록 산화시킬 것입니다. 오랜 시간동안 전극에 이 용액이 남아있지 않도록 합니다. 후드 안에서 작업하고 눈과 살에 접촉하지 않도록 합니다. 대략 800mL 탈이온수에 화학분석용 품위 농축된 니트산 6.25mL를 희석시킴으로써 산화제를 준비하십시오. 조심스럽게 섞어줍니다. 1리터로 희석하십시오.

◎ 전반적인 설명

- 보정 표준과 샘플 용액은 같은 이온성의 세기를 갖고 있어야 합니다. ISA, 초산염 버퍼 혹은 산화제가 샘플, 표준에 각각 같은 비율로 더해져야 합니다.
- 보정 표준과 샘플 용액은 같은 온도에 있어야 합니다.
- 표준이나 샘플이 담긴 비커를 교반기로부터 절연 처리합니다.
- 보정 표준과 샘플 용액은 동일한 비율의 TFE로 코팅된 막대를 사용하여 저어야 합니다.
- 전극을 증류수 혹은 샘플 사이 탈이온수로 헹구고 부드러운 천으로 부드럽게 닦아줍니다. 센서 표면을 문지르지 마십시오.
- 염화물 센서를 희석한 표준에 미리 담가 반응이 최대한 좋게 만들어 줍니다. $10^{-3} M$ 이상의 농도를 사용하지 마십시오.
- 스크래치, 패인 자국 혹은 변색된 알갱이 표면이 변동, 낮은 레벨 반응의 손실 혹은 낮은 반복성을 유발할 수 있습니다. 손상된 표면을 HI 4000-70으로 제거해줌으로써 최대의 반응으로 재 저장될 수 있습니다.
- 센서가 손상될 수 있으므로 온도에서 많은 변화(열적 쇼크)를 피하십시오.

HI 4007

- 센서 끝에 있는 보호 커버를 제거합니다.

- 충전 전해액 저장소를 HI 7072 충전 용액으로 채워 HI 5315 표준 전극을 준비합니다.
- 센서와 표준 전극을 전극 홀더에 끼우고 기기에 케이블로 연결합니다.

HI 4107

- 센서를 처음 조립하기 전에 세라믹 전구 보호 플라스틱 랩을 제거합니다.
- 전극 사용 전 전해액 저장소에 HI 7072 표준 충전 용액을 매일 더해줘야 합니다.
- 측정할 때, 전극 충전 구멍이 열린 상태에서 사용해야 합니다.
- 일반적으로 사용할 때, 충전 용액이 전극 아래쪽에 있는 원뿔 모양의 전구로부터 천천히 새어나올 것입니다. 지나친 손실(24시간 이내에 4cm 초과)은 비정상입니다. 이러한 현상이 나타나는 경우 캡이 단단히 조여져 있는지 확인하고 내부 콘과 외부 바디 사이에 어떠한 이물질이 없는지 확인하십시오.
- 출구 압력을 유지시켜주기 위해 매일 충전용액을 더해줍니다. 반응 시간을 최적화하려면 이 수준이 유지되어야 하며 충전 구멍 아래 2-3 cm 이상 떨어지지 않도록 합니다. 내부 줄기가 세라믹으로 덮여있어야 합니다.
- 잘못된 측정 결과가 나타난다면, 내부 원뿔 가까이 이물질이 있지 않은지 확인하십시오. 충전 용액을 버리고 새로 충전합니다.

