

PS21(MA24) FT-IR에 의한 악취 및 휘발성 유기물 분석 정확도 평가

Analysis of VOCs and Ordorous Compounds by FTIR, and its Evaluation

허귀석 · 문동민 · 김대원¹⁾ · 정용순¹⁾

한국표준과학연구원 물질량표준부 유기분석그룹,¹⁾충북대학교 화학과

1. 서론

대기중의 유해 유기오염물질의 배출농도를 규제하는 법규와 표준지침이 제정되어 있으나 시료채취와 분석까지 시간이 많이 걸려 빠른시간내 확인하기엔 어려운 실정이다. 특히 악취성 휘발성 유기물은 오염발생이 순간적으로 일어나 이를 신속하게 규명하지 않으면 원인 규명이 어려운 실정이다. 본 연구에서는 이동형 FT-IR을 사용하여 대기중에 존재하는 유해 유기오염물질의 신속하게 분석할 수 있는 분석법을 확립하고자 하였다. 대기시료 분석시 FT-IR의 재현성, 직선성, 감도등 분석정확도를 평가하였으며, 분석성분의 흡광계수를 평가하였다. 단일 및 혼합 가스성분의 분석에 대한 성능평가를 위하여 단일 및 혼합가스를 제조 사용하였다. 복합성분의 조성확인 및 정량결과의 정확도를 평가하기 위하여 임의 혼합제조된 표준가스로서 검증을 시도하였다. 또한, 실제 공기시료중의 VOC 및 가스상물질을 분석하여 이를 GC/MS분석법과 비교 평가한후 FT-IR에 의한 악취 및 휘발성 유기물 분석법의 분석정확도를 조사하였다.

2. 연구 방법

본 연구에서는 FT-IR에 의한 대기시료의 정량분석능력을 평가하기 위하여 악취 및 휘발성 유기물을 일정 농도로 제조한 후 분석비교하였다. FT-IR은 single beam으로 resolution은 0.5 cm^{-1} ~ 1.0 cm^{-1} 을 사용하였고, gas cell path-length는 10 m를 사용하였다. 악취 및 휘발성물질의 흡착을 제거하기 위하여 라인 및 cell을 115 °C로 하여 흡착요인의 제거에 힘썼고, system의 background check하기 위해 진공상태에서 background를 확인후 시료가스를 15 psia까지 삽입하여 분석하였다. 분석시 각각의 잔류물질 제거를 위해 cell을 N₂ gas purging과 가열(140 °C) 그리고 sample을 분석하였다. 단일 compound는 표준 연구원에서 자체 제작한 ppm level의 표준가스를 사용하였다. 각각의 농도별 비교를 위해 Computerized Gas dilutor(Enviornics series 2020)로서 각 표준가스를 저농도로 회석하여 농도별 정량한계, 재현성, 감도를 비교하였다. 유해 유기오염물질 26종을 선택한 후 실제 대기시료중의 VOC성분에 대한 정량분석을 시도하였다. 또한 미국 EPA TO-14 VOC중 37종에 대해서 분석정확도를 평가하였다 standard FT-IR spectrum은 미국 EPA FT-IR 정량 database에 있는 기준 spectrum을 사용하여 각각의 농도를 비교하여 정량하였다.

3. 결과 및 고찰

대기중의 유해 유기오염물질이 여러 가지로 혼합된 상태에서는 각종 화합물의 IR peak가 분리되지 않고 혼합되어 있어 FT-IR에서 각각의 spectrum을 확인하기는 어렵다. 10 cm cell FT-IR의 경우 약 700cm⁻¹ ~ 1200cm⁻¹에서의 특징 peak이 겹치지 않으면 0.1 ~ 1 ppm level까지 정량이 가능하였다.

실제 대기중의 sample에 영향을 주는 것은 대기중의 습도 및 CO₂이었다. 이는 IR spectrum의 range 중 실제 측정 가능한 범위를 제한시키는 주요인이었다. 특히 수분 스펙트럼에 의한 방해요인은 분석정확도에 큰 영향을 준다. 단일 compound로 구성된 sample시료의 경우 분석물질에 따라 20 ~ 100ppb level 까지 분석이 가능하지만 실제 sample에서는 수분방해로 인하여 측정범위가 1 ppm level로 제한되었다. 대기중 VOC를 확인할 경우 단순한 특징 peak를 가진것보다 여러개의 특징 peak를 가진 성분은 그만큼

정성 및 정량의 정확도를 높일 수 있었다.

FTIR로서 미지의 VOC화합물을 분석하고자 할 경우 여러 가지의 VOC화합물이 함께 존재할 경우 정성적인 확인을 하는 것은 매우 어려웠다. 각 화합물의 특징peak 가 다른 화합물의 피크와 겹치지 않아 해당화합물의 피크 패턴이 분명한 경우에는 정성분석이 가능하나 그렇지 않은 경우에는 확인이 불가능하였다. 그러므로, FTIR로서 VOC를 분석할 경우에는 반드시 몇 개의 Target VOC화합물을 정해놓고 Target 화합물의 존재 유무를 확인한 후 정량을 해야 하였다. 그러나, 이 경우에도 미지 방해시료에 의한 피크 겹침 정도를 정확히 배제하기가 어려워 분석의 오차가 크게 나타나는 경우가 있었다.

결론적으로, 대기시료에 FTIR방법을 적용하는 것은 시료중의 VOC화합물간의 겹침에 의한 방해가 적은 한정된 VOC에 대해서 적용이 가능하였다. 그러므로, FTIR에 의한 VOC측정은 오염현황에 대한 파악을 GC/MS와 같은 정확한 방법으로 한 후 이러한 오염에 대해서 연속적으로 변화 추이를 측정하는데 활용의 초점을 맞추는 것이 바람직하다고 생각된다.

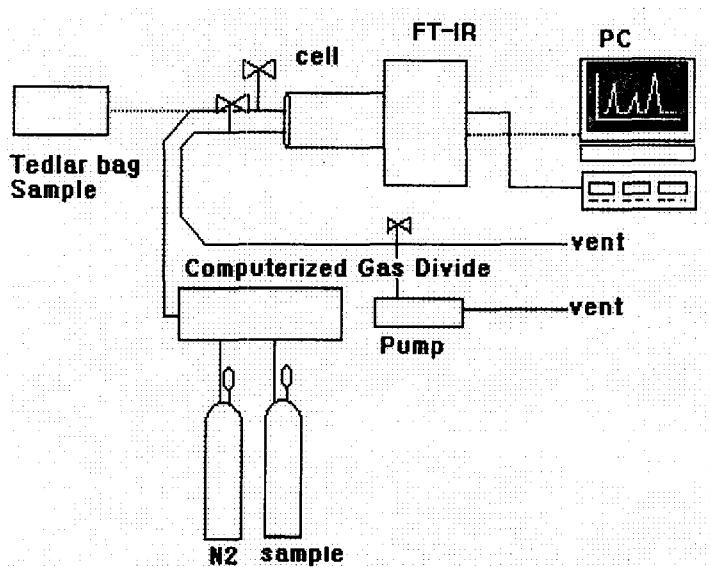


Fig. 1. FT-IR 시료 분석을 위한 분석장치의 구성도.

참 고 문 헌

1. USEPA TO-16 method.