

CNS2000 기기를 통한 식물체 및 토양의 탄소 · 황 · 질소의 동시분석

서종호

작물과학원

I. 서 언

기존의 토양 및 식물체에 포함되어 있는 탄소(유기물), 황 및 질소의 분석은 먼저 산에 의한 가수분해와 증류와 적정 등 일련의 복잡한 과정을 통하여 이루어지나, 미국 LECO사(미시간 세인트조셉 소재)의 CNS2000 기기의 건식연소법에 의한 동시 원소자동분석법은 각 원소의 산에 의한 분해, 증류 또는 적정에 따른 분석의 수고를 들고, 다단계로 분리된 분석과정에서 나타날 수밖에 없는 분석에러를 줄일 수 있을 뿐만 아니라, 세 가지 원소를 동시에 분석함으로써 분석의 노력을 현저히 줄일 수 있다는 장점이 있다. 따라서 탄소, 황, 질소의 동시 신속분석을 위한 본 기기의 사용 원리 및 과정을 소개하고자 한다.

II. 분석방법

1. 분석의 개요

LECO CNS2000 탄소, 질소 및 황 분석기는 다양한 형태의 유기화합물에 포함된 탄소, 황 및 질소를 분석하기에 맞게 구성된 non-dispersive, infrared, microcomputer 가 장착된 장비이다. 분석은 boat형태의 샘플홀더에 샘플을 달고 그 무게를 기기에 입력하면서 시작하는데, ANALYZE 키가 선택되어 샘플이 연소실(Combustion Tube)에 놓여지면, 전기로에서 연속적인 산소의 투입과 더불어 시료가 연소하게 된다. 이 연소의 과정에서 샘플에 있는 모든 형태의 탄소, 질소, 황 화합물은 연소되어 CO₂, SO₂ 및 N₂ 및 NO_x로 변하게 된다. 이 가스 중 CO₂, SO₂는 IR(infra red) 셀을 통과하면서 탄소와 황이 정량되며, 연소가스의 일부는 채취되어 650°C로 가열된 Cu환원관을 통하여 과잉의 산소가 제거됨과 동시에 NO_x가 N₂로 환원되고, 이 환원된 가스가 TC(thermal conductivity) 셀을 통과하면서 질소가 정량되게 된다.

연소실의 연소가스는 연소실을 빠져 나간 후 Anhydrone Tubes와 Particle Filter를 통과해 Ballast Tank에 집합되게 된다. Ballast Tank가 샘플가스로 차면 IR셀과 Aliquot Loop로 빠져 나가기 전에 가스가 균일하게 평행에 도달하게 된다. 그 후 가스는 carbon 및 sulfur의 IR셀

Corresponding author: (Phone) +82-31-290-6691 (E-mail) sjh3022@rda.go.kr

과 Aliquot Loop를 채우게 된다. 샘플가스가 IR셀과 Aliquot Loop에 채워지고 있을 때 연소실은 깨끗이 청소(purge)되어 다음 샘플의 분석을 준비한다. IR cells의 voltage output이 컴퓨터에 의해 감지되고, 이에 따라 탄소와 황의 함량을 분석할 수 있다. Aliquot Doser에 있는 샘플가스는 운반가스(carrier gas, 헬륨)를 따라 NO_x 가스가 N₂로 환원되는 Catalyst Heater로 이동하게 되는데, 그 Catalyst Heater 이동 직전 CO₂를 제거하기 위해 Lecosorb를, H₂O를 제거하기 위해 Anhydron을 사용한다. Catalyst Heater를 통과한 N₂와 Helium은 TC셀의 한쪽 면을 통과하게 된다. TC 셀의 다른 면을 지나는 carrier 가스(헬륨)과 비교함으로써 질소의 함량을 분석할 수 있게 된다. 질소의 함량이 측정된 후 측정장치는 purge되어 다음 분석을 준비한다.

