

PA28) 이온 크로마토그래피에 의한 기체상 암모니아의 분석법 확립

Analysis of Ammonia Gas Using Ion Chromatography

이중해 · 민병훈 · 전 룡 · 김진석 · 김용두

한국표준과학연구원 물질량표준부

1. 서 론

암모니아 가스는 무색의 기체이지만 자극성이 크면서 부식성이 있고 수용액이 알칼리성인 대표적인 악취물질이다. 보통의 경우는 굴뚝 등에서 배출가스의 형태로 대량 방출되기도 하지만 자연상태에서도 여러 가지 생물학적 또는 화학적 반응 등을 통하여 생성되므로, 일상적인 생활 공간에서도 쉽게 검출될 수 있는 물질이다. 대기 중 암모니아의 농도는 기체상 시료를 직접 분석하는 가스 크로마토그래피와 시료를 액체상으로 변환시킨 후 암모늄 양이온의 농도를 분광광도법이나 중화적정법으로 측정한다. 공해 공정법에서 제안하는 분광광도법은 페놀-니트로프루시드 나트륨용액과 차아염소산 나트륨용액과 반응하여 생성되는 인도 페놀류의 흡광도를 측정하는 방법이고, 중화적정법은 알칼리성인 시료 용액을 황산 표준용액으로 적정하는 방법이다. 그런데 가스 크로마토그래피는 시료 채취 라인 혹은 분리칼럼에서의 흡착 등에 의한 오차가 유발될 수 있고, 분광광도법은 검출한계가 높아 시료 채취 부피를 크게 하는 등의 오차 발생 요인이 많다. 또한 붕산용액(0.5%)이 채워진 흡수병에 일정한 유속으로 기체상 시료를 통과시킬 때 시료의 채취 조건에 따라 채취 효율이 달라진다.

본 연구에서는 이러한 기존 분석법들의 단점을 보완하기 위하여 분석과정이 간편하면서 검출한계가 낮고, 분석시간이 짧은 이온 크로마토그래피를 이용하였다. 또한 암모니아 가스의 채취 효율을 높일 수 있는 방법으로 흡수 용액의 부피 및 채취 시간 등의 채취 조건들을 변화시켜가면서 최적의 채취 조건을 연구하였다.

2. 연구 방법

2. 1 시약 및 기기

본 연구에서 사용된 모든 시약은 신뢰도가 큰 고순도 시약(Aldrich사)을 사용하였고, 이온의 농도를 측정하는데 사용된 표준용액(100 mg/L)은 한국표준과학연구원에서 보급하는 인증표준용액을 사용하였다. 암모니아 가스는 한국표준과학연구원에서 무계법으로 제조한 후 불확도가 정확히 확인된 인증표준 가스로써 각각의 농도가 $99.88 \times 10^{-6} \text{ mol} \cdot \text{NH}_3/\text{mol}$ 및 $66.6 \times 10^{-6} \text{ mol} \cdot \text{NH}_3/\text{mol}$ 인 가스를 사용하였다. 이온 크로마토그래프 시스템은 Dionex사의 DX 500이며, 용리액은 온라인으로 제조될 수 있도록 EG40에 EGC-MSA(Menthanesulfonic acid cartridge)를 장착하였고, 분리관은 Dionex사의 CG12 및 CS12를 사용하였다. 또한 크로마토그램의 수집 및 처리는 Dionex사의 Peaknet software를 사용하였다.

2. 2 실험방법

암모니아 가스의 채취를 위하여 0.5% 붕산용액(Boric Acid, H_3BO_3)이 채워진 흡수병을 사용하였는데, 이때 기체상 시료의 손실을 방지하기 위하여 흡수병을 직렬로 2개 연결하여 시료를 채취하였다. 흡수병은 임핀저 형태인데 채취 효율을 향상시키기 위하여 버블링이 쉽게 일어날 수 있도록 관의 아래 부분에 유리섬유를 부착하였다. 또한 정확하고 일정한 유속으로 시료를 흘려주기 위하여 MFC(Mass Flow Controller; LOKAS, GMATE2000)를 사용하였으며, 흡수병 후단에는 적산유량계를 설치하여 채취된 시료의 유량을 확인하였다. 최적의 채취 효율을 조사하기 위하여 흡수 용액의 부피, 채취 시간 및 가스의 농도 및 유속 등을 변화시키면서 채취된 시료 중 암모늄 이온(NH_4^+)의 농도를 이온 크로마토그래피로 측정하여 채취 효율을 계산하였다.

