

## 제 3 항 트라이메틸아민 시험방법

### 1. 개요

#### 1.1 목적 및 개요

이 방법은 대기 환경 중에 존재하는 트라이메틸아민의 농도를 측정하기 위한 시험방법이다. 임핀저 방법과 산성여과지 방법을 시료채취방법으로 하고, 저온농축-충진형컬럼 기체크로마토그래피(이하 GC), 헤드스페이스-모세관 컬럼 기체크로마토그래피로 분석한다. 트라이메틸아민은 악취방지법상 단일악취물질로서 지정악취물질로 정하고 있으며 배출허용기준은 공업지역 0.02 ppm 이하, 기타지역은 0.005 ppm 이하, 엄격한 배출허용기준의 범위 0.005~0.02 ppm 으로 정하고 있다.

#### 1.2 적용범위

이 방법으로 분석 가능한 농도범위는 0.1~25 ppb 농도의 대기 중 트라이메틸아민을 분석하는 데 적합하다. 시료채취는 단일악취물질로서 부지경계선에서 채취한다.

### 2. 용어 정의

#### 2.1 열탈착(thermal desorption)

고온과 불활성기체를 이용하여 시료가 농축된 흡착제로 탈착시켜 기체크로마토그래피로 전달하는 과정이다.

#### 2.2 모세관 컬럼(capillary column)

본 시험방법에서는 모세관 컬럼을 사용하고, 저온농축온도 및 열탈착 장치의 구성에 따라서 내경 및 필름두께를 선택하여 규정물질의 항목별 검출 분리능이 1이상( $R \geq 1$ ) 되는 컬럼을 사용한다. 시판되고 있는 컬럼은 가능한 목적성분의 시험성적서가 첨부된 것을 사용하는 것이 좋다.

### 3. 측정장치 및 기구

#### 3.1 시료채취장치

##### 3.1.1 임핀저 시료 채취장치

경질유리제로 여과구가 장치되어 있는 흡수액량 20mL의 흡수병을 2개 직렬로 연결하고 흡인펌프는 유량 1~10 L/분으로 유속 안정성은 5 %이내를 유지 할 수 있어야 한다. 유량계는 적산유량계나 순간유량계를 사용한다.

##### 3.1.2 산성여과지 시료채취장치

산성여과지 시료채취장치는 직경 47 mm, 구멍크기 0.3  $\mu\text{m}$ 원형의 여과지를 끼울 수 있는 홀더와 시료가스를 흡인할 수 있는 흡인펌프 유량 2~10 L/분, 유량계는 2~15/분의 유량을 측정할 수 있어야 한다. 흡인유량의 안정성은 시료채취동안 5 %이내의 유속을 유지 할 수 있어야 한다.

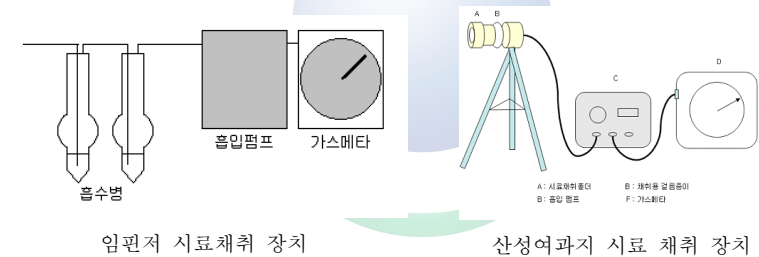


그림 1. 트라이메틸 시료채취 장치

#### 3.2 저온농축-충진형 컬럼 GC

##### 3.2.1 저온농축장치

알칼리 분해병과 저온농축관으로 구성된다. 알칼리분해병은 아래코크 부분에서 휘발가스를 붙여 넣을 수 있는 구조이어야 한다. 저온농축관은 그림 2와 같이 구성되어 있고 다음의 조건을 구비하여야 한다. 저온농축관은 내경이 5 mm정도인 경질 유리체를 사용하여야 한다. 내부를 10 %수산화칼륨용액으로 씻고 물로 세척하여 건조한 후 다음 피검성분의 분석에 사용하는 것과 동종의 기체크로마토그래피 충전제 또는 이와 동등 이상의 성능을 갖는 것을 충전 한다. 시료농축관은 수분에 의해 단시간에 응축할 경우에는 분해 병의 바로 뒤에 수산화칼륨을 충전한 탈수 관을 연결한다. 시료농축관은 시료의 저온농축과 열탈착 시 온도의

보존을 위해 보온장치와 가열장치를 하여야 한다. 다음은 보온장치의 예를 나타냈다.

