

AC3) Canister와 GC/MS를 이용한 대기 중 VOC 분석을 위한 QA/QC

QA/QC for Analysis of the Ambient VOC by Using Canister and GC/MS

전주민 · 허담 · 방혜진 · 최원욱¹⁾ · 김동술²⁾

순천제일대학 그린전남환경센터, ¹⁾아태환경경영연구원, ²⁾경희대학교 환경응용화학부

1. 서론

일반 대기환경중 미량으로 존재하는 휘발성유기화합물 (VOC)은 환경학적 측면에서 다양한 문제점을 야기한다. 즉, 인체 독성 및 발암성 물질, 오존의 전구물질, 성층권의 오존층 파괴 및 지구온난화 물질로서 영향을 주며; 한편, 대기환경 중 장기 체류하기도 한다. 최근 이들 화합물의 농도는 차량 증가 등 여러 요인들에 의해 지속적인 증가추세에 있다. 따라서 VOC로 인한 대기오염의 악화에 따라 체계적인 관리가 요구되고 있으며, 이와 더불어 VOC에 대한 정확한 측정 및 분석 능력에 입각한 신뢰성 있는 자료의 확보가 가장 절실하게 요구되고 있다. 또한 현재의 복잡하고 다양화된 환경오염현상은 고난도의 정밀 측정·분석과 함께 그 과정에서의 분석자들의 세심한 주의를 요구하고 있기 때문에 그 중요성은 더욱 크다고 할 수 있다. 이에 따라 본 연구에서는 캐니스터 (canister)를 이용하여 대기환경 중 VOC를 정밀 분석하고자 하였으며, VOC의 채취 및 분석과정에서 오차요인과 정도관리에 필요한 인자를 분석하여 신뢰성 있는 정량분석을 수행하고자 하였다.

2. 실험 장비

본 실험에 사용된 기기의 사양 및 분석조건은 표 1과 같다.

Table 1. Summary of instrumental and analytical conditions of GC/MS.

Instrument	Instrumental Model & Conditions
Canister	Entech, SILONITE
Preconcentrator	Entech, 7100 • Module 1 : Tenex & Glass bead Trap (cryo : -150°C, dsorb : 20°C) • Module 2 : Tenex Trap (cryo : -10°C, dsorb : 180°C) • Forcuser : (cryo : -160°C, dsorb : 80°C)
Dilutor	Entech, 4600
Cleaning System	Entech, 3100
GC/MSD	HP-6890 / HP-5973N • Column : HP-1 capillary column(60m×0.32mm×5µm) • Column temp. : 40°C (5min)→70°C (5min)→150°C (5min)→200°C (5min) →220°C (5min) • Ramp rate : 5°C/min to 200°C, 10°C/min to 220°C • Column flow : 1 ml/min • MS ion source temp. : 230°C

3. 연구 내용

3.1 Canister blank 및 안정성 시험

canister는 용기의 재사용으로 인하여, 기존 사용하였던 용기 내 VOC의 존재여부가 농도오차를 유발할 수 있는 요인이 될 수 있으므로 세척방법 및 세척횟수를 결정하는 것이 매우 중요하다. 또한 이와 마찬가지로 용기 내 시료 안정성의 결정도 결과 도출에 있어 주요 요인이 될 수 있으므로 본 연구에서는 표준물질(TO-14 mixture, Supelco社) 100 ppb 를 희석, 사용하여 시료의 안정성 평가를 하였다.

3.2 GC/MS의 재현성 평가

GC/MS에 대한 재현성을 평가하기 위해 표준물질과 환경시료로 실험을 수행하였다. 표준물질은 1, 10 ppb 농도를 제조하여 5회 반복 실험하였으며, 환경시료는 3개(각기 다른 지역) 시료를 준비하여 정확도 평가 시험을 하였다.

3.3 Dilutor의 재현성 평가

5개의 canister에 1, 10 ppb 농도로 여러개의 캐니스터용기에 담은 표준물질을 만들어서 각각 분석함으로써 dilutor에 대한 재현성을 평가하였다.

3.4 검출한계 평가

본 실험에서는 최저검출한계에 있어 기기검출한계(instrumental detection limit, IDL)와 방법검출한계(method detection limit, MDL)을 검토하였다.

4. 연구 결과

본 실험에서는 VOC 물질중 TO-14 성분을 주 시험 대상으로 하였다. canister blank test는 표준물질 10, 100 ppb 농도에서 세척횟수를 결정하였는데 실험 결과 10 ppb 에서는 2회 세척에서, 100 ppb 에서는 3회 세척으로도 일부 성분들에서 response가 검출되고 있었으며, 시료의 안정성 실험에서는 시간(9일 실험결과)에 따라 농도가 다르게 감소 하고 있었다.

GC/MS의 재현성은 표준물질 1, 10 ppb 농도에서 각각 2%, 5% 이내의 상대표준편차(RSD)를 보이고 있어 재현성은 우수한 것으로 조사되었다. 검량선의 상관계수는 대부분 성분에서 0.99 이상으로 나타났다.

현재 본 연구실에서는 시료의 안정성 실험, 환경시료에 대한 GC/MS의 재현성과 dilutor의 재현성 실험이 진행중에 있으므로 학술대회 기간에 이에 대한 결과를 논의하고자 한다.

참 고 문 헌

전선주, 허귀석 (1999) 캐니스터와 Tedlar-bag 시료채취법을 이용한 대기중의 휘발성유기황화합물의 측정, 한국대기환경학회, 15(4), 417-428.

Brymer D.A. *et al* (1996) Viability of Using SUMMA Polished Canisters for the Collection and Storage of Parts per Billion by Volume Level Volatile Organics, Environ. Sci. Technol., 30(1), 188-195.

Karen D. *et al* (1996) Technique for Monitoring Toxic VOCs in Air; Sorbent Preconcentration, Closed-Cycle Cooler Cryofocusing, and GC/MS Analysis, Environ. Sci. Technol., 30(6), 1939-1945.