

PA39) GC/MS를 이용한 탈취시험용 chamber내의 HCHO 분석 Analysis of formaldehyde in chamber by GC/MS

허귀석, 유연미¹⁾, 이진홍¹⁾

한국표준과학연구원 물질량 표준부 유기분석그룹, ¹⁾충남대학교 환경공학과

1. 서론

악취는 인간의 생활환경에 불쾌감과 혐오감을 주는 감각공해로서 악취를 줄여 쾌적한 환경을 유지하고자하는 연구가 증가함에 따라 이에 관련된 탈취제품이 많이 상품화 되고 있다. 그러나 탈취성능에 대한 체계적인 평가가 이루어지지 않아 탈취제품의 성능을 개관적으로 평가할 수 있는 시험분석법의 개발이 필요하다. 본 연구에서는 여러 악취물질중 포름알데히드를 대상으로 탈취제품의 성능을 평가하기 위한 시험분석법을 개발하기 위하여 최적 측정조건을 확립하고자 하였다. 포름알데히드의 분석법으로 DNPH유도체화를 이용한 HPLC법(DNPH/HPLC)이 보편화되었지만 유도체화를 위해서는 많은 sample volume이 요구되므로 본 실험에서는 적은 sample volume으로 신속하고 간편하게 포름알데히드 농도를 모니터링하기 위해 direct GC 분석법을 개발하여 적용하였다.

2. 연구 방법

탈취 성능 검사를 위한 formaldehyde 분석은 GC-MS로서 수행하였으며, 정확한 formaldehyde 가스의 농도검정은 HCHO가스를 HCHO-DNPH로 변화시킨 후 HPLC에 의한 정량분석을 통해서 검정을 하였다. 정성·정량분석은 GC/MS의 TIC와 SIM mode를 사용하였으며, Table 1.에 분석조건을 나타내었다. Chamber 오염을 위한 HCHO가스는 HCHO(30%, aqueous liq) 10 μ l를 250 ml bottle 에 주입시켜 1hr 동안 상온에서 충분히 기화시킨 후 bottle내 HCHO가스 30 ml를 chamber에 주입시켜 시간에 따른 농도변화 실험을 수행하였다. Chamber에서 HCHO의 농도가 안정화 되는 시간을 고려하여 chamber에 HCHO가스를 주입시킨 10 min 후에 흡착시료를 chamber에 넣고서(초기 시작농도) 농도변화를 측정하였다.

Table 1. Analysis conditions of formaldehyde

분석기기	구성요소	분석조건	
GC-MS (SIM mode)	Column	Carbowax-20M (30m×0.53mm×1.33 μ m)	
	Column flow	: 4.0 ml/min	
	Injector temp.	: 150 $^{\circ}$ C Split 10 : 1	
	Sample injection volume	: 1 ml syringe injection	
	Oven condition	: 70 $^{\circ}$ C(1.5 min) \rightarrow 30 $^{\circ}$ C/min \rightarrow 200 $^{\circ}$ C(1 min)	
	Transfer line temp.	: 200 $^{\circ}$ C	
	MS source temp.	: 230 $^{\circ}$ C	
HPLC	Agilent HPLC 1100		
	Sample injection volume	: 5 μ l	
	Column	: Altech Hypersil ODS(C18)(4.6m×150mm×5 μ m)	
	Column flow	: 1 ml/min	
	Detector	: UV-VIS absorbance detector (360 nm)	
	Solvent	:	
	Elapsed time	Acetonitrile: water = 50 : 50	
	0	50	50
	5	50	50
	8	100	0
	10	100	0

3. 결과 및 고찰

GC-MS에 의한 0.9, 5.4, 8.2, 14.8, 28.4 ppm formaldehyde의 분석 직선성은 R^2 값이 0.99이상으로 매우 양호하였다. 분석 재현성도 0.9 ppm농도의 표준가스만 제외하고, 그 외 농도의 경우 5 %의 수준으로 좋은 결과를 보여주었다. 이 분석법에 의한 HCHO 분석 검출한계(MDL)는 0.52 ppm 이었다(2 ppm 표준가스의 7회 반복분석 재현성 8.3%로 부터 산출).

Chamber내에 흡착벽지와 일반벽지를 주입시켜 formaldehyde를 분석한 결과 흡착벽지의 제거효율이 일반벽지보다 높게 나타났다. 흡착벽지의 경우 초기농도에서 1/3농도만큼 감소하는 데 걸리는 시간($T_{1/3}$)은 3번 반복 분석결과 64 min으로 조사되었다.(Table 1.) 그러나 일반벽지의 경우 ($T_{1/3}$)이 120 min을 초과해서 흡착벽지의 2배의 시간이 소요되었다.

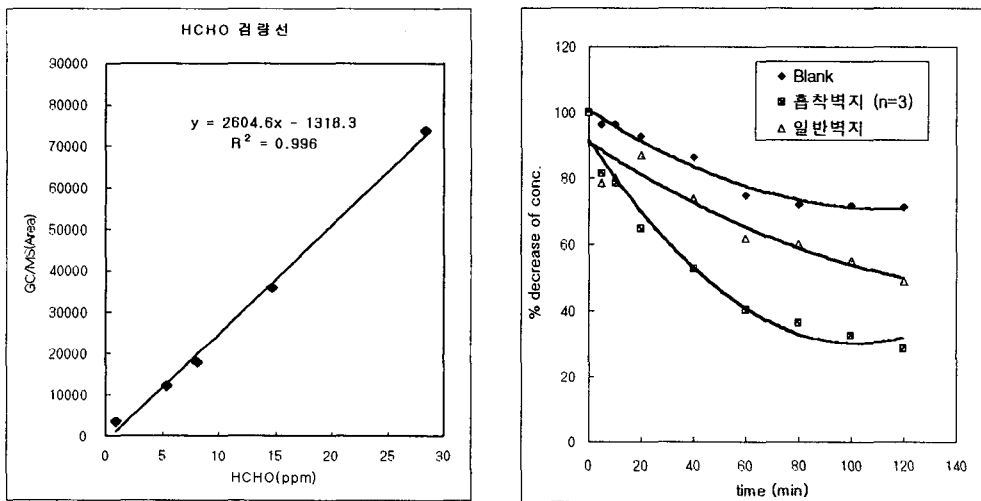


Figure 1. Linearity of formaldehyde by HPLC and GC/MS (left) Variation of formaldehyde in chamber (right)

참 고 문 헌

- 황윤정, 박상곤, 백성욱 (1998) 공기중 포름알데히드 측정을 위한 크로모트로핀산법과 DNPH/HPLC방법의 비교·평가, 한국대기보전학회지 Vol. 14, No. 5, 519-524
- Frank Liparo and Stephen J. Swarin (1985), 2,4-Dinitrophenylhydrazine-Coated Florisil sampling cartridges for the Determination of Formaldehyde in Air, Environ. Sci. Technol. Vol. 19, 70-74