[보온장치의 예]

외부를 알루미늄 포일로 싸고 그 위를 유리섬유 테이프로 절연한 후, 온도측정용 열전대를 부착한다. 유리 섬유관이 입혀진 니크롬선을 같은 간격으로 테이프 위에 감고, 그 위를 다시 유리섬유 테이프로 고정시킨 것을 사용한다.

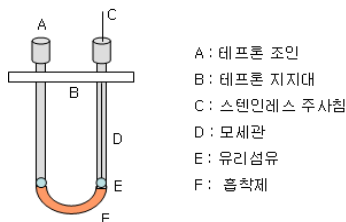
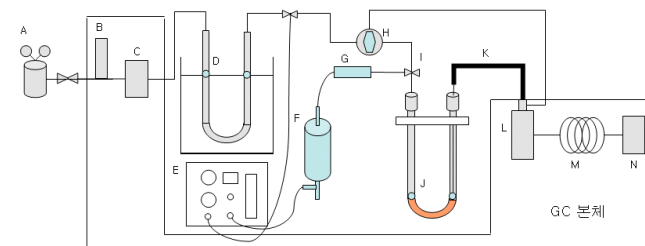


그림 2 시료농축관

### 3.2.2 기체크로마토그래피

그림 3과 같이 구성되어 있고 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 기체크로마토그래피는 불꽃이온화검출기(FID : Flame Ionization Detector) 혹은 질소인검출기(NPD : Nitrogen Phosphorus Detector)<sup>15)</sup>를 갖고 있는 것이어야 한다. 컬럼은 유리제로 내경 3 mm, 길이 3~5 mm의 것으로 내면을 10 %수산화칼륨용액으로 씻고 물로 씻은 다음 건조한다. 충전제는 입경 60~80 mesh의 백색규조토담체에 다이그리세롤을 15 %, 테트라에틸렌펜타민을 15 %, 수산화칼륨 2 %를 피복한 것 또는 이와 동등이상의 성능을 가진 것 이어야 한다.

15) 질소인검출기(NPD) : 검출기특성상 바탕선(base line)의 안정화와 응답재현성의 안정화 에 걸리는 시간이 길고 제작사마다 차이가 많으므로 감도와 바탕선의 안정화를 확인 후 측정



A: 이동상가스 B: 유칼계  
C: 유량조절계 D: 불순물 제거관  
E: 유량조절계 F: 시료 분해병  
G: 열수관 H: 3방향 콕크  
I: 3방향 콕크 J: 시료 농축관  
K: 시료 도입관 L: 시료 도입부  
M: 분리관 N: 검출기  
그림 3 시료 분석 농축 장치

### 3.3 헤드스페이스-모세관컬럼 GC

헤드스페이스분석법은 헤드스페이스바이알 안에서 시료의 알칼리상태에서 바이알 상단부에 발생된 트라이메틸아민기체(headspace gas)를 주시기로 GC로 직접주입하거나 고체상미량추출장치(SPME : Solid Phase Micro Extraction)파이버(fiber)에 흡착시킨 후 GC에 주입하며 분석하는 방법 이다.

3.3.1 초음파 세척기 : 시료추출용

3.3.2 진탕기: 100~1,500 rpm정도를 사용한다.

3.3.3 헤드스페이스 바이알(headspace vial)

마개뚜껑은 실리콘재질에 이어야하며 시료접촉부 재질은 시료의 오염방지를 위해 테프론(teflon재질)표면 이어야 한다. 시료가스의 누출방지를 위하여 알루미늄 외부 뚜껑으로 시료용기를 밀봉한다.

