

# Surfactant 전극 설명서

# 목 차

<b>Introduction</b>	
기본 장치 .....	2
준비 용액 .....	2
준비 과정	
전극 준비 .....	3
적정 준비 .....	3
측정 단위 .....	3
측정에 필요한 사항	
측정시 유의사항 .....	3
시료의 조건 .....	4
전극의 특성	
전극의 감응 .....	4
온도 .....	4
재현성 .....	4
검출한계 .....	4
pH 효과 .....	4
방해물질 .....	4
세척, reconditioning, 보관 .....	4
전극의 작동 .....	5
분석방법	
시료의 분석 .....	5
문제해결방법	
기본요소 .....	6
발생문제에 따른 문제 해결 방법 .....	7
<b>Surfactant</b> 전극의 기본적인 특성 .....	
구매에 필요한 자료 .....	8

# 1. Introduction

pHoenix Surfactant Electrode는 용액에서 양이온이나 음이온의 surfactant를 측정하는 경우에 전위차를 통해 종말점을 검출할 수 있다. 측정 방법은 자동 측정 기술을 이용하는데 이 방법은 모든 시료에 적용된다.

## 기본 장치

1. 0.1mV를 읽을 수 있는 pH/mV meter
2. 10 ml 피펫이나 뷰렛
3. pHoenix Surfactant Electrode, Cat. No. SUR1501 (기준 전극 필요),  
혹은 pHoenix Surfactant Combination Electrode, Cat. No. SUF1502(glass), SUR1503(epoxy)
5. pHoenix Single Junction Reference Electrode, Cat. No. 5731428  
(SUR1501을 사용하는 경우에)

## 준비 용액

1. 용액 준비를 위한 증류수 혹은 **deionized water**
2. **pHoenix Hyamine 1622, 0.05M, Cat. No. SURAS01** ; 음이온의 surfactant의 측정에 사용되는 titrant  
제조 방법 : 1N NaOH, 5 ml를 포함하는 deionized water에 Hyamine 1622, 22.405g을 용해시키고 water로 1000 ml까지 희석시킨다.
3. **pHoenix 0.01M Sodium Lauryl Sulfate (SLS)** ; 양이온의 surfactant의 측정에 사용되는 titrant  
제조 방법 : deionized water에 sodium lauryl sulfate 2.883 g을 용해시키고 1000 ml로 희석시킨다.
4. **pHoenix Sample Additive, diluted Triton X-100, Cat, No, SURIS01.**  
모든 시료에 이 용액을 첨가할 때 전극이 항상 깨끗해야 한다.
5. **pHoenix Electrode Filling Solution, 4M KCl (with Ag<sup>+</sup>), Cat. No. R001011** ;  
전극의 외부 chamber를 채운다.
6. **pH Adjuster Solution** ; 음이온과 양이온의 surfactant(0.01M HCl)와 polyacrylate(0.1M NaOH)를 맞추는데 이용
7. **Electrode Rinse Solution** ; 음이온과 양이온의 surfactant 분석에 이용되는 acidic rinse Solution  
제조 방법 : 0.1M HCl 50 ml를 1000 ml로 희석시킨다. Polyacrylate 분석에 이용되는 alkaline rinse solution, 0.1M NaOH 50 ml를 1000 ml로 희석시킨다.

## 2. 준비과정

### 전극 준비

0.01M SLS 1 ml를 100 ml로 희석시켜 0.0001M SLS를 준비한다.

전극을 사용할 때마다 사용하기 전에 전극의 끝부분을 0.0001M SLS에 10분 동안 담가둔다.

만약 저장용 용액이 뿌영게 되거나 오염되었을 경우, 그 용액을 사용하지 않는다.

### 적정 준비

준비용액에 기록되어 있는 사항을 기초로 하여 적합한 titrant를 선택한다. 표1을 이용하여 적정에 필요한 titrant의 농도를 결정한다.

