

PA23) NeedlEx를 이용한 공기중 저급지방산의 분석법

Analytical Method of Volatile Fatty Acids in Air by NeedlEx

유미선 · 양성봉 · 한진석¹⁾ · 이민도¹⁾

울산대학교 지구환경과학과, ¹⁾국립환경과학원 대기환경과

1. 서 론

2005년 악취방지법 공정시험법이 만들어진 후 우리나라 산단지역에서의 악취측정은 해마다 증가하고 있으며, 이에 따른 방지시설 및 탈취에 관한 기술향상이 급진전되고 있지만, 현재 우리나라의 지정악취 물질은 모두 12물질로 정하고 있어 실제 악취가 발생하더라도 그 원인물질을 쉽게 밝힐 수가 없는 실정이다. 이러한 이유로 현재 2008년부터 지정악취물질을 추가 지정할 예정이며, 본 연구에서 언급하고자 하는 저급지방산은 2010년에 추가지정에 대해 공고한 바가 있다(국립환경과학원, 2004).

저급지방산의 경우 주로 가축으로부터 파생된 고기나 뼈, 가축 등의 산업에서 흔히 발생될 수 있는 악취물질로 우리나라의 경우 피혁공장이나 수산가공업, 도축장 등에서 주로 발생하는 것으로 알려져 있으며, 가축 외 발생가능한 발생원으로는 금속의 절단이나 금속의 보관시 사용되는 절삭유나 오일의 부패로 인해 발생하기도 한다. 저급지방산은 수~수십 ppb 수준의 매우 낮은 최소감지농도를 가짐으로 이를 분석한다는 것은 매우 힘든 작업이며, 주로 일본악취방지법에서 소개된 Sr(OH)₂에 의한 알칼리비즈 GC/FID의 분석법(양성봉 등, 2003)이 알려져 있다.

본 연구에서는 알칼리비즈법에 의한 분석보다 좀더 간편한 방법으로서 검지관 흡인 펌프를 이용하여 주사바늘 속에 지방산 흡착물질을 충전시킨 NeedlEx에 의한 공기 중 저급지방산의 분석법에 대해 검토하였다.

2. 연구 방법

2.1 표준시약 및 기기

연구에 사용된 표준물질은 향후 지정악취물질로 지정될 propionic acid, n-butyric acid, i-valeric acid, n-valeric acid 외에 acetic acid와 i-butyric acid를 추가하여 모두 6종으로 하였다. 분석에 사용된 SPME(일본, 신화학공(주)),는 내경 0.5mm, 외경 0.7mm, 길이 85mm의 크기이며, 내부에 지방산 농축매체가 충전된 것(그림 1)을 사용하였다. 분석에 사용된 기기는 GC/FID(도남, 한국)로 분석조건을 표 1에 나타내었다.

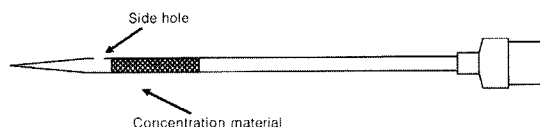


Fig. 1. SPME for Lower fatty acid.

Table 1. Experimental condition for GC/FID.

Description	Condition
Column	Glass packed column ID : 3.3mm, L : 1.5m
Column packing	FFAP(0.3%)+H ₃ PO ₄ (0.3%) Support : graphite carbon 60/80 Max temp.: 250°C
Temperature	Injector : 230°C Column : 130°C→10°C/min→230°C Detector : 250°C
Carrier gas	N ₂ , 50ml/min

2.2 검량선 작성

검량선 작성을 위한 표준가스는 미리 깨끗이 씻어 말린 1.25L 표준병에 각 지방산을 10μl씩 주입한 후 90°C로 약 1시간 가열하여 완전히 기화시켜 준비하였으며, 검량선 작성을 위해 질소가 채워진 Tedlar bag에 주입하여 단계별로 희석하였다. 각각의 농도로 희석된 검량선용 시

료를 검지관용 흡인펌프에 NeedlEx을 끼우고 시료봉지내로 NeedlEx의 바늘을 찔러 넣은 후 100ml를 흡인하였다.