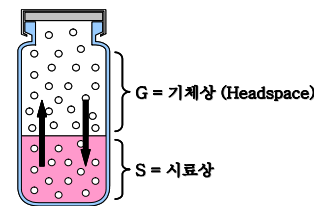
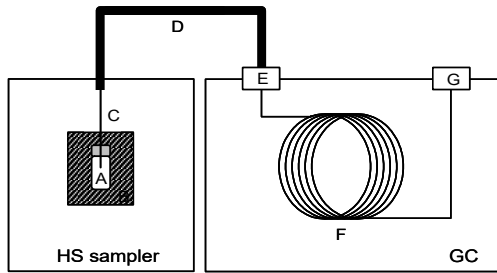


그림 4. 헤드스페이스 바이알의 구조.



A: Headspace vial, B: Heating block, C: Needle, D: Transfer line  
E: GC Injector, F: Analytical column, G: Detector

그림 5. 헤드스페이스 - GC 시스템 구조도

### 3.3.4 고체상 미량 추출(Solid Phase Micro-Extraction, SPME)

SPME 주입장치 그림 6 과 같이 구성되어 있고, 일정한 두께로 흡착 코팅한 섬유와 일반적인 주사기를 변형한 모양으로 되어있다. SPME 섬유는 carboxen/polydimethylsiloxane (CAR/PDMS)이 75~85 μm으로 입혀진 섬유를 사용한다. 섬유는 사용 전에 GC 주입구에서 250 °C에서 1 시간 가열처리 한 후 사용 한다.

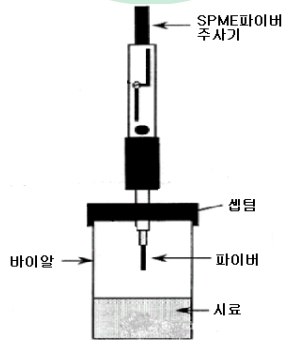


그림 6. SPME에 의한 농축장치

### 3.3.5 기체크로마토그래피

헤드스페이스에서 농축된 시료는 모세관컬럼을 사용하며 분리 한다. 기체크로마토그래피는

불꽃이온화검출기(FID : Flame Ionization Detector) 혹은 질소인검출기(NPD : Nitrogen Phosphorus Detector)<sup>16)</sup>를 갖고 있는 것이어야 한다.

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 저농축-충전형칼럼GC

#### 4.1.1 분해시약

수산화칼륨(KOH) 500 g 을 증류수에 용해시켜 1 L로 만든다.

#### 4.1.2 표준용액

##### 4.1.2.1 고농도 표준용액 제조 방법

트라이메틸아민 수용액(20~40 %)의 정확한 농도 정량을 위해 트라이메틸아민 수용원액 일정량을 물로 10~20 배 희석시킨다. 이 중에서 10 mL를 취하여 여기에 지시약(메틸 레드 및 브로모크레졸그린)을 넣은 후, 0.1 M 염산으로 적정하여 원액중의 트라이메틸아민의 농도를 산출 한다. 산출농도는 아래식을 사용한다.

$$\text{산출식 (\%)} = \frac{V_{cr} \times N \times f \times M \times D}{V} \times 1000 \quad (\text{식 1})$$

여기서,

- $V_{cr}$  : 적정에 소비된 0.1M HCl의 부피 (mL)
- $N$  : 0.1M 염산 (mole/L)
- $f$  : 0.1M 염산의 역가(factor)
- $V$  : 적정에 사용하기 위해 희석된 트라이메틸아민 용액의 부피 (mL)
- $M$  : 트라이메틸아민의 분자량 (g/mole)
- $D$  : 희석배율

##### 4.1.2.1 저농도 표준용액 제조방법

저농도 분석용 표준용액은 고농도 표준용액을 단계별로 희석하여 사용한다. 농도가 정량된 원액을 1 M 염산으로 희석하여 1차 표준용액(예:1904 mg/L)을 제조하고, 다시 1 M 염산으로 희석하여 2차 표준용액(예:1952 μg/L)을 제조한다. 검량선 작성을 위한

<sup>16)</sup> 질소인검출기(NPD) : 검출기특성상 바탕선(base line)의 안정화와 응답재현성의 안정화에 걸리는 시간이 길고 제작사마다 차이가 많으므로 감도와 바탕선의 안정화를 확인 후 측정

표준용액은 트라이메틸아민 2차 표준용액을 3차 증류수에 일정한 비율로 희석하여 제조한다. 제조된 표준용액은 제조 후 3 개월을 경과하여 사용하지 않는다.