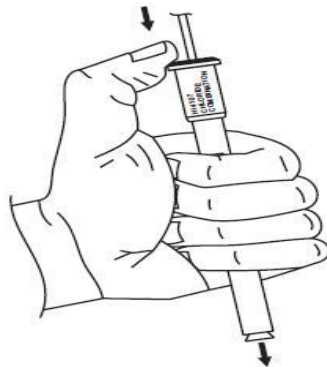
◎ 전극 준비

HI 4007

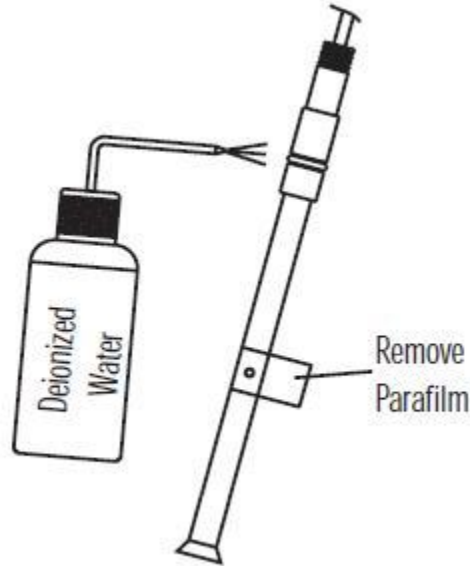
1. 보호 커버를 제거합니다.
2. 외부 전해액 저장소를 HI 7072로 채워 표준 전극을 준비하십시오.
3. 센서와 표준 전극을 전극 홀더에 끼우고 기기에 케이블로 연결하십시오.

HI 4107

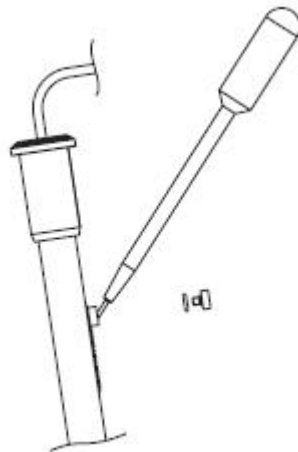
1. 내부 줄기 세라믹 전구를 덮고 있는 플라스틱 필름을 풀어 폐기하십시오. 이는 배송과 오랜 기간의 보관을 위한 것입니다.
2. 내부 줄기에 있는 o-ring이 젖도록 내부 줄기를 탈 이온수로 행구어 주십시오.



3. 내부를 외부 바디 안으로 밀어 넣고 스프링을 아래로 밀고 캡을 돌려 전극을 재 조립하십시오.
4. 분출 구멍에 있는 o-ring과 충전 구멍 커버를 제거합니다.
5. 제공된 피펫을 사용하여 HI 7072 충전 용액을 전극에 몇 방울 더해 주어 o-ring 을 적시고 충전 용액 공간을 헹구십시오.



6. 전극의 바디를 잡고 위쪽 캡을 엄지손가락으로 부드럽게 누르십시오. 이는 충전 용액을 바디 밖으로 빼내기 위한 것입니다. 캡을 풀어 전극을 원래상태로 돌려놓습니다. (부드럽게 해야 합니다.)



7. 전극 캡을 조이고, 전극 바디를 충전 용액으로 충전 구멍 아래까지 채우십시오.
8. HI 76404 전극 홀더에 전극을 끼우고 기기 플러그를 연결합니다.

◎ 전극 슬로프의 빠른 확인

- pH/mV/ISE 미터에 센서를 연결하십시오.
- 기기를 mV 모드에 둡니다.

- DIW의 100mL를 막대와 함께 비커에 넣습니다.
- 표준과 측정 전극을 샘플에 넣어 준비합니다.
- 표준(0.1M 혹은 1000 ppm 표준) 1mL를 비커에 더해줍니다. 기록이 안정되면 mV 값을 기록합니다.
- 추가적으로 10mL의 표준 용액을 더해줍니다. mV 측정치가 안정될 때 기록합니다. 이 값은 이전 기록보다 적어야 합니다.
- 두 mV 값 사이 차이를 확인합니다. 이 슬로프에 수용 가능한 값은 $-56 \pm 4 \text{mV}$ 입니다.

◎ 교정하기

- 보호 캡이 제거되었는지 확인합니다. (HI 4007)
- 플라스틱 필름이 내부 줄기로부터 제거되었는지 확인합니다. (HI 4107)
- 전극이 기기에 정확히 연결되었는지 기기 전원이 공급되는지 확인합니다.
- 희석된 표준을 새로 만들고 저장되었는지 확인합니다. 그렇지 않으면 용액을 다시 만듭니다.
- 센서 슬로프가 제안된 슬로프 윈도우를 놓쳤다면, 센서를 희석된 용액에 담그십시오. 이로써 문제가 해결될 수 있습니다. (10^{-3}M 염화물 혹은 100 ppm 표준을 선택합니다)
- 스크래치된 센서 표면은 HI 4000-70으로 바를 수 있습니다. 대략 1인치 정도 잘라냅니다. 반투명한 부분을 탈 이온수로 적시고 전극의 손상된 멤브레인을 맞대어둡니다. 빛나는 부분에 엄지손가락을 두고 천천히 뒤로 돌린 후 밖으로 부드러운 압력이 가합니다. 만족할 때까지 계속해서 표면을 발라줍니다. 만일 어두운 색의 이물질이 보이면 제거하고 계속해서 발라주십시오.
- 센서 슬로프가 제안된 슬로프 윈도우를 놓쳤다면, 센서를 희석된 용액에 담그십시오. 이로써 문제가 해결될 수 있습니다.
- 멤브레인이 손상된 경우, 반응이 극도로 느려지거나 전극의 슬로프가 눈에 띄게 감소되고 위에 설명된 절차도 도움이 되지 않습니다. 센서가 교체되어야 합니다.

