

Comparsion of Calibration Methods in Sulfur Compound Analysis

허귀석 · 김미언¹⁾ · 김용두 · 이진홍¹⁾

한국표준과학연구원 물질량 표준부 가스분석표준그룹, ¹⁾충남대학교 환경공학과

1. 서 론

대표적인 악취발생 물질인 황화합물은 대기 중에 저농도로 분포되어 있으며 저농도에서 화학적으로 불안정한 특성을 갖고 있어 정확한 측정이 어렵다. 대기 중 낮은 농도의 황화합물의 분석을 위해서는 신뢰성 있는 umole/mole(ppm) 수준의 표준가스가 필요하고, 이를 이용하여 정확한 검량선을 작성할 수 있는 능력이 확립되어야 한다. 악취 공정시험법에서는 2가지의 검량선 작성법이 기술되어 있다. 하나는 ppm 표준물질을 정확하게 회석하여 저농도 표준시료를 제조하여 검량선을 작성하는 것이고, 다른 하나는 ppm 표준물질을 해당되는 만큼 농축장치에 주입하여 검량선을 작성하는 것이다. 본 연구에서는 이 2 가지의 방법간의 차이를 비교하여 문제점과 장단점을 파악하여 보다 신뢰성 있는 측정이 이루어지도록 하고자 하였다.

$$\text{ppm} = \text{umole}/\text{mole}$$

$$\text{ppb} = \text{nmole}/\text{mole}$$

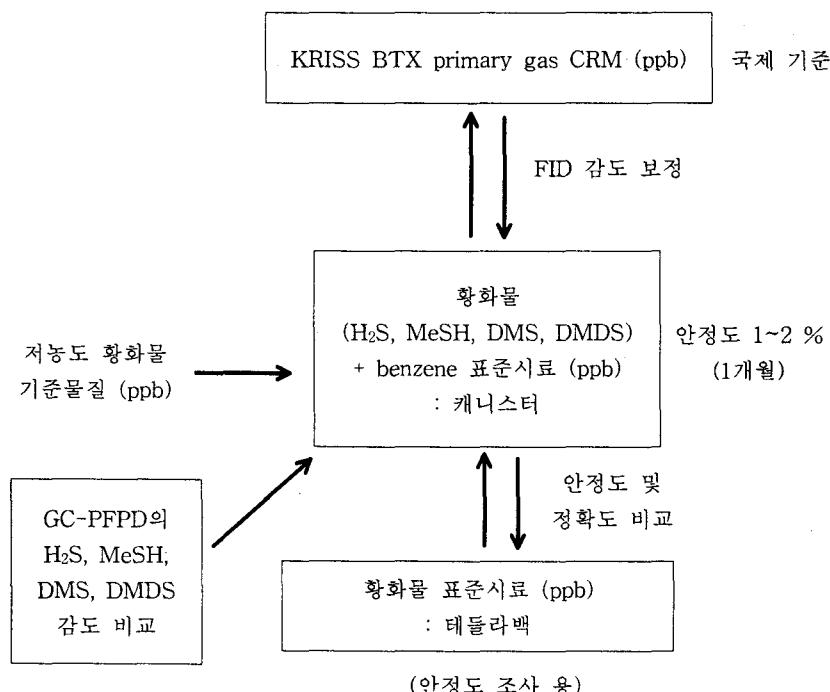


Fig. 1. 테들라백 표준시료의 안정도 조사와 검정 scheme

2. 연구 방법

본 연구에서는 표준과학연구원에서 중량법으로 제조한 황화물 가스 CRM(ppm 수준)을 교정된 회석 장치에서 테들라백에 회석하여 nmole/mole(ppb) 수준의 황화물 표준시료를 제조하였다. 테들라백에 ppb 농도의 표준시료의 제조 안정도를 검증하기 위하여 Silco canister를 이용하여 기준용 표준시료를 제조하여 사용하였다. 저농도 농축에 의한 분석은 표준과학연구원에서 제작한 저온 농축장치와 Markes사의 Unity 농축장치를 사용하였다. GC 분석의 황화물 검출기는 AED, FPD, PFPD, FID를 사용하였고, 사용된 GC 분리판은 CP-SIL (50m × 530 μ m × 5 μ m)과 Restek HT-1(60m × 320 μ m × 3 μ m)을 사용하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 테들라백에서의 황화물 표준시료 안정도 조사

황화물 성분의 표준시료를 테들라백에 제조시 안정도에 대한 논란이 있어 백에서의 안정도를 조사하였다. 안정도를 조사하기 위해서는 농도 변화가 없는 ppb 저 농도 황화물 표준시료를 사용하였다. 안정한 저 농도 황화물 표준시료는 Silco 캐니스터를 사용하여 만들었으며, 한 달 간 캐니스터 표준시료의 안정도를 조사한 결과 1 ~ 2% 이내에서 매우 안정하였다. 캐니스터 표준시료의 안정도는 황화물 혼합물에 벤젠을 첨가하고, 캐니스터에서의 벤젠 농도 변화를 표준과학연구원의 ppb BTX primary gas와 비교하여 수행하였다.

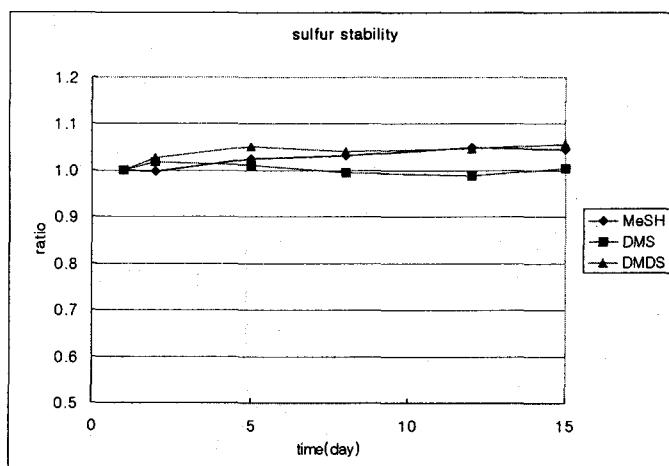


Fig. 2. Silco 캐니스터 내 황화물 안정도

참 고 문 헌

Quang Tran, You-Zhi Tang (1994) Stability of Reduced Sulfur Compounds in Whole Air sampler,
AWMA/EPA International Symposium of Measurement of Toxic and Related Air Pollutants.