#### 4.1.3 에틸알코올

기체크로마토그래프에 주입할 때 트라이메틸아민의 머무름 시간에서 불순물 피크를 나타내지 않는 것이어야 한다.

#### 4.1.4 지시약

브로모크레졸 그린 0.1 %에틸알코올용액(브로모크레졸그린 100 mg을 에틸알코올 100 mL에 녹임)과 메틸레드 0.1 %에틸알코올용액(메틸레드 100 mg을 에틸알코올 100 mL에 녹임)을 부피비 5 : 1로 혼합한다.

#### 4.1.6 임편저 시료채취용액

증류수 359 mL를 플라스크에 넣고, 진한 황산 1 mL를 피펫으로 소량씩 떨어뜨려 혼합 한다.

#### 4.1.7 산성여과지

채취용 산성여과지(거름종이)는 직경 47 mm, 구멍크기 0.3  $\mu\text{m}$ 의 원형유리섬유 거름종이 또는 실리카섬유 거름종이로 전기로 내에서 500  $^{\circ}\text{C}$ 로 1 시간 가열한 후 실리카겔 데시케이터에서 방냉 하고 거름종이를 한 장씩 유리 샬레에 옮기고 1 N 황산 1 mL 를 함침 시킨 후 1 N 황산 1 mL를 넣은 후 다시 실리카겔데시케이터나 진공데시케이터 안에서 하루 동안 보존 한다. 이 산성여과지는 사용할 때마다 제조한다.

#### 4.3.5 임편저 시료채취 용액

시료 채취 후 2개의 흡수병 속의 채취용액을 합쳐 용량플라스크에 옮기고, 다시 흡수병의 내부를 채취용액으로 세정하여 세정액을 더하여 부피를 정확히 겐 다음 분석용 시료로 한다.

### 5. 시료채취

시료채취지점은 배출지점에서 측정하지 않는한 배출지점의 영향을 받지 않는 곳에서 측정하고 측정지점과 배출지점이 관계된 상황을 기록지에 기록한다. 강한 풍속, 나쁜 기상상태 및 입자의 영향을 방지하기 위해 보호막(shelter)을 설치한다. 시료채취방법은 산성 수용액 흡수법이나 산성여과지를 이용한 시료채취법을 사용한다.

#### 5.1 산성 수용액 흡수법

이 방법은 흡수병 속의 채취용액에 기체가 채취되는 것을 이용하는 방법으로 흡착관,

흡인펌프 및 유량계로 구성된다. 흡수병은 용량 20 mL의 흡수용액을 넣을 수 있는 경질 유리체로 여과구가 장치되어 있는 것을 사용하고, 흡수병 안에 채취용액을 넣어 2 개를 직렬로 연결시킨다.

시료채취는 시료채취장치의 흡수병 속에 채취용액 20 mL를 넣어 2 개를 직렬로 연결하여 10 L/분의 유량으로 5 분 이내 시료공기를 흡입하여 채취 되도록 한다.

### 5.2 산성여과지를 이용한 시료 채취법

흡인펌프는 산성여과지를 홀더(holder)에 장착한 상태에서 10 L/분 이상의 유량으로 대기를 흡인 할 수 있는 능력을 가진 것으로서 시료 채취동안 5 %이내의 안정한 유속을 유지하여야 한다. 유량계는 1~10 L/분의 범위 안에서 유량을 측정할 수 있는 것이어야 한다. 시료채취는 10 L/분의 유량으로 5 분 이내에 시료공기를 산성여과지에 채취 되도록 한다.

