

국내 가스 분석 숙련도 시험 : 질소 중의 CO, CO₂

김광섭*, 김병문, 김진석, 김명수
한국표준과학연구원, 물질량표준부

1. 서론

국내 표준가스 보급 회사의 제조, 분석 정확도를 높이기 위하여 질소 중 이산화탄소, 일산화탄소를 비교 분석하였다. 국내 표준가스 보급 5개회사와 working group을 형성하여 상대적 비교 활동을 통해서 측정자간의 측정 일치성을 유지하고 측정 실험실간 측정능력을 향상함으로써 국내 표준가스 보급회사도 표준 가스를 제조, 분석할 수 있는 능력을 국제 수준에 도달 시켰다. 이번 연구에서는 대기 환경 오염 문제가 되고 있는 일산화탄소와 지구 온난화 현상과 관련된 이산화탄소를 비교분석을 하여 가스 측정에 관련된 분야에 소급성과 불확도를 줄이는데 역점을 두었다. 연구 목적에 맞는 저농도와 고농도 각 2 성분을 선택하여 능력을 향상시키고 유지하였다.

2. 실험 방법

본 연구는 본원에서 제조, 분석한 비교 분석용 시료인 저농도와 고농도의 질소 중 이산화탄소, 일산화탄소를 국내 표준가스 보급기관에 배포하여 각 회사마다 분석기를 이용하여 비교 분석용 시료를 최적의 조건으로 측정한 후 결과를 통보 받았다. 보고 받은 결과를 불확도 요인을 줄이기 위해 반복 분석함으로써 분석 불확도 요인을 평가하고 향상시키기 위한 실험을 수행하였다. 각 회사에 배포했던 시료를 다시 수집하여 측정을 하였다. 고농도의 CO, CO₂의 경우 GC-TCD를 이용하였고 저농도의 CO, CO₂는 감도가 좋은 GC-USD를 사용하여 정확하게 비교 측정하였다. 시료 주입을 할 때 적당한 sample loop를 선택한 후 6 ports sampling valve에 장착하여 시료가스를 주입하였다. 이때 loop에 흘러주는 시료의 압력은 loop로 들어가는 시료의 실제 양과 밀접한 관계가 있으므로 본 실험에서는 Sierra mass flow controller를 사용하여 표준가스 및 측정가스의 유량을 80 ml/min로 일정하게 연속적으로 흘러주면서 측정을 하였다.

3. 결과 및 고찰

(1) 비교분석의 목적

- 가스 농도 측정의 소급성 유지 - 축적된 기술 상호 교환
- 분석 방법 개선 - 정확도가 확인된 표준가스의 보급
- 데이터 처리 및 불확도 추정 가능

(2) 비교분석용 일산화탄소 및 이산화탄소의 농도 선택

- 일산화탄소

대기오염의 주 요인인 자동차배기가스 측정용 일산화탄소 농도 범위인 4 %, 1,700 ppm을 선택하였다.(CO in Nitrogen 4 % /N₂, 1,700 ppm/N₂)

- 이산화탄소

대기오염의 주 요인인 자동차배기가스 측정용 이산화탄소 농도 범위인 4 % 와 대기의 온실효과 측정범위에서 높은 농도 쪽인 1100 ppm을 선택하였다. (CO₂ in Nitrogen 4 % /N₂, 1,100 ppm /N₂)

측정한 결과를 정해진 양식(국제비교 연구에서 사용한 양식을 많이 적용함)을 사용하여 보고하도록 하였으며, 보고된 결과를 중량법 농도와 비교하였다. 1 차 년도 이산화탄소 고농도의 경우 참여한 업체 모두 비교분석 목표 불확도인 3 % 보다 낮은 2 % 이내에 들었으며, 저농도의 경우 세 업체는 비교분석 목표 불확도인 3 % 보다 낮았으나 한 회사의 경우 분석값이 3 %를 훨씬 벗어났으며, 그 원인은 그 회사 분석실에서 사용한 표준가스가 분석하고자 하는 농도 범위를 많이 벗어나 있었기 때문이었고 교육을 통하여 개선이 되었다. 2차 년도 일산화탄소 고농도의 경우 참여한 5개 업체가 1.0 %, 저농도인 경우 1.5 %이내의 좋은 결과를 나타내었다.

본 연구는 표준가스 보급 체계를 확립하고, 측정 결과의 분석, 문제점 보완 및 해결로 이루어져 있으며, ISO Guide에 맞는 불확도 보고방법의 전파에 노력을 기울였다.

3. 결론

국가표준기관인 표준과학연구원은 최상위 방법의 개발로 일차표준가스를 개발하고 유지하며, 국내표준가스 제조회사에 이차표준가스를 공급하여 그들이 제조한 표준가스가 소급성을 유지할 수 있게 협력하여야 한다. 환경측정을 직접 수행하는 기관은, 표준기관이나 표준가스 보급회사로부터 표준가스를 공급받아 기기 교정, 분석 정확도 확인, 데이터의 신뢰성 부여를 수행하고 있다. 국내 대기환경관련 측정의 신뢰도 유지는 표준기관과 표준가스 보급회사간의 정확도 유지가 최우선적으로 진행되어야 하므로 가스 생산업체와 공동 분석을 위한 working group을 형성하여 소급성 유지의 중요성과 정확도 유지 개념을 토론하였다. 표준가스 보급회사들에게 표준기관의 역할을 알리고, 신뢰성 있는 데이터의 개념을 확인시키는 중요한 계기가 되었다.

참고 문헌

1. Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement , 1993 ISO
2. CCQM 3rd Meeting Draft Agenda, CCQM, 1997
3. 허귀석, 김진석, 문동민, 민병진, 김광섭, 김용두, 일차 가스 CRM 정밀측정 능력 향상을 위한 국제비교연구(제3차년도), 한국표준과학연구원 보고서KRISS-97-045-IR, 1997