

PA5) 가스 시료의 주입방법에 따른 GC/TCD의 감도변화 Sensitivity Changes of GC/TCD on the Injection Methods of Gas Samples

전철우 · 오상협 · 김광섭 · 김병문
 한국표준과학연구원 물질량표준부

1. 서 론

대기 오염 측정이나 실내 환경 측정과 같이 실험실과 멀리 떨어진 장소의 가스 시료를 채집하여 그 농도를 분석할 때는 시료 포집용 플라스틱 백을 많이 사용하며, 반응 생성물 측정과 같이 제한된 실험실 또는 산업현장과 같이 시료를 분석기에 직접 주입할 수 있는 장소에서는 주사기를 이용한 시료 주입이 많이 사용되고 있다. 가스시료의 GC 분석에 있어서 주입되는 가스시료의 부피를 일정하게 조절하여야 정확한 분석 값을 얻을 수 있으므로 gas sampling valve를 많이 사용하고 있다.

가스분석에 사용되는 인증표준가스(CRM)는 고압 실린더를 사용하여 제조되므로 이들을 사용하여 플라스틱 백에 담겨진 시료를 비교 분석하거나, 또는 시료를 주사기로 직접 주입하여 비교 분석할 때에는 인증표준가스와 시료의 부피를 동일하게 하기 위한 세심한 주의가 요구된다.

본 연구에서는 가스 시료의 정확한 분석값을 얻기 위하여 여러 가지 시료 주입 방법에 따른 GC/TCD의 분석 감도와 반복성을 조사하여 비교하였다.

2. 연구 방법

가스 시료의 주입에 따른 분석 감도를 비교하기 위하여 현장에서 사용되고 있는 여러 가지 방법들을 사용하였다. 가스 시료는 CO 4 %mol/mol / nitrogen을 사용하였고, GC/TCD(HP 5890, Agilent)를 사용하여 분석하였다. GC 컬럼은 molecular sieve 5A(1/8", 12 ft)를 사용하였고, 오븐 온도는 100 °C, gas sampling valve의 시료루프는 0.5 mL, 검출기 온도는 250°C, 그리고 시료가스의 유량은 50 mL/min로 하였다. 가스 시료의 주입에는 mass flow controller(Side Trak III, Sierra)와 pressure controller(Model 5866, Brooks), 유량 조절기, 진공펌프 및 gas tight syringe 등을 이용하여 여러 가지 방법으로 시료를 주입하였다.

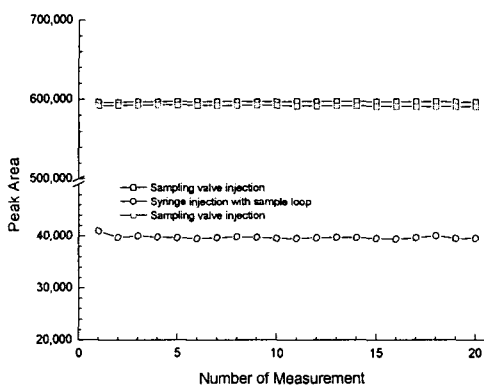


Fig. 1. Gas sampling valve를 사용하여 고압가스시료주입과 주사기를 이용한 시료주입에 따른 분석감도의 변화.

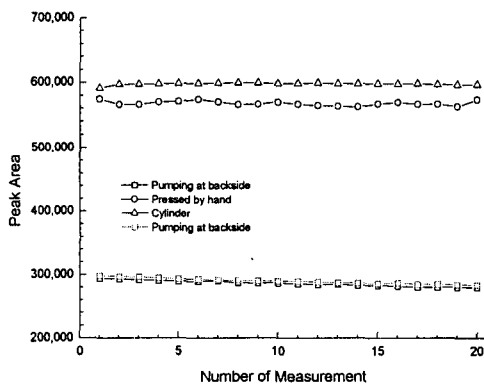


Fig. 2. 여러 가지 시료주입법에 따른 분석감도의 변화.

3. 결과 및 고찰

그림 1에는 gas sampling valve를 이용하여 주입되는 시료의 부피를 일정하게 한 상태에서 고압 실린더에 있는 가스시료를 주입한 경우와 플라스틱 백에 담겨진 시료를 gas tight syringe로 주입해서 얻은 결과를 나타내었다. 고압 실린더의 시료가 약 10배 이상의 감도를 나타내는 것을 알 수 있으며, 측정 반복성과 재현성도 우수한 것을 알 수 있다.

그림 2는 플라스틱 백에 담겨진 시료를 진공 펌프를 이용하여 주입한 경우와 손으로 눌러서 주입하여 측정된 결과를 고압 실린더의 시료를 측정된 결과와 비교한 것이다. 손으로 플라스틱 백을 눌러서 시료를 주입한 경우에는 분석 감도와 측정 반복성이 좋지 않은 것을 볼 수 있으며, 진공 펌프를 이용하여 분석한 경우에 분석 감도가 크게 감소하는 것을 알 수 있다.

이와 같은 결과는 같은 부피의 시료를 주입하였지만 시료루프의 압력 차이에 따른 실제 주입되는 시료량의 차이에 기인하는 것으로 판단된다. 따라서 가스 시료를 GC로 분석할 때는 비교분석에 사용되는 표준가스와 시료를 같은 방법으로 주입하여야 정확한 분석 결과를 얻을 수 있으며, 높은 분석 감도와 우수한 측정 반복성/재현성을 얻기 위해서는 고압 실린더의 시료를 일정한 유량으로 시료루프에 흘려주어야 한다는 것을 알 수 있었다.

참 고 문 헌

- B. S. Cohen and C. S. Mccammon, Jr.(2001), Air sampling instruments for evaluation of atmospheric contaminants, 9th ed.