### 6. 정도관리(QA/QC)

#### 6.1 분석기기의 설치조건

##### 6.1.1 설치장소

설치장소는 진동이 없고 분석에 사용되는 유해물질을 안전하게 처리할 수 있으며 부식기체나 먼지가 적고, 실온 5~ 35  $^{\circ}\text{C}$ , 상대습도 85 % 이하로서 직사광선이 쬐이지 않는 곳으로 한다.

##### 6.1.2 전기관계

전기관계는 다음과 같은 조건을 갖추어야 한다.

6.1.2.1 공급전원은 지정된 전력용량 및 주파수이어야 하고, 전원변동은 지정전압의 10 % 이내로서 주파수의 변동이 없는 것이어야 한다.

6.1.2.2 전자기유도는 대형변압기, 고주파가열로와 같은 것으로부터 전자기의 유도를 받지 않는 것이어야 한다.

6.1.2.3 접지저항 10 $\Omega$  이하의 접지점이 있는 것이어야 한다.

#### 6.2 분석전 준비

### 6.2.1 장치의 고정설치 여부 확인

6.2.1.1 장치를 설치하고 기체류의 배관을 한 다음, 기체의 누출이 없는가를 확인한다. 이때 가스통은 화기가 없는 실외의 그늘진 곳에 넘어지지 않도록 고정하여 설치한다.

6.2.1.2 장치에 전원을 배선하고 접지점에 접지선을 연결한다. 또 필요한 부분의 배선을 확인한다.

### 6.2.2 컬럼의 부착 및 기체 누출시험

각 분석방법에 규정된 방법에 따라 제조된 컬럼을 장치에 부착한 후, 운반기체의 압력을 사용압력 이상으로 올리고, 컬럼 등의 접속부에 누출시험<sup>17)</sup>을 하며 누출이 없음을 확인한다.

### 6.2.3 시료의 준비

분석하는 시료를 분석방법에 규정된 방법에 의하여 준비한다.

## 6.3 분석결과와 기재

### 6.3.1 일반사항

6.3.1.1 시료채취일

6.3.1.2 시료채취자명

6.3.1.3 시료채취장소

### 6.3.2 분석조건

6.3.2.1 전처리장비 : 전처리 방식, 온도설정, 유로구성 등

6.3.2.2 시료주입장치 : 시료주입장치의 종류와 특성을 명기 한다

6.3.2.3 시료 및 표준품 주입량, 및 주입방법 .

6.3.2.4 GC분석조건을 명기. 컬럼 종류 및 제원, 오븐의 조건, 유속, 유량, 검출기의 종류, split 조건.

6.3.2.5 검출기 조건 및 검출방식 .

### 6.3.2 분석결과

6.3.2.1 성분의 확인방법 : 표준품 및 시료의 크로마토그램에서 각 피크의 머무름 시간과 분리도를 나타낸다.

6.3.2.2 표준품 및 시료의 정량결과를 나타낸다. 표준품 및 시료의 분석크로마토그램

에서의 피크 적분량결과와 표준품의 검량선결과를 나타낸다.

6.3.2.3 시료의 측정결과 검량선에 따른 시료의 측정농도의 결과를 나타낸다.

6.4.5 정량법 : 표준물질의 종류, 순도와 혼합물일 경우에는 농도범위 및 제조방법을 명기한다.

## 6.5 내부정도관리방법

### 6.5.1 최소검출한계측정

최소검출한계(Minimum Detection Limit, MDL)는 검출한계를 결정하기 위해서는 검출한계에 다다를 것으로 생각되는 트라이메틸아민 표준시료를 저온농축장치나 헤드스페이스 장치를 이용하여 7 번 반복 측정한 후 이 농도값을 바탕으로 하여 얻은 표준편차에 3.14<sup>18)</sup>를 곱한다. 트라이메틸아민의 최소검출한계는 0.5 ppb 이하 이어야 한다.

