

2A5) 열탈착 방식을 연계한 GC/PFPD 시스템으로의 주입방식 차에 따른 악취항 성분의 검량특성: 주입부피 대비 주입농도의 고정방식 간 비교연구

Changes in GC/PFPD Sensitivity in Relation with a Thermal Desorbing Technique for the Analysis of Sulfur Compounds: Comparison of Fixed Standard Concentration(FSC) vs Fixed Standard Volume(FSV) Method

이 기 한 · 김 기 현

세종대학교 지구환경과학과

1. 서 론

최근 몇 년간 본 연구진은 주요 환원황 화합물에 해당하는 4가지 성분, H₂S, CH₃SH, DMS, DMDS 을 이용하여, 열탈착방식 또는 루프주입방식을 연계한 GC/PFPD의 최적화에 관하여 연구하였다(김기현 등, 2004, 2005). 그 결과 고농도시료에서는 루프를 사용하고 저농도시료에 대해서는 열탈착기를 연계하여 분석하는 시스템에 대한 이해를 돕고 검량방식을 체계화 하였다. 또한, 표준시료의 분석에서 GC로 직접 도입하는 방식을 주입농도 고정방식(FSC)과 주입부피 고정방식(FSV)로 나누어 검량특성을 비교분석하고 FSV 방식이 더 우수한 감도를 나타낸다는 것을 확인하였다. FSV 방식은 주입부피를 고정한 상태에서 농도를 변화시켜 검량점을 맞춘다는 점에서 한 농도의 표준시료를 가지고 주입부피를 변화시켜 검량하는 FSC 방식과 성격이 다르다. 본 연구에서는 대기 중 미량 존재하는 황성분의 분석을 위해 이용하는 기존의 저농축 열탈착방식에 대한 검량방식을 FSC와 FSV의 관점에서 검정함으로써 기존의 연구와 비교평가 하였다.

2. 연구 방법

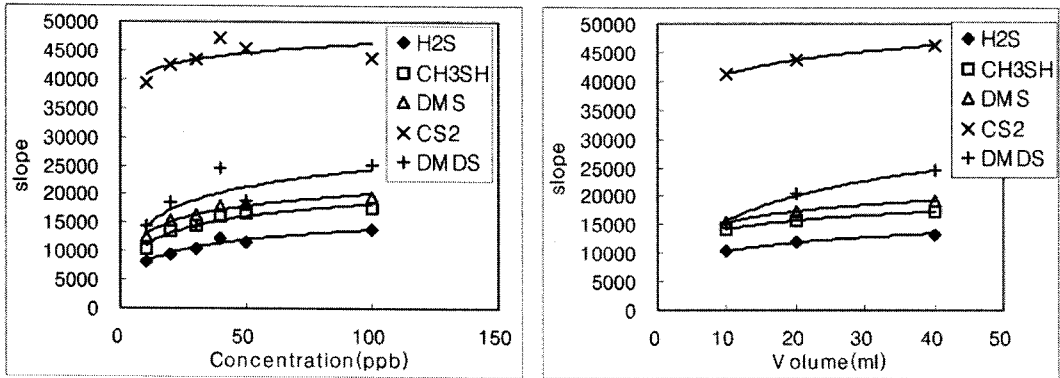
본 연구에서는 테들라 백을 이용한 검량방식의 차이를 파악하기 위하여 GC/PFPD 시스템에 저농축 열탈착기(Air server/Thermal desorber: AS/TD)를 연계한 환경대기 수준에 근접한 저농도 황성분의 분석기법을 이용하였다. H₂S, CH₃SH, DMS, CS₂, DMDS 5가지 황화합물을 약 10ppm 농도로 실린더에 채워진 원 표준시료를 구매하였다(Ri Gas, Korea). 이 표준가스를 한단계 희석하여 6가지 농도대(10, 20, 30, 40, 50, 100ppb)의 작업용 표준시료를 조제하였다. AS(air server)에서 TD 흡착유속을 10ml min⁻¹로 고정하고 흡착시간을 1, 2, 4min으로 변화시키면서 6가지 작업용 표준시료를 검량하였다. 그리고 이를 토대로 검량선을 도식하여 각각의 검량방식의 특성을 비교하였다. 이러한 실험결과로 TD로 도입하는 시료주입 방식을 주입농도 고정방식(FSC)과 주입부피 고정방식(FSV) 간의 검량특성의 차이를 비교분석 하였다.

