

PA20) GC에 의한 대기중 Aldehyde 화합물의 분석 Analysis of Aldehyde Compounds in Air by GC

유희경 · 허귀석 · 김대원 · 신호상¹⁾

한국표준과학연구원 유기분석그룹, ¹⁾공주대학교 환경과학과

1. 서 론

악취는 산업이 발전함에 따라 급격히 늘어나는 환경 공해 중의 하나이다. 이 중 알데히드 화합물은 여러 가지 악취물질중의 하나로서 공기 중에 미량으로 존재하면서 냄새를 일으키며, 건강 위해도도 큰 물질이다. 본 연구에서는 휘발성이 강하면서 건강에 유해하여 문제가 되고 있는 이러한 알데히드 화합물 (formaldehyde, acetaldehyde, propionaldehyde, butyraldehyde, benzaldehyde)을 간편하고 신속, 정확하게 분석할 수 있는 방법을 개발하고자 하였다. 알데히드 화합물은 공기중의 산소나 오존과 반응성이 크므로 이를 유도체화 하여 분석하는 것이 정확한 분석 결과를 줄 수 있으므로 기존의 aldehyde 분석에서는 알데히드를 DNPH(2,4-dinitrophenylhydrazone)와 같은 유도체로서 변환시킨 뒤에 주로 HPLC로 분석하는 방법을 사용했다. 이 방법은 보편적으로 많이 알려져 있으나 HPLC가 갖고 있는 단점(긴 분석 시간, 크로마토그래피의 낮은 분해능, 다량의 고가 HPLC용매 소모)을 안고 사용해야 하는 불편한 점이 있다. 그러므로 본 연구에서는 이를 개선하기 위해 GC분석법을 개발하였다. 검출기로는 MSD, AED, FID를 사용하여 실제 대기 중의 알데히드 화합물을 간편하면서도 정확하게 분석할 수 있는 방법을 확립하고자 하였다.

2. 연구 방법

본 연구에서는 대기중의 알데히드 화합물을 2,4-DNPH(dinitrophenylhydrazine) cartridge에 농축한 후 이 과정에서 2,4-DNPH(dinitrophenyl-hydrazone)로 유도체화된 알데히드 화합물들을 기존의 DNPH방법과 마찬가지로 acetonitrile로 용출시킨 다음, 용출액을 GC로 분석하였다. GC-MS분석에서는 TIC와 SIM mode로 정성, 정량분석을 하였고, GC-FID와 AED로서도 직선성과 재현성을 확인하였다. 최적화된 분석조건을 실제 대기 시료의 분석에 적용하여 기존의 공인된 HPLC분석법과 비교하여 분석방법의 호환성도 검증하였다.

GC 분석 조건은 다음과 같다.

MS HPMSD

column HP-5 (32 m X 0.32 mm X 0.25 um)

split 3 : 1, column flow 3.0 ml/min

oven temp. 180 °C (isothermal)

injector temp. 220 °C

transfer line temp. 180 °C,

mass range 35-350 amu

MS source temp. 200 °C

3. 결과 및 고찰

2,4-DNPH 유도체는 극성이 크고 열적으로 불안정하여 HPLC에 의해서만 분석이 가능한 것으로 알려져 있으나, 본 연구에서는 GC의 분석조건을 최적화 함으로서 이 유도체를 정량적으로 분석할 수 있었다. 이를 위해서 GC 시료 주입부의 온도와 GC분리관의 선택, 온도조건 선정, 검출기의 온도등을 변화시키면서 최적 조건을 확립하였다. 시료 주입방법으로서 split 조건과 splitless 조건을 비교 검토하였고, split injection 과 on-column injection도 비교하여 열적 분해에 의한 loss정도를 파악하여 분석과정의

정량적 재현성을 최적화 하였다. 미량의 농도일수록 유도체화합물의 분해정도가 상대적으로 크게 일어나므로 감도가 저하되었다. 그러나, GC-MS의 selected ion monitoring을 이용할 경우 0.1 ppm까지의 정량적 검출한계를 얻을 수 있어 이 방법으로서 대기중의 수 ppb농도(혹은 이하)의 알데히드 까지 분석이 가능하였다.

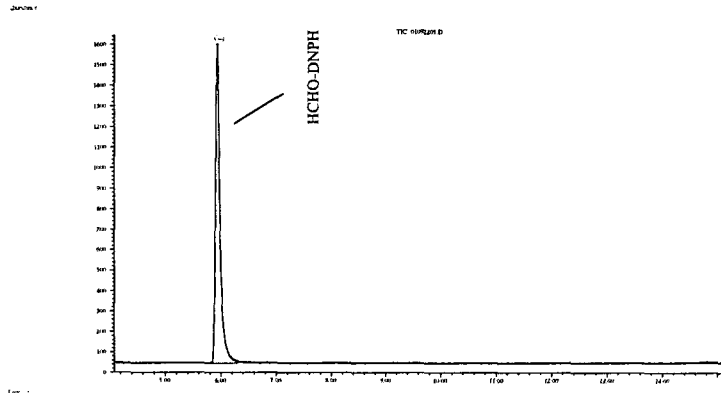


Fig. 1. GC-MS chromatogram of Formaldehyde-DNPH(3.8 ng) (MS-SIM mode).