2. 장치의 개요

본 기기는 크게 세부분으로 나누어져 있는데 시료의 자동주입장치 (Auto Loader, optional), 연소장치(Combustion System or Furnace), 분석장치(Analyser)로 나누어지고, 부가적으로 Printer와 optional Balance가 추가되어진다. Auto Loader는 Furnace에 한번에 약 50개 가량의 Boat형태의 샘플홀더를 사용하여 질소가스의 힘에 의해 Furnace의 Combustion tube 속으로 샘플홀더를 넣고, 다시 빼는 작업을 한다. 연소장치는 1250°C(식물체)-1450°C(토양)의 연소온도에서 샘플을 연소시켜 Analyzer로 연소가스를 공급하는 기능을 하는데, 연소에는

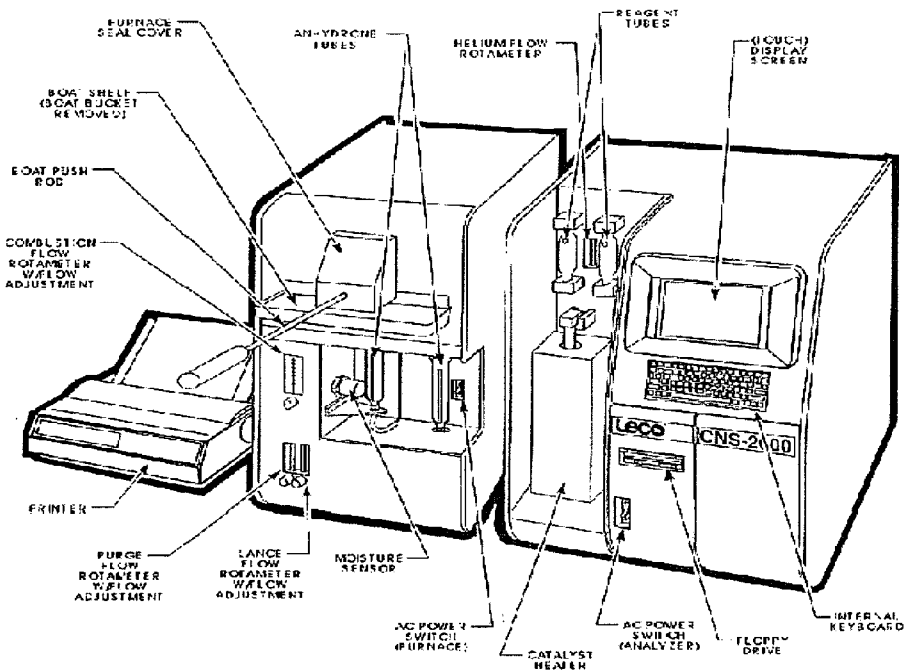


그림 1. LECO CNS2000의 controls 및 indicators.

230VAC \pm 10%, 50/60 Hz, 20 amps의 높은 전력이 요구된다. Analyzer에는 연소가스를 모으는 Ballast Tank와 그 이후 앞서 말한 탄소, 황 및 질소를 분석할 수 있는 모든 장치가 부착되어 있다. Furnace 와 Analyzer의 controls 및 indicators를 그림 1에 나타내었다.

분석에는 산소가스, 질소가스 그리고 질소분석을 위한 carrier gas로 헬륨 가스가 필요하다. 정밀한 분석, 특히 정밀한 질소분석을 위해서는 초고순도(99.999%)의 산소가스가 요구되어진다. 가스는 regulator를 필요로 한다. Oxygen 가스는 Pneumatic gas로 적당하지 않으며, 일반 Nitrogen 가스가 Compressed air 대신에 일반적으로 Autoloader 작동에 사용된다. 사용되는 가스의 순도와 압력은 다음과 같다.

- Carrier gas : Helium, 99.99% pure, 40 psi(2.8 kg/cm²) \pm 10%
- Combustion gas : Oxygen, 99.99% pure, 40psi(2.8 kg/cm²) \pm 10%
- Pneumatic gas : Compressed Air, 40 psi (2.8 kg/cm²) \pm 10%