표 1 : 적정에 필요한 titrant의 농도

적정에 필요한 titrant의 농도 (M)	시료의 예상 농도 (M)
0.05	0.050 ~ 0.001
0.005	0.001 ~ 0.0001
0.01	0.0001 ~ 0.00001

Titrant의 농도는 시료의 농도에 따라 맞추어야 한다.

$$C_t = \frac{C_s \times V_s}{V_t}$$

where,  $C_t$  = titrant의 농도

$C_s$  = 시료의 농도

$V_s$  = 시료의 부피

$V_t$  = titrant의 부피

예를 들어, 음이온의 surfactant를 적정하기 위해서 0.05M Hyamine 1622 용액을 적당한 농도로 희석한다.

Titrant를 표준화하기 위해서 농도를 알고 있는 SLS로 적정한다. 위에서 주어진 식을 사용하여 titrant의 농도를 정확히 계산한다.

### 측정 단위

만약 자동 적정기로 적정을 한다면, 단위가 변화된다. 이러한 경우에, 특별한 단위가 titrant에 들어가야만 하고 결과에도 특별한 단위가 요구된다.

## 3. 측정시 유의사항

### 측정시 유의사항

시료를 일정한 속도로 저어주는데, 거품이 생기지 않도록 천천히 저어준다.

모든 시료와 표준용액은 같은 온도, 즉 실온으로 유지되어야 정확한 측정을 할 수 있다.

시료 50 ml마다 sample additive 1 ml를 사용한다.

사용하는 방법에 따라서 pH를 맞춘다.

전극의 수명을 보존하기 위해서 시료를  $10^{-5}N - 10^{-4}N$ 로 희석해야 한다.  
준비 용액에서 설명된 약산(혹은 약염기) 세척용액을 사용하여 전극을 세척한다.  
세척, reconditioning 그리고 보관방법에 설명된 바와 같이, 전극을 보관하기 전 매일 원상태로 되돌려야 한다. 시료, 표준용액, 그리고 전극은 같은 온도로 유지되어야 한다.

### 시료의 조건

모든 시료에 희석된 Triton X-100을 첨가하여 전극이 깨끗하고 적절하게 작동하도록 유지시켜 준다.

용액을 저어줄 때 천천히 저어준다. 만약 거품이 많이 발생한다면 잘못된 결과가 발생할 수 있다. 전체 용액의 농도보다 거품이 생긴 곳의 농도가 더 높으므로 가능한 한 모든 시료를 희석하여 거품이 생기는 것을 방지한다.

음이온의 surfactants 뿐만 아니라 sulfated and sulfonated surfactant는 Hyamine 1622로 적정한다.

pH를 2.5-4.5로 맞추기 위해서는 0.01M HCl을 첨가한다.

Polyacrylate는 분석하기 전에 0.1M NaOH로 pH 10-11로 맞추어야 한다.

양이온의 surfactant는 0.01M HCl을 사용하여 pH 3으로 산성화한 후, sodium lauryl sulfate와 같

은 음이온 시약으로 적정해야 한다.

시료의 농도는  $10^{-2}-10^{-5}M$ 의 영역내에 있어야 하므로 농도가 더 높다면 시료를 희석한다.

## 4. 전극의 특성

### 전극의 감응

분석시간은 시료, titrant, 방법, 그리고 사용되는 장치에 따라 변화한다. 음이온의 surfactant의 적정 평균시간은 2-5분이다.

### 온도

Surfactant 전극은 0-50 °C의 작동 영역에서 사용되어야 한다. 만약 다른 온도에서 전극을 사용하게 되면 membrane이 파괴된다.

### 재현성

Surfactant 전극의 재현성은 사용 방법에 크게 의존한다. 손으로 사용할 경우 1%이하이고 자동 기술을 이용할 경우 0.5%이하이다.

### 검출 한계

음이온 surfactant 경우, 낮은 농도에서의 검출 한계는  $\sim 10^{-5}M$ 이다. 올바르게 측정하거나 titrant를 적절히 선택할 경우 더 낮은 농도에서 검출이 가능하다.

### pH 효과

Surfactant 전극의 작동 pH는 2-12이다. 다른 pH에서 사용할 경우 membrane에 영향을 준다.

음이온, sulfated 그리고 sulfonated surfactant 경우에 pH 2.5-4.5에서 분석해야 한다.

