

## MA6) 고정밀, 저농도 VOC 농축장치의 개발 Development of high precision VOC concentrator for VOC analysis

허귀석, 윤영경, 이재환

한국표준과학연구원 물질량표준부 유기분석그룹

### 1. 서론

국내의 경우 VOC분석에 대한 필요성이 날로 커지고 있어 많은 실험실이 VOC분석에 필요한 실험장비를 갖추고 있다. 대개의 경우 외국에서 수입한 고가의 장비를 사용하고 있어 많은 외화가 기기구입에 소요되고 있는 실정이다. VOC 분석에는 기존의 GC 또는 GC-MS에 농축장치가 필요한데 자동화된 농축장치의 경우 매우 고가이므로 이의 확보가 어려운 실험실은 이에 대한 실험을 시도하지 못하고 있는 경우가 많다.

본 연구에서는 기존에 문헌에서 알려진 방법을 토대로 하여 아주 간단하면서도 정밀도가 높은 VOC 농축장치를 만들었다. 이번에 새로 구성된 농축장치는 이전에 발표한 농축장치에 비하여 정밀도가 5배 향상되어 1%의 정밀도를 얻을 수 있었다. 본 연구결과를 참조하여 여러 국내실험실에서 VOC 분석시스템 구성에 활용할 수 있기를 기대한다.

### 2. 연구 방법

본 연구에서는 VOC 농축장치의 분석 재현성을 높이기 위하여 재현성에 영향을 주는 요인을 조사하였다. 농축방법은 일반적으로 액체질소 정도의 저온에서 VOC성분을 농축하고 이를 GC column에 주입하는 과정을 사용한다. 이를 위해서 본 연구에서는 6-port gas switching valve를 사용하였으며, 대기압 이하의 저압시료를 농축할 수 있도록 diaphragm pump를 사용하였다. 농축관은 1/8" Silco tube에 60~80 mesh의 deactivated glass bead를 채웠으며, 모든 line은 deactivated glass가 coating된 Silco tube를 사용하였다. ppb 저농도에서의 흡착을 줄이기 위해서 모든 line과 valve는 heating tape로서 100 °C로 가열하였다. 고압용기에 담긴 표준가스 시료를 사용시에는 내부 용적이 적은 compact gas regulator를 사용하였다. 농축된 시료는 80 °C의 물로 가열하여 탈착을 시켰으며, 필요한 경우 120 °C까지 heating tape로 loop를 baking한 후 분석을 수행하였다. 성능평가에 사용된 시료는 표준과학연구원서 개발한 ppb level의 10성분 HAP VOC 표준가스와 미국 표준기관 NIST의 SRM1800 VOC 표준가스(14성분)이다.

### 3. 결과 및 고찰

저온에서 VOC농축과정의 재현성을 향상시키기 위해서는 일정한 양의 VOC시료가 농축되어 loss없이 GC 분리관으로 주입되어야 한다. 이를 위해서는 정확한 유량조절과 흡착에 의한 loss가 없도록 하여야 한다. 일반적으로 저온 농축을 위하여 사용하는 액체질소는 저온 농축시 시료중의 공기가 액화되어 탈착과정에서 다량의 공기가 방출되므로 GC의 head pressure가 급격하게 높아져 분석 재현성이 떨어진다. 이를 해결하기 위하여 pumping으로 저압에서 탈착을 하면 공기의 액화를 줄일 수 있으나 농축관을 통한 정밀한 유량조절이 안되므로 좋은 분석재현성을 얻을 수 없었다. 그러므로 본 연구에서는 2가지 방법을 사용하여 정밀한 농축과정을 얻을 수 있었다.

첫째 방법은 MFC를 사용하지 않고 floating flow meter와 3-way valve를 사용하여 LN<sub>2</sub>(-195.8 °C)액화된 공기가 탈착시 먼저 대기중으로 vent시킨 후 농축성분을 GC에 주입하는 방법이다. 이 경우 아주 휘발성이 큰 성분의 경우 vent과정에서 loss가 일어날 수 있으나 C4 이상의 VOC분석에는 문제가 없었다. 이 방법으로서 low ppb level의 VOC분석시 1% 이하의 분석 재현성을 얻을 수 있었다. 단 이 방법은 시료의 압력이 대기압 이상이어서 시료가스의 positive flow가 가능한 경우에만 적용할 수 있는 제한점이 있다.

두 번째 방법은 MFC를 사용하고 pumping에 의해서 시료를 농축할 수 있어 대기압 이하의 저압에서도 농축 분석이 가능한 방법이다. 이 경우에는 액체질소 대신 액체 산소를 사용하여 저온 농축을 하였다. 액체산소 온도(-183 °C)에서는 액화공기가 loop에 남지 않고 바로 시료 농축과정의 유속상태에서 pumping에 의해서 배출되므로 1%의 정밀한 VOC 농축분석이 가능하였다(액체 알곤(-185.7 °C)도 사용 가능하나 고가임)

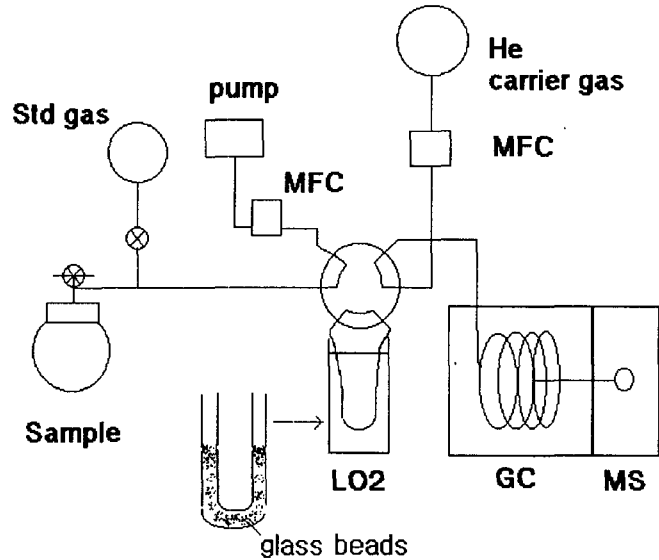


Fig. 1. 저농도 VOC 시료 분석을 위한 분석장치의 구성도

#### 참 고 문 헌

1. USEPA TO-14 method.