3. CNS2000 기기의 식물체 및 토양의 분석사례

1) 식물체에 포함된 탄소, 질소 및 황의 측정

- (1) accessoris : Combustion Boat, 연소촉진제 Com-Cat
- (2) calibration standard : EDTA, Sulfamethazine, or other suit standard
- (3) 분석시료량 : 0.15에서 0.25 g
- (4) 분석시간 : 5분
- (5) Furnace 온도 : 1350°C
- (6) 분석방법
 - ① 분석전 예열 및 가스공급, 가스누출 체크, 기타기기 상태 점검
 - ② 분석장치가 안정화될 때까지 blanks를 분석한다. 이때 1 g 정도 Com-Cat이 포함된 3에서 5개 정도의 Combustion Boat를 연소시킨다. 이때 기기에 시료의 무게는 0.2 g을 기입한다. 이런 boat의 연소결과를 사용하여 blank를 잡는다.
 - ③ 다음 과정에 따라 다섯 개 정도의 standard를 분석한다.
 - (a) 약 1 g의 Com-Cat이 포함된 Combustion Boat에 0.2 g 정도의 표준샘플(standard)을 달고, Com-Cat과 시료가 골고루 잘 섞은 다음, 분석한다
 - (b) 이런 결과를 사용하여 drift correction 한다.
 - ④ 샘플을 잘 섞고 약 0.2 g의 시료를 약 1 g의 Com-Cat이 포함된 Combustion Boat 위에 달고 Com-Cat과 잘 섞고 분석한다.
 - ⑤ calibration을 확인하기 위하여 분석단위의 끝부분에 standard를 분석한다.

**분석예)

Sample	Weight(g)	%C	%S	%N
Plant tissue #1	0.2097	47.79	0.197	1.76
	0.2221	47.95	0.201	1.78
	0.2079	47.87	0.199	1.77
	0.2003	47.81	0.194	1.74
	0.2050	47.77	0.192	1.73
	0.2163	47.83	0.191	1.73
	0.2229	47.87	0.203	1.79
	Average	47.84	0.197	1.76
	Std. Dev.	0.06	0.005	0.02
Plant tissue #2	0.2111	41.83	0.265	2.49
	0.2056	41.76	0.262	2.49
	0.2126	41.86	0.269	2.50
	0.2139	41.78	0.250	2.49
	0.2039	42.13	0.253	2.50
	0.2014	42.01	0.255	2.49
	0.2025	42.09	0.257	2.50
	Average	41.92	0.260	2.49
	Std. Dev.	0.15	0.006	0.01
Alfalfa	0.2330	46.49	0.299	4.40
	0.2220	46.41	0.300	4.39
	0.2204	46.43	0.300	4.40
	0.2016	46.24	0.299	4.38
	0.2036	46.23	0.298	4.38
	0.2025	46.35	0.296	4.39
	0.2099	46.33	0.298	4.39
	0.2210	46.36	0.298	4.39
	0.2125	46.35	0.303	4.41
	Average	46.35	0.299	4.39
	Std. Dev.	0.08	0.002	0.01

2) 토양/모래에 포함된 탄소, 질소 및 황의 측정

- (1) accessoris : Combustion Boat, Com-Cat
- (2) calibration standard : 502-309 soil, or other suit standard
- (3) 분석시료량 : 0.15-0.25 g
- (4) 분석시간 : 5분
- (5) Furnace 온도 : 1450°C

(6) 분석방법

: 식물체의 분석방법과 동일

**분석예)

Sample	Weight(g)	%C	%S	%N
soil#1	0.1508	13.85	0.087	0.812
	0.1517	13.86	0.087	0.810
	Average	13.89	0.087	0.810
	Std. Dev.	0.06	0.002	0.010
soil#2	0.1740	2.74	0.020	0.152
	0.1910	2.76	0.020	0.154
	0.1518	2.75	0.019	0.152
	Average	2.75	0.020	0.153
	Std. Dev.	0.01	0.001	0.001
No bake sand	0.2260	1.57	0.109	0.053
	0.2245	1.51	0.109	0.053
	Average	1.54	0.109	0.053
	Std. Dev.	0.04	-	-
Molding sand	0.2142	2.14	0.155	0.050
	0.2053	2.13	0.152	0.045
	Average	2.14	0.154	0.048
	Std. Dev.	0.01	0.002	0.004

참고문헌

1. LECO Corporation. 2002. CNS-2000 Instruction Manual.
2. 일본토양비료학회편집위원회. 2000. 토양환경분석법, 博友社.
3. 농촌진흥청 농업과학기술원. 2000. 토양 및 식물체 분석법.

***Simultaneous Analysis of Total Carbon, Sulfur and Nitrogen
in Plant and Soil by Machine CNS2000***

Jong-Ho Seo

National Institute of Crop Science, R.D.A., Suwon 441-857, Korea
+82-31-290-6691, sjh3022@rda.go.kr