

PA18) 이온 크로마토그래피를 이용한 암모니아 가스의 정량화에 관한 연구

Determination of ammonia gas by Ion chromatography

이종해 · 민병훈 · 문동민 · 김진석

한국표준과학연구원 물질량표준부

1. 서론

악취물질은 산업의 발전과 경제성장에 따른 생활수준의 향상으로 인하여 급격히 늘어나는 대기오염 물질 중의 하나로, 악취문제는 인간의 오감을 통해서 느끼는 감각공해의 대표적인 물질이다. 악취물질의 대표적인 성분인 암모니아는 무색의 자극성이 매우 크고 부식성이 있는 알칼리 기체로 1 ppm 정도에서 감지되어 다른 악취물질보다 감지되는 농도가 높다. 또한 그 배출원이 화학공장 등의 산업시설 뿐만 아니라 양돈, 양계장 등에서도 배출되어 우리 주위에서 쉽게 감지할 수 있는 물질이다. 대기중 암모니아의 농도를 측정하는 방법으로 인도 페놀류의 흡광도를 측정하는 흡광광도법과 황산표준용액을 사용하는 중화적정법이 사용된다. 하지만 이러한 분석법들은 검출한계가 높기 때문에 시료 채취량이 커야하고 이에 따라 상당한 시료 채취시간이 요구되는 단점이 있다.

본 연구에서는 이러한 기존 분석법들의 단점을 보완하기 위하여 분석과정이 간편하면서 검출한계가 낮고, 분석시간이 짧은 이온 크로마토그래피에 의한 암모니아 가스의 농도를 측정법을 연구하였다. 본 연구에서 사용한 암모니아 가스는 한국표준과학연구원에서 무게법으로 제조한 인증표준가스로 불확도가 정확히 확인된 가스를 사용하였다. 또한 기체 크로마토그래피에 측정결과와 비교하여 측정 방법간 호환성을 검토하였다.

2. 연구 방법

2.1 시약 및 기기

본 연구에 사용된 모든 시약은 순도에 대한 신뢰도가 큰 Aldrich사의 고순도 시약을 이용하였고, 사용된 모든 물은 Milli-Q 초순수 제조장치에 의하여 정제된 비저항이 18.0 M Ω cm 이상인 순수한 물로써 이온교환수지탱크(Mixed bed tank)를 거친 후 활성탄과 이온교환수지, 유기물 제거용 수지(TD organex-Q), 그리고 Membrane filter(Millipack-40 system)를 통과 시켜 제조하였다. 표준용액은 한국표준과학연구원에서 보급하는 인증표준용액을 사용하였는데, NH₄⁺ 단일 표준용액(농도 100 mg/L)과 Li⁺, Na⁺, NH₄⁺, K⁺ 혼합용액(농도 100 mg/L)을 이용하였고, 암모니아는 인증표준가스를 이용하였다.

사용된 기기는 GP40(Gradient pump), CD20(Conductivity detector), EG40(Eluent generator)을 부착한 Dionex사의 DX500이고, 시료주입을 위하여 Rheodyne 밸브와 DXP pump를 사용하였다. 시료 주입관은 Rheodyne사에서 제조된 Peek재질의 튜브를 이용하였다. 양이온 분석을 위하여 EG40에는 EGC-MSA (Methanesulfonic cartridge)를 장착하였고, 양이온 분리를 위하여 Dionex사의 CG12, CS12(4 mm I.D.) 분리관과 Dionex사의 양이온 써프래서(CSRS-1, 4 mm)를 사용하였다. 이때 재생액으로는 초순수를 이용하였다. 분석되어진 데이터는 Dionex사의 PeakNet software 버전 5.01을 이용하여 수집 및 가공하였다.

2.2 실험 방법

시료 채취 방법은 0.5% 붕산(H₃BO₃)용액을 넣은 흡수병을 직렬로 2개 연결하여 채취하였다. 이때 흡수병은 입피져 형태로써 관의 아래 부분에 유리여과부를 설치하여 버블링이 쉽게 일어나도록 하였고, 병의 가운데 부분을 등글게 하여 첫 번째 흡수병에서 두 번째 병으로 넘어가는 양을 줄였다. 또한 정확하고 일정한 유속으로 시료를 흘려주기 위하여 MFC(Mass Flow Controller; LOKAS, GMATE2000)를 사용하였으며, 흡수병 뒤에 적산 유량계를 설치하여 다시 한번 채취된 시료의 유량을 체크하였다. 이렇게 2개의 병에서 각각 채취된 시료를 취하여 이온 크로마토그래피를 이용하여 분석하였다.

3. 결과 및 고찰

먼저 기존의 암모니아 분석법과 이온 크로마토그래피와의 호환성을 알아보기 위하여 증화적정법과 비교 실험을 하였다. 비교 방법은 동일한 조건(유속: 0.5 L/min, 흡수액량: 20 mL)으로 시료를 채취한 후 각각의 방법으로 분석하였다. 자동 뷰렛(METTLER DL 77)을 이용한 증화적정법은 적정액으로는 Na_2CO_3 로 표정한 0.01(0.0107) N H_2SO_4 를 사용하였다. 이용된 기기의 재현성은 0.01%안에 들고, 불확실도는 $\pm 0.0003 \sim 0.0186$ mL이다. 두 값을 비교한 결과는 Fig 1.에서 보이는 것처럼 R^2 값이 0.9996이고 기울기가 0.9397로 1에 근접하므로 두 결과의 호환성이 매우 높음을 알 수 있다.

다음으로 흡수액량에 따른 농도의 변화를 살펴보았다. 실험방법은 흡수액인 0.5% H_3BO_3 의 양을 10, 20, 30 mL로 변화를 주고, 기타 다른 조건(유속 100 mL/min, 포집시간 2, 5, 10 min)은 동일하게 하고 시료를 채취하여 분석하였다. 실험결과 Fig 2.에서 보이는 것처럼 암모니아 농도 값은 흡수액량에 따라 큰 차이를 보이지 않았다.

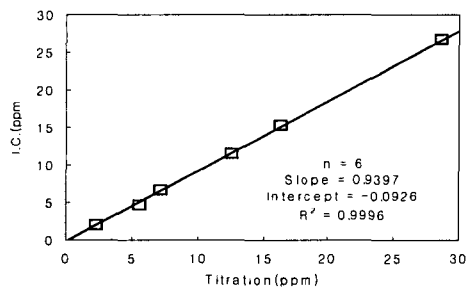


Fig 1. Correlation of I.C. with Titration for the determination of ammonia

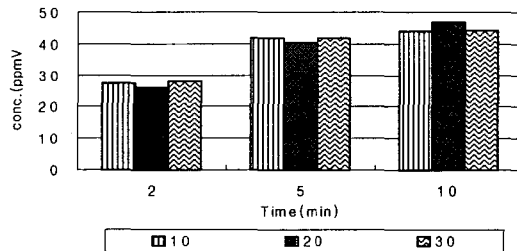


Fig 2. Ammonia concentration for absorbing solution volume, Values in the box is for solution volume

참고문헌

- 日本環境測定分析協會(1984), “環境測定分析法注解”
- 日本工業標準調査會(1983), “JIS K 0099 - 排ガス中アンモニア分析法”
- 日本藥學會(1990), “衛生試驗法注解 空氣試驗法”