

PS18(MA21) GC-AED에 의한 ppb 수준의 휘발성 유기화합물 의 정량분석 Quantitative analysis of ppb level VOCs by GC-AED

문동민 · 김광섭 · 이진복 · 배현길 · 허귀석
한국표준과학연구원 물질량표준부 유기분석

1. 서론

유해한 작업 환경지역, 공장밀집 지역 또는 주변 주거 지역의 대기에서 발생하는 악취성분 및 휘발성 유기화합물은 환경규제 물질로 분류되고 국내적으로도 이들의 검출 및 정확한 정량적 분석을 위한 연구가 활발하게 진행되고 있다. 일반적으로 이들 성분들은 대기중에 미량으로 존재하기 때문에 흡착관 및 canister등에 의한 시료의 포집을 행하고 이들 분석시료를 실험실에서 저온농축과정을 거쳐 GC/FID 혹은 GC/MS등을 사용하여 정량분석을 실시한다. 측정대상 휘발성 유기화합물의 경우 성분수가 많고 농도가 ppb 수준으로 정확한 분석을 하기 위하여 시료의 전처리 과정에서 오는 불확도 요인을 줄여야하고 또한 정확한 인증 물질을 사용하여 측정을 하여야 한다. 본 연구에서는 중량법으로 제조된 ppm농도의 휘발성유기화합물 표준가스를 사용하여 AED의 특성인 당량 원소별 감응도가 일치하는 지를 조사 한 후 희석한 ppb 수준의 시료를 저온 농축 등의 과정을 거치지 않고 직접 AED로 분석하여 정량하는 방법을 조사함으로써 실제 시료의 분석에서 일치하는 성분의 표준시료가 존재하지 않는 경우에도 AED를 사용하여 정량분석이 가능한지의 여부와 미량농도의 표준시료의 농도변화의 조사에 적용이 가능한지를 조사하였다.

2. 연구 방법

본 연구에서는 2 ppm 농도의 chloroform, benzene, toluene을 포함한 10개 성분의 표준가스 와 dichloromethan, 1,3,5-trimethyl benzene을 포함한 4개 성분의 혼합 표준가스를 모세관법으로 제조하였다. 제조된 표준가스를 사용하여 성분들의 탄소수 와 중량법으로 제조한 제조농도에 따른 AED에서의 감응도(response)를 비교하여 표준가스의 균질도 및 당량 원소에 따른 기기의 직선성을 조사하여 1%이내의 정확도를 확인하였다. 또한 이들 표준가스 및 가스 상으로 제조한 후 3년이 경과한 98.8 ppm의 1,3-butadiene 표준가스를 일정량 취하여 고순도 질소로 희석하여 ppb 수준의 15개 성분의 휘발성 유기 화합물의 표준가스를 제조하였다. AED를 사용하여 ppb 농도의 시료는 각 성분별로 제조할 때 사용한 표준가스상의 각 성분과 AED에서의 response를 직접 비교하여 구한 후 당량 원소별 감응도에서의 직선성을 조사하였다.

3. 결과 및 고찰

GC/AED를 사용하여 ppm 농도 수준의 휘발성 유기화합물 분석의 경우 성분 화합물의 탄소 원자수 및 농도에 따라 1% 이내의 정확도로 당량 원소에 따라 직선성을 유지한다는 것을 확인하였다. ppb 수준으로 제조한 시료의 경우 저온 농축등의 과정을 수반하지 않고 직접 측정이 가능하고 제조과정에서 발생할 수 있는 흡착등으로 인해 농도의 경시변화를 당량 원소의 감응도를 비교, 확인하여 정확한 농도를 얻을 수 있다는 결론을 내릴 수 있었다. 또한 원소별 감응도를 이용하여 표준시료가 준비되지 못한 성분의 경우 2%이내의 정확도로 분석이 가능하다는 결론을 유도할 수 있었다.

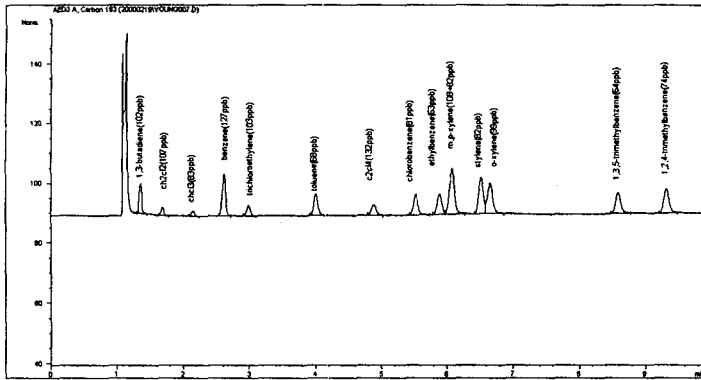


Fig. 1. Chromatogram of ppb level VOCs in AED

Analytical condition : column: cp-sil 5cb, 30m, 0.53mm, 5 μ m, carrier flow : He 7ml/min
 split ratio : 5:1, detector temp : 250 $^{\circ}$ C, inlet temp : 100 $^{\circ}$ C. transfer line temp : 250 $^{\circ}$ C ,
 oven temp : 100 $^{\circ}$ C 3min, 5 $^{\circ}$ C/min, 135 $^{\circ}$ C final, sample loop : 1cc

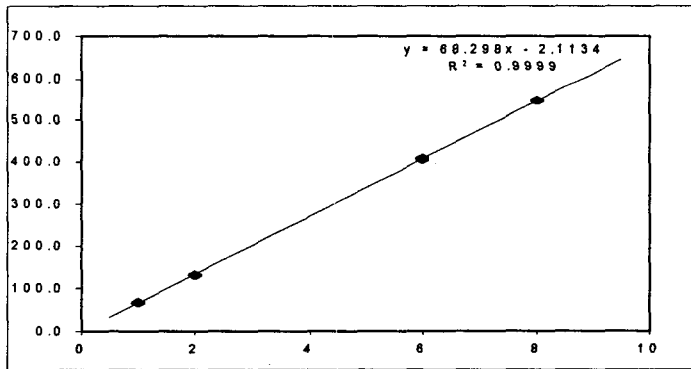


Fig. 2. Relative responses of carbon number in AED

참고 문헌

1. Sullivan, J.J.; Quimby, B.D. Anal.Chem. 1990,62,1034.
2. Quimby, B.D.;Sullivan, J.J. Anal.Chem. 1990,62,1027.
3. Wylie,P.L.;Quimby, B.D.HRC CC, J.High Resolut.Chromatogr.Chromatogr.Commun.1989,12,813.