다른 시료에 대해서도 pH 영역을 맞출 필요가 있다. Polyacrylate는 pH 10으로 맞춘다.

## 방해물질

측정하는 물질과 화학적으로 비슷한 음이온이나 양이온의 유기물질에 의해 영향을 받는다.

## 세척, reconditioning, 보관

산성(혹은 염기성) 세척 용액은 측정하는 사이에 전극을 세척하는데 사용한다.

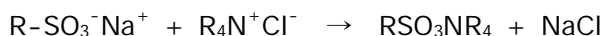
전극의 감응이 느리거나 재현하기 어려운 경우에, 약산(혹은 약염기성)의 증류수에 1시간동안 넣어둔 후  $10^{-4}M$  SLS 용액에 10분동안 담가둔다.

전극은 건조하여 보관한다.

## 전극의 작동

Surfactant 전극은 용액내에서 음이온 surfactant의 전위차계 측정에서 종말점 검출기로서 작용한다. 또한 양이온의 surfactant도 전극으로 결정된다.

Sulfated 혹은 sulfonated 음이온의 surfactant를 Hyamine 1622로 적정할 때 다음과 같은 반응이 발생한다.



where, R = surfactant carbon chain

$R_4N^+$  = Hyamine ion

## 5. 분석 방법

### 시료의 분석

전위차계를 이용한 종말점을 검출하기 위해서 surfactant를 종말점 검출기으로써 사용한다. 적정 방법의 예로 음이온의 surfactant 분석을 이용하였다.

1. 산성 세척용액을 사용하여 surfactant 전극을 세척하여 부드러운 lint-free 종이로 건조시킨다. 깨끗한 filling solution(pHoenix Cat. No. R001011)으로 single junction 기준 전극을 채운다.

2. 전극을 pH/mV meter에 연결하여 meter가 mV mode로 되어 있는지 확인한다. 공기가 들어가는 것을 방지하기 위해서 전극을 수직에서 20° 기울여 세운다. 피펫을 사용하여 150 ml 비이커에 미지 시료 50 ml를 첨가한다. 0.01M HCl 3 ml와 sample additive 1 ml를 첨가한다.

이 용액이 담긴 비이커를 자석교반기 위에 올려놓고 일정한 속도로 천천히 저어준다. 용액에 전극의 끝부분이 완전히 잠기도록 넣고 meter의 읽는 값이 안정해질때까지(이동 값이  $\pm 1 \sim 2$  mV/minute) 기다린다.

3. 0.05M Hyamine 1622를 10 ml 뷰렛에 채운다. Meter의 읽는 값이 안정해지면 titrant를 0.5 ~ 1.0 ml씩 첨가한다. 종말점 부근에서는 0.1 ~ 0.25 ml씩 첨가한다. 전극의 전위는 titrant를 첨가할 때마다 기록한다. 종말점은 titrant를 조금 첨가하더라도 전위의 변화가 가장 큰 지점이다. 종말점을 지나서도 1 ~ 2 ml를 더 첨가한다. Standard coordinate graph 종이에 titrant의 첨가된 부피에 따른 전위(mV)를 표시하여 그래프를 그린다. 종말점은 기울기가 가장 큰 변곡점이다. 미지의 surfactant 농도를 계산한다.

$$C_{\text{unknown}} = \frac{C_{\text{titrant}} \times V_{\text{titrant}}}{V_{\text{unknownm}}}$$

where,  $C_{\text{unknown}}$  = 미지 시료의 농도  
 $C_{\text{titrant}}$  = titrant의 농도  
 $V_{\text{titrant}}$  = titrant의 부피(ml)  
 $V_{\text{unknownm}}$  = 미지 시료의 부피(ml)

시료의 농도와 사용된 방법을 기본으로 이 기본 방법을 변형시킬 필요가 있을 것이다.

## 6. 문제해결 방법

### 기본 요소

문제해결에 있어서 가장 중요한 원칙은 system을 구성하는 성분을 교대로 각각 조사한다. System의 구성성분은 1) instrument, 2) 유리 기구, 3) 전극, 4) 표준용액, 5) 시료, 6) 측정기술 등이다.

