

PG8) 건축자재에서 방출되는 카보닐화합물의 분석방법 평가

Evaluation of Analysis Method for Carbonyl Compounds Emission from Building Materials

고연정 · 장성기 · 이우석 · 이가영 · 임준호 · 배미진
 국립환경과학원 실내환경과

1. 서 론

고도화된 산업 발달과 더불어 경제수준이 향상되면서 보다 쾌적한 실내환경에 대한 욕구가 커지고 있다. 이러한 부분을 뒷받침하기 위해서는 실내공기오염에 대한 체계적 관리가 필요하며 이를 위해 정확한 측정 및 분석이 필요하다.

실내공기오염이 매우 복잡해지고 다양해짐에 따라 측정·분석 과정이 복잡해지고 고난도의 측정·분석이 점차 요구되고 있다. 이는 정확성 평가가 가장 핵심이 되며 이를 위해 정도관리(Quality control, QC)를 통한 정보보증(Quality Assurance, QA)이 요구된다. 또한 이러한 정도관리에는 측정·분석의 계획, 과정의 관리, 평가 등에 관한 요소를 포함하고 있어야 하며, 측정방법, 측정 및 분석기기 분석방법, 표준물질 등에 관한 것을 포함하는 것도 필요하다(이민도, 2006).

본 연구는 다양한 실내오염물질 중 건축자재에서 방출되는 카보닐화합물(Carbonyl compounds)에 대하여 분석과정에서 데이터의 신뢰성 확보를 위해 고성능액체크로마토그래피(High Performance Liquid Chromatography, HPLC)의 정도관리와 관련된 실험을 수행하여 정도관리 수립에 기초적인 자료가 되고자 하였다.

2. 연구 방법

본 연구에 사용된 방출시험방법은 실내공기질 공정시험방법의 준한 소형챔버법으로 챔버 내의 공기농도와 챔버를 통과하는 공기의 적산유량 및 시험편의 표면적을 구하여, 시험대상인 건축재료의 단위면적당 오염물질의 방출량을 측정하는 방법이다. 측정대상물질 카보닐 화합물 7종(Formaldehyde, Acetaldehyde, Acrolein, Aceton, Propionaldehyde, Butyraldehyde, Benzaldehyde)은 2,4-DNPH 유도체화 분석법을 이용하여 채취하여 열적으로 불안정한 물질을 쉽게 분리할 수 있는 고성능액체크로마토그래피 2대를 이용하여 분석하였으며, 분석사양 및 조건은 표 1과 같다.

Table 1. Operating conditions for aldehyde analysis with HPLC.

| HPLC (Waters, Alliance 2695 Separation module, USA) | |
|---|---------------------------------------|
| Parameter | Condition |
| Injector | Waters, Alliance 2695 |
| Column | Waters Sunfire C18(150mm×4.6mm×3.5µm) |
| Detector | Waters 2487 Dual absorbance detector |
| Mobile phase | Acetonirile(A)/Water(B) |
| Detection | Absorbance at 360nm |
| Flow rate | 1.0mL/min |
| Injection volume | 10µl |

분석된 카보닐화합물의 전반적인 성능평가를 위해 분석재현성(Rpeatability)과 선형성(Linearity), 분석기기 간 중복정밀도(Duplicate precision), 방법검출한계(Method Detection Limit, MDL), Injection

Table 2. Emission methods of Quality Assurance/Quality control.