### 6.5.2 분석정밀도 및 직선성

트라이메틸아민 표준시료를 저온농축장치나 헤드스페이스 장치에 주입하고 동일한 시간, 동일한 조건에서 3회 반복 분석하여 크로마토그램의 적분면적과 피크(peak)의 머무름시간(RT: Retention Time)의 정밀도를 확인한다. 모든 분석과정을 통한 측정·분석의 정밀도는 3회 반복 분석의 표준편차로서 구하고 이 값은 5 ug/L 의 농도에서 상대 표준편차(RSD%) 10 %이내로 한다. 직선성은 트라이메틸아민 표준시료 1~20 ug/L 범위에서  $r^2 = 0.98$  이상이어야 한다.

### 6.5.3 정도관리 주기

내부정도관리주기는 분기 1 회 이상 측정하는 것을 원칙으로 하며 분석장비의 주요부품 교체, 수리 분석자의 변경 시 등 수시로 한다.

### 6.5.4 정도관리 결과 보관

내부정도관리 측정결과 산출된 측정결과와 측정 시 얻어진 기본자료(law data)는 정도관리철에 같이 보관 하여야 한다.

## 7. 분석절차

### 7.1 저온농축-충진형컬럼GC분석법

17) 방식과 같은 누출감지기를 사용한다.

18) 7회 반복분석에 대한 99% 신뢰구간에서의 자유도 값

### 7.1.1 측정원리

이 분석법은 알칼리 분해병에서 시료중의 트라이메틸아민을 중화분해 반응으로 휘발시키고 이를 다시 저온농축관에서 농축 후 탈착하여 충전형컬럼GC로 분리하여 GC로 분석하며 검출기로는 불꽃이온화검출기(FID) 혹은 질소인검출기(NPD)를 사용하여 트라이메틸아민을 분석하는 방법이다.

### 7.1.2 채취시료의 분리 및 농축

#### 7.1.2.1 산성수용액 흡수액 시료

흡수액 각 10 ml를 용량플라스크에 합하고 시료채취용기를 채취용 시약으로 씻어 20 ml 눈금에 맞추어 시료용액으로 한다

#### 7.1.2.3 산성여과지 시료

시료공기를 채취한 산성여과지를 용량 50 mL 정도의 유리용기에 넣어 증류수 20 mL 를 정확히 가하여 5 분간 흔들여 섞은 다음 거르고, 거른 액을 분석용 시료로 한다. 분석용 시료 용액 일정량을 주사기로 분취하여 "2.3의 시료분석 농축장치"의 분해 병의 실리콘 고무마개를 통하여 주입한 후 250~300 mL/분의 유량으로 질소가스를 시료분석 농축장치에 연결하고 2~3 L 흐르게 하여 발생한 트라이메틸아민을 냉매를 사용하여 -180 ℃이하로 냉각된 저온 농축관에 채취 한다. 저온농축관은 미리 70 ℃정도로 가열하여 질소가스를 흘려보내면서 바탕시험을 행하여 방해성분이 없는 것을 확인한 것이어야 한다.

### 7.1.3 기체크로마토그래피 분석

피검성분을 포집한 저온농축관을 냉매<sup>19)</sup>를 사용하여 냉각한 상태에서 기체크로마토그래프 분석 장치에 연결 한다. 저온농축관에 운반가스를 흘려 그 유량이 일정하고 또한 검출기의 응답이 충분히 안정한 것을 확인한 다음 시료 농축관을 70 ℃ 정도까지 약 2 분간 가열 승온 시켜 피검성분을 기체크로마토그래피에 주입한다.

### 7.1.4 검량선의 작성

트라이메틸아민 표준용액을 증류수로 적당히 단계적으로 희석한 용액(예, 1~20 ug/L) 를 각각 알칼리 분해병에 주입하여 저온농축장치- 기체크로마토그래피로 얻어진 크로마토그램의 피크 면적을 이용하여 검량선을 작성한다.