◎ 직접 보정하기와 측정하기

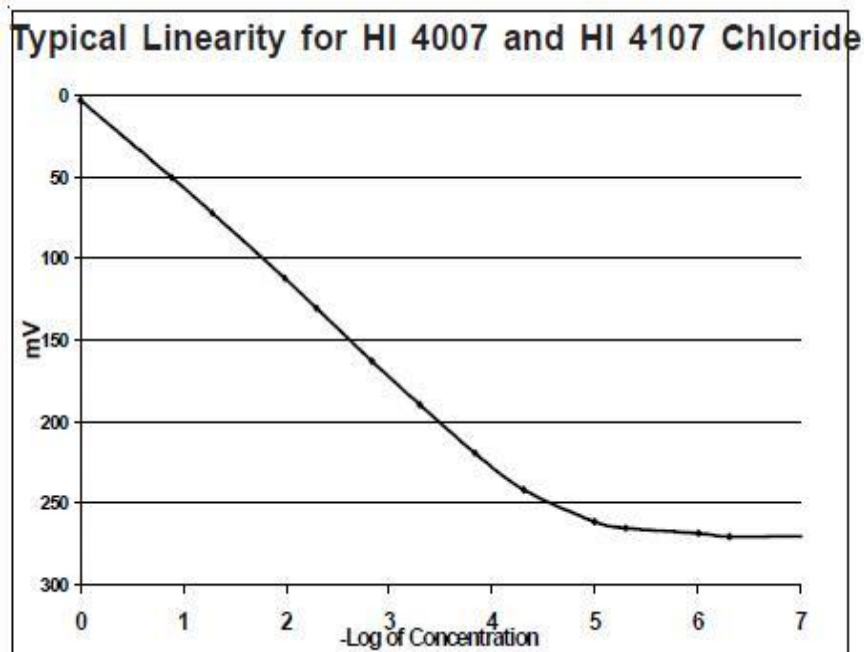
이 방법은 많은 샘플 측정을 위한 간단한 측정법입니다. ISE 미터 (HI 4222) 측정치는 표준으로 기기 보정 후 측정치를 읽음으로써 농도를 확인합니다. 기기가 2개 혹은 그 이상의 새로운 표준으로 보정됩니다. 비선형의 더 많은 보정 표준이 요구됩니다. 반복 가능한 측정을 위해 염화물의 매우 낮은 수준에서 특별한 예방조치가 적용되어야 합니다. 표준을 위해 사용된 물은 염화물이 없어야 하며, 센서와 유리로 된 제품은 반복적으로 헹구어주어야 합니다. 전극 반응이 곡선을 이루는 곳에서 더 많은 보정 포인트가 필요하고 보정이 반복적으로 필요할 것입니다.

세미 로그 그래프용지와 mV 모드에 있는 pH/mV 미터 또한 사용할 수 있습니다.

두 개 혹은 그 이상의 새로운 표준을 mV 모드에 있는 기기로 측정합니다. 이러한 값은 세미 로그 용지에 나타나며 직선 형태로 점들이 연결됩니다. 샘플 측정시 세미 로그 플롯에 농도 축으로 mV가 따름으로써 mV 값이 농도로 전환됩니다.