3. 결과 및 고찰

암모니아 가스의 채취 효율에 영향을 미치는 인자들을 조사하기 위하여 각각의 시료 채취 조건들을 달리하여 채취 효율을 조사하였다. 실험에는 기존의 연구에서 가장 높은 채취 효율을 나타내었던 등근 형태의 흡수병을 사용하였으며, 채취관 내에 부착된 유리섬유 부분에 암모니아 가스가 흡착되지 않도록 불활성 가스인 헬륨(He)으로 퍼징(purging)한 후 분석에 사용하였다.

먼저, 흡수용액의 부피에 따른 채취 효율은 현행 대기오염공정 시험법에서 제시되는 20 mL 보다는 100 mL 이상의 흡수용액을 사용하는 것이 보다 높은 효율을 나타내었다. 따라서 만족할 만한 채취효율을 얻기 위해서는 기체상 암모니아와 흡수 용액의 충분한 접촉면적을 유지하는 것이 중요할 것으로 사료된다.

또한 기체상 암모니아의 흡인 유속이 채취 효율에 큰 영향을 미치는 인자로 조사되었는데, $99.88 \text{ mol} \cdot \text{NH}_3/\text{mol}$ 의 표준가스에서는 0.5 L/min, $66.6 \text{ mol} \cdot \text{NH}_3/\text{mol}$ 에서는 0.2 L/min의 유속을 유지하는 것이 가장 높은 채취효율을 나타내었다. 그러므로 실제 대기 중 가스상 암모니아의 채취는 그 농도에 따라 흡인 유속을 달리하여 최적의 채취 효율을 얻을 수 있는 조건을 선택하는 것이 중요하다.

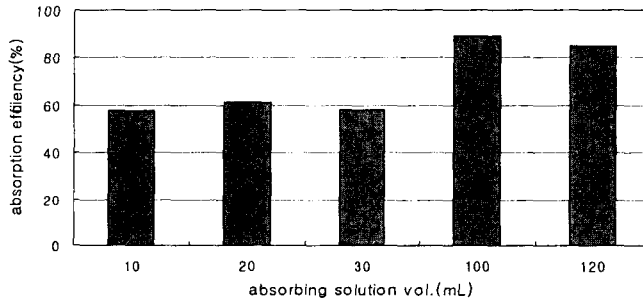


Fig. 1. The change of absorption efficiency for absorbing solution volume (Gas concentration : $99.88 \times 10^{-6} \text{ mol} \cdot \text{NH}_3/\text{mol}$).

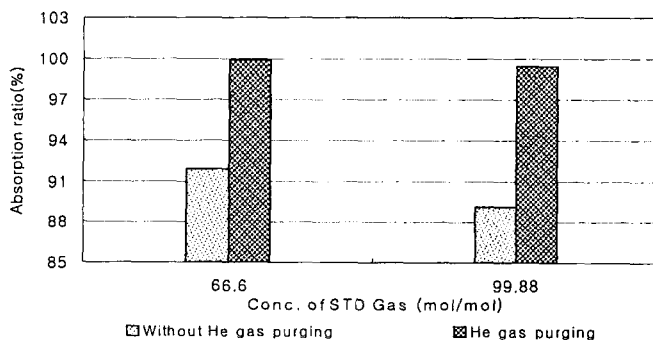


Fig. 2. The change of absorption efficiency for He gas purging.

참고 문헌

- 이종해 외(2001), 암모니아 가스의 정량적 채취 방법에 관한 연구, 대한화학회 춘계학술대회.
- 日本環境測定分析協會(1984), 環境測定分析法註解.
- 日本工業標準祖師會(1983), JIS K 0099 - 排 gas中 ammonia分析法.
- 日本藥學會(1990), 衛生試驗法註解 空氣法.