#### 1. instrument

손으로 적정할 경우 유기기구는 깨끗한지, meter는 정확히 작동하는지 확인한다.

유리기구가 깨끗할 경우 증류수나 deionized water로 세척하면 유리의 안쪽 벽에 물방울이 맺히지 않는다.

Meter는 meter 설명서에 기록된 방법으로 확인한다.

만약 자동 적정기구를 사용할 경우 올바른 확인을 위해서 기구 설명서/operators' handbook을 확인한다.

#### 3. 전극

전극의 기울기 확인에 설명된 방법을 이용하여 전극을 확인한다.

1. 증류수나 deionized water를 사용하여 전극을 깨끗이 세척한다.
2. 알려진 표준용액으로 적정하여 전극의 작동을 확인한다.
3. 만약 전극이 예상대로 작동하지 않는다면 측정시 유의 사항을 확인한다.
4. 만약 전극이 예상되는 것과 같이 감응하지 않는다면, 문제가 발생하는 전극을 바르게 작동하는 다른 surfactant 전극으로 다시 확인한다. 문제가 계속 발생한다면 working reference electrode로 확인한다.
5. 문제가 지속된다면, 표준용액이 불순하거나, 시료가 방해물질을 포함할 경우, 혹은 측정기술에서 생긴 오차로 인한 것이다(아래의 표준용액 & 시약, 시료, 그리고 측정기술을 확인한다).
6. 전극을 test 목적으로 이용할 수 없거나 혹은 사용하는데 있어서 전극이 문제가 발생할 경우 설명서를 보고 다시 확인한다.
  - 전극을 깨끗이 세척한다.
  - 전극을 올바르게 준비한다.
  - 적합한 filling solution, titrant, 그리고 sample additives를 사용한다.
  - 분석에 사용되는 방법에 따라서 용액의 pH를 맞춘다.
  - 올바르게 정확하게 측정한다.
  - 문제해결방법을 재확인한다.

#### 4. 시료

예전에 아무 문제없이 이용하였던 측정 방법에서 문제가 발생되었다면 표준용액과 시료를 확인한다. 이러한 문제가 발생했을 경우 항상 표준용액을 다시 준비하는 것이 시간을 절약하는 방법이다. Titrant의 오염, 표준용액 희석의 정확성, 증류수 혹은 deionized water의 순도, 혹은 수학적인 계산착오 등으로 오차가 발생된다.

#### 5. 시료

만약 전극이 표준물질에서만 올바르게 작동하고 시료에서 작동하지 않은 경우 가능한 방해물질, 착물형성 물질, 혹은 감지하는 전극이나 기준전극의 감응에 영향을 주거나 물리적으로 방해할 일으키는 물질이 있는지를 확인한다. 문제를 제거하기 위해 test 이전에 시료의 조성을 확인한다(시료의 조건과 방해물질을 다시 읽어본다).

#### 6. 측정 기술

전극의 검출한계를 벗어났는지 확인한다. 그리고 분석방법을 정확히 이해하고 이 분석방법이 시료에 적합한지 확인한다. 설명서를 다시 읽어본다. 일방적인 설명, 분석방법, 그리고 전극의 특성을 다시 읽어본다.