절차

- 1) 측정을 위해 "전극 준비", "전극 슬로프의 빠른 확인" 절차를 따라 준비합니다.
- 2) 표준 용액을 준비하기 위해 "염화물 측정을 위해 필요한 용액"을 따르십시오. 표준을 한 범주에 묶고 범위 안으로 떨어져야 합니다.
HI 4000-00 ISA 2 mL 혹은 10 mL 아세테이트 pH 버퍼 혹은 산화제 10mL를 샘플과 표준 100mL에 더해줍니다. 측정 전에 막대를 넣고 저어줍니다. 산화제를 섞어준 후 10분 안에 사용해야 합니다.
- 3) 최적의 테스트를 위한 "전반적인 설명"을 따르십시오.
- 4) 보정하는 동안 낮은 농도 샘플에서 시작하는 것이 중요합니다. 값을 기록하기 전에 측정이 안정화되도록 기다리십시오. 낮은 농도에서 평형이 약간 지속되어야 합니다.
- 5) 샘플의 오염이 지속되는 것을 방지하기 위해 센서를 DIW로 행구고 말려줍니다.



◎ 다른 측정 기술

추가 (for Cl⁻)

unknown 농도는 측정된 이온의 알려진 양(부류과 농도)을 더해줌으로써 확정될 수 있습니다. 이러한 기술은 Known Addition으로 불립니다. 이 방법은 이상적인 센서 슬로프를 사용할 수 있지만, 알려진 경우 측정의 온도에서 실제로 확정된 슬로프가 사용되어야 합니다. 이 방법은 매우 간편하게 Hanna HI 4222 pH/ISE/mV 미터에

프로그램 되어있습니다.

예: known addition과 염화물 이온 측정.

1. unknown (V_{sample}) 50mL 샘플을 깨끗한 플라스틱 비커에 염화물 센서와 함께 둡니다. 아세테이트 pH 버퍼 2mL 혹은 HI 4000-00 ISA(V_{ISA}) 혹은 염화물 전극 영향이 있다면 50mL 산화제를 더해줍니다. 잘 섞어주시고 mV 값을 기록합니다(mV 1).
2. 10^{-3}M 표준 5mL를 비커에 더해주면 mV 값이 감소합니다. 기존 샘플에 있는 unknown 염화물 농도는 다음 등식으로 확인될 수 있습니다.

$$C_{\text{sample}} = \frac{C_{\text{standard}} V_{\text{standard}}}{(V_T) 10^{\Delta E/S} - (V_{S'})} \left(\frac{V_{S'}}{V_{\text{sample}}} \right)$$

$$(V_{\text{sample}} + V_{\text{standard}} + V_{\text{ISA}}) = V_T$$

$$(V_{\text{sample}} + V_{\text{ISA}}) = V_{S'}$$

3. 슬로프를 확인하기 위해 두 번째 표준에 이 절차를 반복하십시오.

적정

염화물 전극은 질산은에도 염화물 적정의 과정을 위해 사용될 수 있습니다. 다른 영향을 받는 곳에서 전극은 색이 변한 샘플에 사용될 수 있습니다. 적정이 이루어지는 동안 센서가 염화 농도 감소를 따르는 반면, 질산은의 적은 양의 추가가 이루어집니다. 은 염화물의 침전물 형태로 염화물 이온에 은이 반응합니다. 화학반응이 끝나면 mV에 큰 변화가 일어납니다. Hanna Titrator HI 901으로 측정이 자동화되거나 수동적으로 적정됩니다.

pH

HI 4107과 HI 4007 전극은 pH 값 2와 11사이에서 사용됩니다. 이 범위를 넘는 샘플은 아세테이트 pH 버퍼에 적용되어야 합니다.

HI 4007과 HI 4107 센서 보관

HI 4007 센서는 단기간을 위해 희석된 용액 ($<10^{-4}\text{M}$)에 보관될 수 있고, 사용하지 않을 때 보호 캡으로 건조하게 보관해야 합니다. HI 4107 전극은 희석된 용액 ($<10^{-4}\text{M}$)에 단기간 보관할 수 있습니다.

장기간 보관을 위해서는 전극 안에 있는 액체를 빼내고 증류수나 탈이온수와 함께 소금으로 세척해야 합니다. 위쪽 캡을 풀고 바깥쪽 슬리브를 케이블 위로 올립니다. 줄기 안쪽에 세라믹 전구를 Parafilm® 혹은 다른 랩으로 씍니다. 제공된 보호

캡을 센서 멤브레인에 끼웁니다. 해제된 전극을 보관 박스에 넣고 건조한 상태로 보관합니다.

변환표

Cl⁻

Moles/L(M) → ppm(mg/L)

ppm(mg/L) → M (moles/L)

Multiply by

3.500×10^4

2.857×10^{-5}