### 7.1.5 농도의 계산

검량선에 의해 분석용 시료용액에서 분취한 용액중의 트라이메틸아민의 양을 구하고 다음 식에 의하여 대기 중의 농도를 산출 한다.

$$C = \frac{24.46A}{59.000 V \times \frac{298}{273+t} \times \frac{P}{760}} \quad (\text{식 } 1)$$

$$A = \frac{20}{V_a} \times m$$

여기서,

C : 대기 중의 트라이메틸아민의 농도 (ppm)

A : 시료용액중의 트라이메틸아민의 총량 (ng)

V : 유량계로 측정된 흡인가스량 (L)

t : 유량계의 온도 (℃)

P : 시료채취시의 대기압 (mmHg)

m : 검량선으로 구한 트라이메틸아민의 량 (ng)

Va : 분석용 시료에서 분취한 용액의 량 (mL)

### 7.1.6 결과의 표시

트라이메틸아민의 측정결과와 유효자리숫자의 표시는 ppm 단위의 소수점 넷째자리까지 계산하고 결과의 표시는 소수점 셋째자리까지 표기한다. 유효자리숫자의 표시는 한국공업규격 KSA 3251-1에 따른다.

## 7.2 헤드스페이스-모세관컬럼 GC분석법

### 7.2.1 측정원리

헤드스페이스바이알의 시료는 알칼리상태에서 휘발하여 액체상단부의 공간부에 휘발하게 되며 이 공간을 헤드스페이스(Headspace)라 한다. 시료상은 분석하고자 하는 화합물들로 형성되어있다. 분석과정은 시료를 바이알안에 넣고 바이알을 닫으면 휘발성 물질은 바이알상부의 기체상으로 확산되며 평형상태에 도달된 분석시료를 모세관컬럼 GC에 주입 분석한다.

### 7.2.2 채취시료의 분리 및 농축

#### 7.2.2.1 산성용액 흡수법

바이알에 임핀저 채취시료 4 mL를 넣고 PTFE/Silicone 재질의 격막이 있는 마개로 밀봉한 후, 50 % KOH 수용액 5 mL 를 주사기로 주입한다. 시료와 KOH 수용액이 담긴 바이알을 초음파 세척기에 넣고 20 분간 반응시킨 후, 바이알 상층부 기체층으로 트라이메틸아민이 용출되면 이를 GC로 주입 분석한다.

#### 7.2.2.2 산성여과지 흡수법

바이알에 산성여과지를 2~4 등분으로 잘라 넣고 PTFE/silicone 재질의 셉텀이 있는

19) 액체질소, 액체산소, 액체알곤을 사용할 수 있으며 액체질소로서 직접 냉각 시에는 시료 중에 함유된 공기중 질소나 이동상으로 사용하는 질소가 응축될 수 있으므로 솔레노이드 밸브에 의한 온도 조절장치가 장착된 경우에 한하여 사용할 수 있다. 액체산소를 사용할 경우에는 화재의 위험이 있으므로 주의를 하여야 한다.

마개로 밀봉한 후, 50 %KOH수용액 9 mL 를 주사기로 주입한다. 필터와 KOH 수용액이 담긴 바이알을 손으로 5 분 이상(혹은 수직 운동하는 진탕기를 사용하여 5 분 이상) 흔들어 필터를 충분히 풀어주고, 바이알 상층부 기체층으로 트라이메틸아민이 용출되면 이를 GC로 주입 분석한다.

### 7.2.3 기체크로마토그래피 분석

시료의 주입은 헤드스페이스 바이알의 상층부에 있는 기체층에서 주사기(Gas Tight Syringe)를 사용하여 직접 주입 한다. 시료성분의 분리를 위하여 모세관컬럼을 사용하며 컬럼은 UA-Carbowax KOH treated (30 m × 0.53 mm × 1 μm)과 분리능이 동등하거나 우수한 것을 사용한다. 검출기로는 불꽃이온화검출기(FID : Flame Ionization Detector) 혹은 질소인검출기(NPD : Nitrogen Phosphorus Detector)를 사용한다. 헤드스페이스에 준비된 시료는 200 °C로 가열된 GC 주입구에서 주입한다.

