

SOP 14

C_T 전기량 분석법 검정에 쓰이는 탄산나트륨 용액 준비 절차

1. 대상 및 적용 분야

이 절차는 총용존무기탄소의 추출/전기량분석법의 검정에 쓰이는 탄산나트륨 수용액 일체를 준비하는 방법을 다루고 있다. 이 용액들은 이 기기의 보정에 있어서 가스 루프의 사용을 대체한다.

2. 원리

6가지 표준 용액은 주의 깊게 무게를 잰 순수 탄산나트륨을 넣어 준비하며 농도는 0–2500 $\mu\text{mol dm}^{-3}$ 사이에서 약 500 $\mu\text{mol dm}^{-3}$ 간격으로 준비한다. 이 용액을 준비하고 사용하는 동안 대기 이산화탄소에 의한 오염을 최소화하도록 주의가 필요하다.

3. 기구

- 1 dm³ 용량의 보정된 용량 플라스크 (volumetric flasks) 6개 (SOP 13)
- 탄산나트륨을 $\pm 1 \mu\text{g}$ 까지 측정할 수 있는 저울

4. 시약 Reagents

- 고순도 탄산나트륨, > 99.95% (만일 고순도 탄산나트륨을 자체 제조하고자 하면 IUPAC, 1969의 절차를 따르시오)
- 탈이온수 (필요시 이산화탄소는 끓이고 질소를 흘려주어 식게 됨으로 제거될 수 있다.)
- N₂ 가스 실린더

5. 분석 절차

5.1 용액의 준비

탄산나트륨을 280°C 오븐에서 >2 시간 이상 건조하여 무게가 일정해지도록 하고 사용될 때까지 오산화 인(P_2O_5)을 넣은 건조기에 보관한다.

다음 절차에 따라 각 용액을 마련한다:

- 정전기를 줄이도록 처리된 (예컨대, 정전기방지선이 달린) 작은 (플라스틱) 병에 필요한 양만큼 탄산 나트륨의 무게를 달아 준비한다.
- 깨끗하고 건조된 플라스크에 5분 동안 질소를 흘려 보낸다.
- 관을 써서 바닥부터 탈이온수로 플라스크의 3/4 까지 채운다.
- 깔대기를 사용하여 작은 병에서 플라스크로 탄산나트륨을 옮긴다. 플라스크로 탄산나트륨이 전량 전달 되게 병과 깔대기를 씻어내린다.
- 플라스크에 담겨진 용액의 부피를 보정 눈금까지 맞춘다.
- 상부 빈 공간은 질소기체로 채워주고 그리즈를 얇게 바른 마개로 플라스크를 닫는다. 한번 닫았으면, 탄산나트륨을 모두 녹이고 용액을 혼합하기 위해 천천히 흔들어 준다.

이 용액들은 상부 빈 공간을 질소로 채우고 플라스크가 각 사용 이후에 다시 봉해진다면 적어도 1주일 동안 사용 가능하다.

5.2 용액 농도의 계산

먼저 Na_2CO_3 의 무게를 부력 보정한다(SOP21).

$$m(Na_2CO_3) = w(Na_2CO_3) \left(\frac{1 - \rho(\text{air})/\rho(\text{weights})}{1 - \rho(\text{air})/\rho(Na_2CO_3)} \right) \quad (1)$$

그리고 나서 플라스크의 보정된 부피, $V(\text{flask})$ (SOP 13)와 탄산나트륨의 순도 (알려졌다면) 정보를 합친다.

$$\frac{c(Na_2CO_3)}{\text{mol dm}^{-3}} = \frac{m(Na_2CO_3)/\text{g}}{105.988} \cdot \frac{1}{V(\text{flask})/\text{dm}^3} \cdot \text{purity} \quad (2)$$

5.3 계산 예시

$$\begin{aligned} w(Na_2CO_3) &= 0.21230 \text{ g} \\ V(\text{flask}) &= 1.0001 \text{ dm}^3 \\ \rho(\text{weights}) &= 8.0 \text{ g cm}^{-3} \\ \rho(Na_2CO_3) &= 2.532 \text{ g cm}^{-3} \end{aligned}$$

Na_2CO_3 의 순도 = 99.95%.

따라서,

$$\begin{aligned} m(\text{Na}_2\text{CO}_3) &= 0.21230 \left(\frac{1 - 0.0012/8.0}{1 - 0.0012/2.532} \right) \\ &= 0.21237 \text{ g} \end{aligned}$$

그리고

$$\begin{aligned} c(\text{Na}_2\text{CO}_3) &= \frac{0.21237}{105.988} \cdot \frac{1}{1.0001} \cdot 0.9995 \\ &= 2002.5 \mu\text{mol dm}^{-3} \end{aligned}$$

6. 정도 보증

6개 1조의 보정 표준 용액을 선형회귀 방법(SOP 23)으로 총용존무기탄소 측정을 위한 추출/전기량분석 시스템을 검정하는데 사용한다. 만일 얻어진 기울기의 상대 표준 오차가 너무 높으면(> 0.15%) 오차 원인을 찾아 확인해야 한다. 필요하다면 표준 용액을 추가로 준비해야 한다. 게다가 절편값—탈이온수에서 이산화탄소의 배경 수준—마저 너무 높으면(> $15 \mu\text{mol dm}^{-3}$) 용액은 버리고 새로 끓인 탈이온수로 다시 만들어야 한다.

7. 참고 문헌

IUPAC. 1969. Sodium carbonate and sulphamic acid as acid-base primary standards. *Pure Appl. Chem.* **18**: 445–455.