

PA22) SPME 분석법을 이용한 대기중 악취물질의 분석 Analysis of Odorous compounds in Air by Solid Phase Microextraction(SPME)

허귀석, 김대원

한국표준과학연구원 유기분석그룹

1. 서 론

대기중의 악취물질의 분석은 현행 우리나라 악취공정시험법에 고시되어 있으나 복잡한 농축장치를 필요로 하고 조작법이 복잡하고 시간이 많이 소요된다. 주요 악취물질로서 암모니아, 메틸머캅탄, 황화수소, 이황화메틸, 아세트알데하이드 등은 극미량에서(ppb) 악취를 발생시키는 악취 주요물질이다. 그러나 이 물질들은 흡착, 반응성이 커서 정확한 분석이 어렵다. 본 연구에서는 간단한 장치로서 시료농축이 가능하며, 간단히 GC injection에 주입, 분석할 수 있는 SPME법을 이용하여 악취물질을 신속하게 분석할 수 있는 분석법을 개발하고자 하였다. 분석방법에 대한 분석재현성, 분석한계를 조사하였으며, 이 분석방법이 앞으로 악취물질분석방법으로 활용될 수 있도록 기본 분석법을 확립하고자 하였다.

2. 연구 방법

본 연구에서 사용된 표준가스(ammonia, hydrogen sulfide, methyl mercaptan, dimethyl sulfide, trimethyl amine, styrene, acetaldehyde, dimethyl disulfide)는 표준과학연구원에서 ppm 농도의 표준가스를 제조하여 사용하였다. ppm 농도의 표준가스를 희석하여 ppb농도에서 실험을 수행하였고 모든 실험은 실온에서 시료채취, 농축 및 정성, 정량이 이루어졌다. 그리고, 우리나라에서 실행되고 있는 악취물질 규제기준 하한치까지 검출할 수 있도록 GC-MS와 GC-AED(Atomic Emission detector)에 의한 고감도 분석법을 사용하였다. 악취물질은 특히 화학 반응성이 큰 관계로 담는 용기의 재질이 분석결과에 많은 영향을 준다. 그러므로, 본 연구에서는 악취물질에 대한 반응성이 적고 경제적인 Tedlar bag을 시료용기로 사용하였다. SPME 농축법을 사용함으로써 복잡하고 불편한 저온조건이 아닌 실온에서 악취물질을 농축, 분석할 수 있게 하였다. 정성, 정량분석은 GC/MS의 TIC와 SIM mode를 사용하였으며, 최적 분석조건(SPME fiber의 최적흡착 평형시간의 결정, 용기내의 시료감소율)을 설정하였다. 또한 GC-AED을 이용하여 직선성과 재현성을 확인하였다. 최적화된 분석조건을 실제 대기 시료의 분석에 적용하여 효율적인 분석법으로서의 가능성을 점검하였다.

GC-MS 와 GC-AED 분석조건은 다음과 같다.

Varian Saturn and HPMSD

GC column : DB-1 (60 m × 0.32 mm × 1 μm)

Temperature : 40 °C(4 min)→ 7 °C/min→ 190 °C→ 10 °C/min→250 °C

MS Ion source temp : 190 °C Mass range : 35 ~ 300 amu

HP 6890 GC with G2350 AED

GC column : Chrompak CP-Sil 5cb 30m × 0.53mm i.d., 5.0um film thickness

Temperature oven : 30 °C(isothermal : sulfur compounds, amine compounds)

40 °C(3 min)→ 10 °C/min→ 150 °C(acetaldehyde, styrene)

Column flow rate : 5 mL/min, Split ratio : 10 : 1

Emission line : carbon 193 nm, nitrogen 174 nm, sulfure 181 nm, hydrogen 493 nm

3. 결과 및 고찰

위의 분석조건에서 악취물질은 성분에 따라 2~18% 의 재현성을 나타내었으며, 좋은 직선성을 보여 주었다(그림 1, 그림 2.) 악취물질이 혼합되어 있는 경우 30%내외의 재현성을 나타내었고 30ppb 표

준시료로서 분석할 경우 10%내의 재현성을 얻을 수 있었으며, 10~100ppb의 농도 범위에서 좋은 직선성을 보여 주었다. 악취물질의 분석에는 PDMS에 Carboxen이 코팅된(75um) fiber가 가장 좋은 흡착효율을 나타내었다. 암모니아의 경우 낮은 감도를 가지나 악취감지값 안에서는 정확한 분석이 가능하였다.

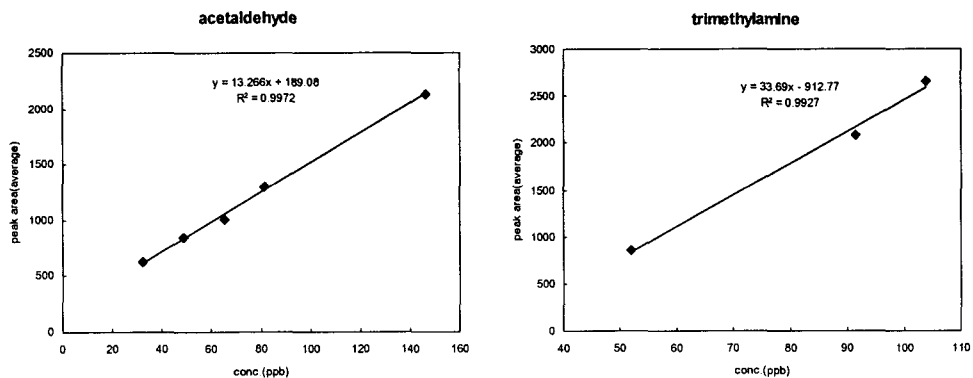


Fig. 1. SPME calibration curve for acetaldehyde and trimethyl amine

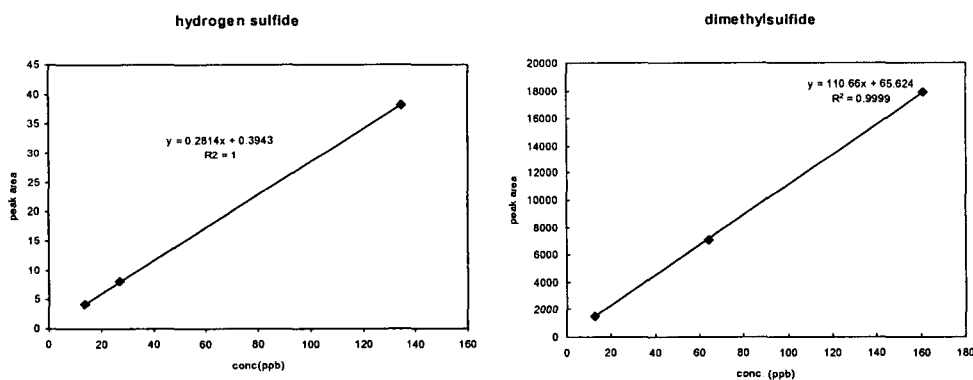


Fig. 2. SPME calibration curve for hydrogen sulfide and dimethyl sulfide

참 고 문 헌

1. 전선주, 허귀석(1999), "캐니스터와 Tedlar-bag 시료채집법을 이용한 대기중의 휘발성 유기 화합물의 측정," 한국대기환경학회지, 15(4), 417-428.
2. C. L. Arthur and J. Pawliszyn(1990), Solid phase microextraction with thermal desorption using fused silica optical fibers, *Anal. Chem.*, 62, 2145-2148.