### 발생문제에 따른 문제해결 방법

발생 문제	요 인	문제해결방법
Meter에 표시되는 값이 영역을 벗어남	instrument의 결함	instrument 확인 방법을 참고하여 확인한다.
	전극이 적절히 연결되지 않음	전극을 빼고 다시 연결한다.
	기준전극이 없다.	기본장치에 설명된 기준 전극을 사용한다.
	기준 전극이 filling solution으로 채워지지 않음	기준전극의 외부 chamber에 filling solution을 다시 채운다.
	membrane에 공기방울이 맺혀 있다.	전극을 꺼냈다가 다시 용액에 넣어 공기방울을 제거한다.
	전극이 용액에 담겨있지 않음	전극을 용액에 넣는다.
Meter의 읽는 값이 안정하지 않고 계속변함	기구의 결함	기구 확인 방법을 참고하여 기구를 확인한다.
	membrane에 공기방울이 맺혀 있다.	전극을 꺼냈다가 다시 용액에 넣어 공기방울을 제거한다.
	기준전극의 junction이 막혀 있다.	junction을 깨끗이 한다.
	기구가 바닥에 놓여 있지 않다.	기구를 바닥에 놓는다.
종말점이 발견되지 않는다.	시료를 너무 희석시켰거나 titrant 용액의 농도가 너무 크다.	시료의 농도를 $10^{-5}M$ 이상인지 확인하고 titrant 용액을 희석한다.
	시료의 농도가 너무 크거나 titrant를 너무 희석시켰다.	시료를 희석시키거나 다른 농도의 titrant를 준비한다.
재현성이 너무 작다.	시료를 정확히 첨가하지 않거나 희석시키지 않음. 혹은 pipet이 깨끗하지 않음	비이커에 희석액이나 시료를 첨가할 때, 비이커 안쪽 벽에 튀는 것을 방지하기 위해 자동화된 pipet을 사용한다.
	측정한 용액이 다음 측정할 용액에 묻어들어감	전극과 deliver tip을 깨끗이 세척한다.



## 7. Surfactant 전극의 기본적인 특성

적정될 수 있는 순수한 SLS의 최소한의 농도 :  $10^{-5}M$

0.04M Hyamine으로 적정할 수 있는 순수한 SLS의 농도 :  $5 \times 10^{-2}M$

pH 범위 : 2 ~ 12

온도 범위 : 0 ~ 40 °C

전극의 저항 : 25 MΩ

크기 : 길이 - 110 mm

        지름 - 12 mm

        케이블 길이 : 1 m

## 8. 구매에 필요한 자료

<u>P/N</u>	<u>설명</u>
SUR1501	Surfactant Electrode, mono (reference electrode necessary), epoxy body
SUR1502	Surfactant Electrode, combination, glass body
SUR1503	Surfactant Electrode, combination, epoxy body
5731428	Reference Electrode, single junction, epoxy body
SURAS01	Surfactant Standard, 0.05M Hyamine 1622
SURAS02	Surfactant Standard, 0.01M sodium Lauryl Sulfate (SLS)
SURIS01	Surfactant Sample Additive, dilute Triton X-100
R001011	Reference Electrode Filling Solution, 4M KCl (with Ag <sup>+</sup> )

◆ 이온 전극 사용시 주의사항

1) 전극의 주위 환경을 청결히 합니다.

전극의 주의 환경은 기기의 수명을 좌우합니다. 먼지가 많은 곳이나 습기찬 곳에서는 가능한 사용하지 말아주시기 바랍니다.

2) 이온 전극에 알맞은 보관상태를 유지하시기 바랍니다.

본 전극은 전극의 보관상태에 민감하므로 수차례 세척 후 전극에 적합한 상태에서 보관하시기 바랍니다.

짧은 기간 보관시 : 전극 보관용액에 보관

장기간 보관시 : 전극내의 Filling Solution 제거 후 전극 내부 및 외부를 깨끗이 세척하여 전극 뚜껑으로 닫은 후 전극 케이스에 보관합니다.

3) 구입한 전극을 함부로 개조하지 말아주시기 바랍니다.

메이커에서는 개조한 기기에 대해서는 책임을 지지 않습니다.

4) 구매 후 6개월이 경과된 전극에 대해서는 교환 및 환불이 불가합니다.

본 전극은 대기상태의 미세먼지의 흡착 및 사용과실로 전극내의 미세한 Membrane을 오염시킬 수 있으므로 사용하지 않은 전극일지라도 6개월이 경과된 전극은 교환이 불가합니다.

5) 본 전극의 수명은 보통 실험실에서 사용할 경우 6달 정도 사용할 수 있습니다.

사용여부에 따라 작동수명이 몇 달로 단축될 수 있습니다. 감응시간이 증가하고 보정 곡선의 기울기가 감소할 경우에 point 보정이 어려우므로 새 전극으로 교체하여야 합니다.

6) 사용자 과실(세척미비, 보관상태 불량 및 사용 부주의)에 의해 발생한 사항에 대해서는 교환이 불가합니다.

7) 본 이온전극 사용설명서를 숙지하시고 이온전극을 사용하시기 바랍니다.