흡인된 NeedlEx는 gas-tight 실린지에 끼우고 질소가 든 Tedlar bag의 공기 1ml를 취해 GC로 1분 동안 주입하여 분석하였다.

3. 결과 및 고찰

6종의 저급지방산 표준가스로 분석한 결과로부터 얻은 검량선과 R² 값을 표 2에 저급 지방산 중 일부를 그림 2에 나타내었다. 측정된 6종의 표준물질 중 아세트산이 0.97로 약간 낮은 수준임을 제외하면 다른 5종의 지방산 표준물질은 0.99이상의 모두 좋은 직선상관을 가짐을 확인할 수 있었다.

알칼리비즈법에 의한 저급지방산의 경우 매우 낮은 최소감지농도와 분석시 많은 공기를 농축하여야 하거나 다른 VOC에 의한 방해 등을 제거해야하는 번거로움이 지적되고 있었던 반면, 본 연구에 사용된 NeedlEx를 사용한 결과 몇 가지 우수한 점을 열거한다면 다음과 같다.

1. 지방산 분석용 NeedlEx는 이미 needle 내부에 흡착매체로 충전되어 있어 지방산물질만을 선택적으로 흡착, 2. 흡착시 검지관용 흡인펌프를 사용함으로써 농축량의 조절도 가능, 3. 현장 또는 시료채취백으로부터의 시료채취가 가능, 4. 농축량을 조절한다면 수 ppb~수 ppm까지 측정이 가능, 5. 유리컬럼 및 모세관컬럼 모두 분석이 가능하다는 점을 들 수 있다.

본 연구에서는 검토되지 않았지만 GC/MS로의 분석도 가능할 것으로 사료되어 향후 저급지방산의 분석에 많은 도움을 줄 것으로 여겨졌다.

Table 2. Calibration Curves for Lower fatty acid.

Compounds	Calibration curves	R ²
Acetic acid	$y = 3 \times 10^8 - 477866$	0.9745
Propionic acid	$y = 7 \times 10^8 - 1000000$	0.9880
i-Butyric acid	$y = 9 \times 10^8 - 1000000$	0.9951
n-Butyric acid	$y = 3 \times 10^8 - 681486$	0.9888
i-Valeric acid	$y = 2 \times 10^8 - 325339$	0.9894
n-Valeric acid	$y = 4 \times 10^7 - 235712$	1.0000

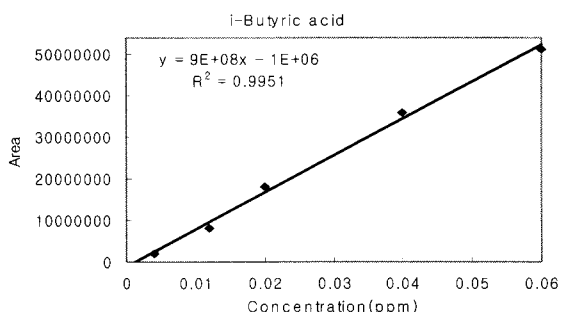


Fig. 2. Calibration Curve of i-Butyric acid.

참 고 문 헌

- 국립환경과학원 (2003) 시화·반월지역 악취배출원 조사 및 저감방안 연구.
- 양성봉 유미선, 한진석 등 (2003) 알칼리 beads법에 의한 대기 중 저급 지방산 농도분포에 관한 연구, 한국냄새학회지, 2(2).
- 일본 환경성 (1995) 악취방지물질측정 manual, 코세이, 일본.
- Hoshika, Y. (1978) Gas Chromatographic Determination of Lower Fatty acid in Air at Part-per-trillion Levels, Anal. Chem., Vol. 54.