표 1. 헤드스페이스-모세관컬럼 GC/FID 분석조건(예)

기체크로마토그래피 분석조건			
컬럼	UA-Carbowax KOH treated (30 m × 0.53 mm × 1 μm)		
운반가스	헬륨(5 mL/분)		
주입구 온도.	75 °C		
오븐조건	40 °C(4분)→20 °C/분→120 °C		
검출기			
FID	온도	230°C	
	운반가스	수소	30 mL/분
		공기	300 mL/분
헤드스페이스 운전조건(Headspace Auto Sampler)			
온도.	주사기	70 °C	
	이송관온도	75 °C	
운전조건	oven	50 °C	
	주입시간	0.1 분	
	압력안정화시간	4.0 분	
	withdrawal	0.1 분	
	가열시간	10 분	
	GC cycle time	15 분	

또한, 시료의 주입은 헤드스페이스바이알의 상층부에 있는 기체층에서 시료를 SPME 파이버를 사용하여 흡착하여 GC로 주입분석할 수 있다. 밀폐된 바이알에 있는 시료 위의 상층부(headspace)에 SPME 파이버(Fiber)를 15 분간 노출 시킨다. 트라이메틸아민이 파이버에 흡착·농축 되면 시료가 농축된 SPME 파이버를 바이알에서 꺼내고, 이를

250 °C로 가열된 GC 주입구에서 주입한다. GC에서 3분간 탈착시켜 GC 분석을 한다. SPME 파이버를 사용할 때에는 트라이메틸아민 표준시료의 측정결과 재현성을 확인한 후 사용하여야 한다

표 2. 트라이메틸아민분석의 헤드스페이스(SPME)-GC 분석조건(예)

분석기기	구성요소	분석조건
GC-NPD	컬럼	아민컬럼 <sup>20)</sup>
	컬럼 이동상 유속	5.0 mL/분
	오븐 조건	140 °C (12 분)
	시료주입구 온도	250 °C (split ratio 5:1)
	NPD 검출기 온도	320 °C
SPME	SPME 파이버	85μm Carboxen/PDMS
	흡착 시간	15 분
	탈착 시간	3 분

### 7.2.4 검량선의 작성

표준용액을 실제시료의 농도범위(예:1~20 μg/L)에 맞게 희석하여 헤드스페이스바이알에 주입하여 “7.2.3”의 시료 분석방법과 동일하게 분석한다. 준비된 표준용액을 분석하여 트라이메틸아민의 면적을 구하고 이를 이용하여 검량선을 작성한다.

### 7.2.5 농도의 계산

표준용액의 검량선에서 실제시료의 면적 값에 농도(μg/L)를 구하고 다음 식에 의해 대기 중 트라이메틸아민의 농도를 구한다.

$$C = \frac{m}{V_s} \times \frac{24.46}{M} \quad (\text{식 2})$$

여기서 C : 대기 중 트라이메틸아민의 농도 (ppm : μmole/mole)  
m : 검량 선에 의해 계산된 트라이메틸아민의 양 (ng)  
V<sub>s</sub> : 표준상태(25 °C, 1기압)로 환산한 대기시료의 양 (L)  
M : 트라이메틸아민의 분자량 (g/mole)

$$V_s = Q \times t \times \frac{298}{273 + T} \times \frac{P}{760} \quad (\text{식3})$$

여기서, V<sub>s</sub> : 표준상태로 환산한 대기시료의 양 (L)

20) CP 7594(25 m x 0.53 mm x 20 ) 혹은 같은 종류의 아민 컬럼

$Q$  : 채취한 대기시료의 흡입속도 (L/분)

$t$  : 대기시료의 채취시간 (분)

$T$  : 시료 채취 시 온도 (°C)

$P$  : 시료 채취 시 압력 (mmHg)

$$m = C_x \times V_x \quad (\text{식4})$$

여기서,

$m$  : 검량선에 의해 계산된 트라이메틸아민의 양 (ng)

$C_x$  : 검량선에 의해 계산된 트라이메틸아민의 농도 ( $\mu\text{g/L}$ )

$V_x$  : 시료 채취용액의 전체부피 (mL)

7.2.6 결과의 표시 : “7.1.6 결과의 표시” 참조