3. 결과 및 고찰

AS/TD 시스템을 연계한 GC/PFPD를 이용하여 주입농도 고정방식(FSC)과 주입부피 고정방식(FSV)을 고정하여 검량하였다. 그 결과 각각의 주입농도(FSC) 및 주입부피(FSV)가 증가함에 따라 기울기 값이 증가하는 경향을 확인하였다. 또한, 이렇게 증가한 기울기 값은 대수적으로 증가한다는 결과를 확인할 수 있었다(그림 1). FSC 방식과 FSV 방식을 동일한 주입절대량에서 비교하기 위하여 전체 실험결과 중 일부의 자료만으로 검량특성을 비교하였다. 그 결과, 기울기 값으로는 별다른 경향을 찾기 힘들었다. 그러나 정규화한 값과 편차를 확인한 결과, DMS를 제외한 모든 성분들에서 TD로 도입한 절대량이 증

가할수록 FSC 방식과 FSV 방식의 기울기 값 차이가 감소하는 것을 확인할 수 있었다(표 1). 지금까지의 결과는 표준시료의 농도나 MFC(mass flow controller)의 performance에 의한 영향을 반영한 것으로 사료된다. FSC의 경우, 표준시료의 농도가 낮을수록 흡착손실에 대한 오차가 커지고, FSV의 경우, 시료의 유입량이 적을수록 MFC에 의한 오차가 증가하기 때문인 것으로 유추할 수 있다.

A. FSC & FSV



B. Log scale between FSC and FSV

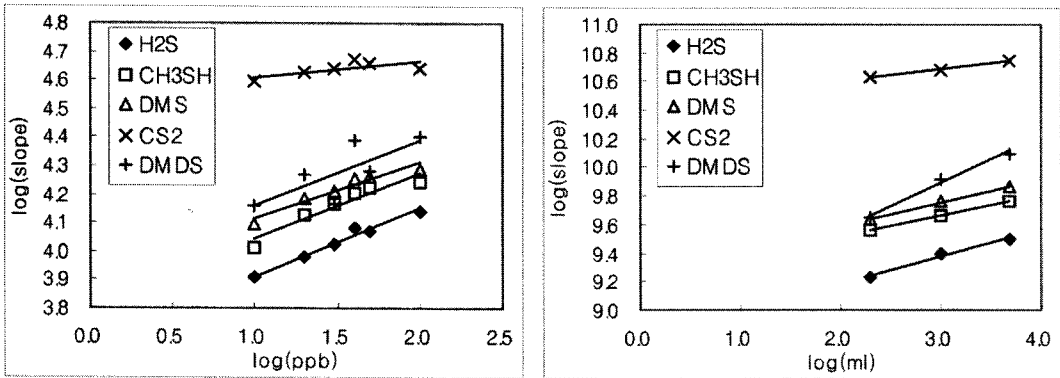


Fig. 1. TD로의 도입방식 차이(FSC & FSV)에 따른 농도별 검량선 기울기 값.

Table 1. 동일한 주입절대량에서 FSV방식과 FSC방식간 감도 차이.

A. 도입방식에 따른 기율기 값

Cal. Type		H ₂ S	CH ₃ SH	DMS	CS ₂	DMDS
FSV	10ml	7676.3	10550	12516	41359	14818
FSC	10ppb	8050.1	10271	12495	39327	14527
FSV	20ml	10076	13282	15066	43184	18629
FSC	20ppb	9500.5	13401	15394	42465	18582
FSV	40ml	12003	16099	18137	46772	24389
FSC	40ppb	12124	16087	18056	47078	24419

B. 정규화 및 편차

Cal. Type		H ₂ S	CH ₃ SH	DMS	CS ₂	DMDS
FSC/FSV	10ppb/10ml	1.049	0.974	0.998	0.951	0.980
	20ppb/20ml	0.943	1.009	1.022	0.983	0.997
	40ppb/40ml	1.010	0.999	0.996	1.007	1.001
FS-FSC	10ml-10ppb	-373.8	279	21	2032	291
	20ml-20ppb	575.5	-119	-328	719	47
	40ml-40ppb	-121	12	81	-306	-30

참 고 문 헌

- 김기현, 오상인, 최여진 (2004) 대기 중 악취항 성분들에 대한 GC 분석의 특성, 한국분석과학회지, 17(2), 145-152.
- 김기현, 최여진, 김성천 (2005) GC 분석 시스템의 설정과 그에 따른 감도의 차이: 열탈착 방식 대비 루프주입방식에 의한 황성분의 분석, 한국분석과학회지, 18(1), 66-73.
- 김기현, 최여진 (2005) GC의 주입방식 차에 따른 고농도 악취항 성분의 검량오차 연구: 주입부피의 고정방식 대비 주입농도의 고정방식 간 비교연구, 한국대기환경학회지, 21(2), 269-274.
- Nagata, Y. (2003) Odor intensity and door threshold value. Journal of Japan Air Cleaning Association, 41(2), 17-25.