

PS12 (MA23) 흡착/열 탈착과 GC/MSD를 이용한 악취 성분의 분석 Analysis of Odorous Compounds by Thermal Adsorption/Desorption and GC/MSD

김난주·양성봉
울산대학교 공동기기센터

1. 서론

최근 전국 각지에서 악취의 민원이 증가함에 따라 이에 대한 대책 수립을 위해 악취 원인의 규명이 중요한 과제로 부각되고 있다. 특히 다양한 산업체가 밀집하고 있어서 발생원이 명확하지 않을 때 악취의 원인 성분의 규명은 발생원의 수색이나 증거로서 활용될 수 있다. 아울러 탈취장치의 성능평가에 있어서는 악취의 성분분석은 필수적인 기술이라 하겠다. 현재까지 알려진 악취물질은 대단히 많으나 우리나라나 일본의 경우 산업체 혹은 생활주변에서 악취의 주요 원인이 되는 8가지(일본의 경우 22가지) 성분분에 대해 사업장 부지경계선상에서의 규제 농도를 명시하고 있다. 여기서는 이들 규제대상의 악취성분을 포함하여 악취최소감지농도가 낮은 악취물질이 흡착/열탈착에 의한 농축과 GC/MSD에 의해 분리 검출할 수 있음을 보여주하고자 한다.

2. 연구 방법

2-1. 악취 표준가스의 제조

일반적으로 악취 물질로 잘 알려진 암모니아와 황화수소는 분자량이 매우 낮아 측정 검도대상에서 제외시켰다. 트리메틸아민, 아세트알데히드, 메틸메르캅탄, 메틸황, 이메틸황 및 스티렌과 기타 대기 중에서 검출되는 휘발성 물질에 대해 농도에 따른 abundance의 검량선을 구하기 위하여 표준가스를 제조하였다. 아세트알데히드와 트리메틸아민의 경우 농도가 알려진 수용액(關東化學, 일본)을 microsyringe를 이용하여 1~2 μ l를 정확히 제어 1.0 l 표준가스병에 주입하여 기화시켜, Tenax관을 통과시켜 휘발성 유기화합물이 제거된 질소로 희석시켜 적당한 농도의 표준가스를 만들었다. 메틸메르캅탄의 경우는 CH₃SH/benzene (Aldrich Chemical)을 또한 스티렌과 같은 상온에서 액체인 물질에 대해서는 표준병에 직접주입 후 100 $^{\circ}$ C로 가열하여 충분히 기화시킨 다음 이를 적당한 배율로 희석시켜 표준가스로 이용하였다. 주입량으로부터 계산된 농도가 맞는지 해당성분의 검지관을 이용하여 농도를 측정하여 확인하였다. ppb 수준의 저농도 표준가스는 3 l polyester bag(Flex Sampler, 일본)에 VOC-free nitrogen gas를 채운 후 여기에 일정량의 앞서 만든 진한 표준가스를 주사기로 주입하여 제조하였다.

2-2. 흡착/열탈착/GC/MSD의 분석조건

흡착 : 폴리에스테르 봉지(3.0 l)에 담긴 저농도 악취표준가스를 흡착관(Tenax)에 연결하여 1 l/min의 유량으로 흡인(Sibata Mini Pump) 흡착시켰다.

탈착 및 재농축 : 휘발성 물질의 농축장치로 DS5000(도남, OI사 제품)를 사용하였으며 이 때 내부 trap으로 Tenax/Silca Gel/Charcoal을 사용하였다. 흡착관을 장착하여 180 $^{\circ}$ C로 탈착시켜 internal trap에 일단 재흡착시켜 다시 180 $^{\circ}$ C로 열탈착시켜 GC의 주입구부분에 -150 $^{\circ}$ C로 냉각시켜 재농축시켰다(cryofocusing). GC의 injector 상단에 농축된 휘발성 악취성분을 200 $^{\circ}$ C로 가열하여 PONA column(50m \times 0.2mm \times 0.5 μ m)이 설치된 GC(HP, 5890 II)에 도입하여 분리한 다음 질량검출기(HP 5971)로 분석하였다.

2-3. 검량선의 작성과 악취시료의 분석

검량선 작성 : 표준가스병에 제조된 몇가지 악취성분에 대한 표준가스로부터 농도대 abundance의 그래프로부터 검량선을 작성하였다. 전반적으로 끓는점이 낮은 물질일수록 표준편차가 컸으며 벤젠이상의 탄화수소에 대해서는 깨끗한 직선을 얻을 수 있었다. 아울러 아세트산의 경우 피크가 찌그러져서 나왔

으며 저농도의 경우 농도 판정이 불가능하였다.

악취시료 : 몇가지 악취가 강하게 나는 시료에 대해 농축 분석하였으며 특히 메르캅탄, 아민, 알데히드 등 최소감지농도가 높은 악취성분이 다량 함유되어 있을 것으로 추정되는 음식물 쓰레기의 악취에 대한 분석을 해보았다.

3. 결과 및 고찰

취발성이 강한 트리메틸아민, 메틸메르캅탄 및 아세트알데히드는 이보다 비점이 높은 성분에 비해 감도가 나았으며 이는 상온흡착에 의해서는 이들 성분이 흡착률이 나쁘고 질량이 낮아 농도에 비해 검출기의 응답비가 낮기 때문이었다. 황화수소와 암모니아를 제외한 우리나라의 규제대상물질에 대해 검출되었으며, 다음 표는 이 방법에 의해 측정된 음식물 쓰레기 악취성분의 농도이다. 따라서 이 방법은 악취의 원인 성분을 규명하는데 강력한 수단으로 사용될 수 있을 것으로 예상된다.

Table 1 Concentrations and Threshold Values of Odorous Compounds Emitted from Garbage Storage (unit : ppb)

Compound	Concentration	Threshold Value	Compound	Concentration	Threshold Value
Acetaldehyde	4348.50	1.5	n-Butyraldehyde	429.67	6.7
Trimethyl amine	18478.23	0.032	iso-Valeraldehyde	7352.91	0.28
Methyl mercaptane	345.14	0.07	Methyl ethyl ketone	867.39	440
Dimethyl sulfide	11626.75	3	2-Butanol	392.18	4500
Methyl acetate	2123.39	1700	Methyl allyl sulfide	590.04	0.14
Acrylonitrile	600.21	8800	Methyl cyclohexane	83.44	150
N-Propanol	1968.27	260	Chloroform	4057.48	3800
2-Methyl furan	668.27		Benzene	8177.18	2700
Ethyl acetate	3139.94	870	Toluene	2520.94	330
Ethanol	83800.03	94	n-Hexanal	98.06	0.18
2-Methyl butane	12549.41	1300	Ethyl benzene	242.26	170
Dimethyl disulfide	548.15	3	m,p-Xylene	677.60	41
iso-Butyraldehyde	385.37	0.41	Styrene	225.66	35
Trichloroethylene	192.90	3900	n-Nonane	50.18	2200
Crotonaldehyde	1299.75	33000	Acetic acid	1514.74	5.7
Benzaldehyde	686.57				

참 고 문 헌

- 양성봉, 이성화 (1997) 「악취의 성분분석」, 동화기술
 양성봉, 조완근, 김현정 (1998) 「악취의 관리방안 연구」 환경부