| Item | Experiment method |
|----------------------------------|--|
| 선형성 평가 (Linearity) | 표준물질(5개 Level)을 제조하여 검량 선을 작성한 후 절편 값($y=ax+b$)과 r^2 값을 확인하여 선형성(slope)을 평가하였다. |
| 분석재현성 평가 (Repeatability) | 표준물질을 20회 이상 반복분석하여 머무름시간(Retention Time, RT)과 피크면적에 대한 감응계수(Response Factor, RF)의 측면에서 분석결과와 상대표준편차(Relative Standard Deviation: % RSD)가 각각 1%, 5% 미만의 범위에 있는지 확인한다. |
| 기기중복정밀도 평가 (Duplicate precision) | 각각의 분석기기에 동일한 분석조건으로 동일한 시료를 분석하여 RSD 5% 미만의 범위에 있는지 확인한다. |
| 방법검출한계 평가 (MDL) | 저 농도의 표준시료($0.021\mu\text{g}/\text{mL}$)를 이용하여 7회 반복 분석한 후, 각 물질 농도의 표준편차에 $3.14(0.99)$ 신뢰구간에서의 student-t값을 곱하여 값을 구한다. ($\text{MDL}=t(n-1, 0.99)\times\text{S.D}$) |
| 내부표준물질 정밀도 평가 | 정밀도(Precision)는 매 분석시 분석의 시작과 끝에 표준물질(5개 Level)을 분석하여 양쪽의 선형성을 비교하고 시료 25개 분석시 표준용액 중 Level 3($0.043\mu\text{g}/\text{mL}$)를 이용하여 시료 분석 시 주기적으로 분석·확인하여 정밀도 그래프를 작성한다. |
| Injection Accuracy Test | Methanol을 이용하여 Purge Injector를 사용중인 Injection volume으로 6회 실시하여 초기무게에서 injection후의 무게를 뺀 평균값이 $\pm 1\mu\text{L}$ 인지 확인한다. |
| 공시험 평가 (Blank test) | 매 분석시 사용하지 않은 3개의 DNPH카트리지를 분석하여 카트리지가 자체의 불순물 함유정도를 파악하고 구매시 포함된 Certificate of analysis와 비교하여 실제 시료의 분석결과에 보정한다. |

Accuracy Test, 내부표준물질 정밀도 평가, 공시험(Blank)평가를 실시하였다. 평가항목별 시험방법은 표 2에 나타내었다.

3. 결과 및 고찰

건축자재 방출시험 중 카보닐화합물 7종에 대하여 분석함에 있어 고성능액체크로마토그래피에 대한 분석방법을 평가한 결과 방법검출한계(MDL)는 분석기기 각각 $0.00018\sim 0.00081\mu\text{g}/\text{mL}$, $0.00032\sim 0.001081\mu\text{g}/\text{mL}$ 로 나타났다. 그림 1과 같이 내부표준물질 정밀도 평가는 시료 25회 injection 마다 표준용액(0.042

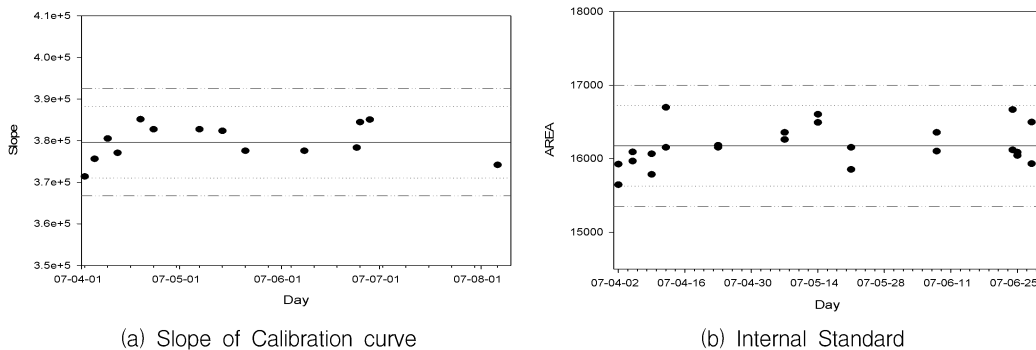


Fig. 1. Check Chart of Slope and Internal Standard.

$\mu\text{g}/\text{ml}$)을 분석하여 분석일자별 머무름 시간 및 피크 면적을 확인한 결과 매우 안정한 정밀도를 보임을 알 수 있었다(그림 1).

참 고 문 헌

- 장성기, 이석조, 유승화, 김미현, 임준호, 이용식, 장 미, 서수연 (2005) 건축자재 오염물질 방출시험의 측정방법론 평가, 한국대기환경학회 추계학술대회 논문집, 465-466.
- 이민도, 이상욱, 임용재, 김영미, 김소영, 문광주, 한진석, 정일록 (2006) 대기 중 휘발성유기화합물질 및 알데하이드의 분석 신뢰도 향상에 관한 고찰, 한국대기환경학회지, 22(4), 468-476.
- KSM ISO 16000-3(2003) 실내공기-제3부: 포름알데히드와 카르보닐 화합물의 측정법-액티브 샘플링법.