

제 5 항 스타이렌 시험방법

1. 개요

1.1 목적

스타이렌은 악취방지법에 단일악취물질로서 지정악취물질로 정하고 있으며 이 방법은 대기 환경 중에 존재하는 스타이렌의 농도를 측정하기 위한 시험방법이다. 배출허용기준은 공업지역 0.8 ppm 이하, 기타지역 0.4 ppm, 엄격한 배출허용기준은 0.4~0.8 ppm 이다

1.2 측정범위

스타이렌은 단일악취물질로서 시료는 부지경계선에서 채취한다. 고체흡착관을 이용한 방법, 캐니스터를 이용한 방법, 시료채취주머니를 이용한 방법을 시료채취방법으로 하고 저온농축-기체크로마토그래피(이하 GC로 한다)방법과 고체상미량추출장치(이하 SPME라 한다)-기체크로마토그래피로 분석 한다

2. 용어 정의

2.1 열탈착 (thermal desorption)

고온과 불활성기체를 이용하여 흡착제로부터 휘발성유기화합물을 탈착시켜 기체크로마토그래피로 전달하는 과정이다.

2.2 2단 열탈착 (2nd thermal desorption)

흡착제로부터 분석물질을 열 탈착하여 저온농축 관에 농축한 다음, 저온 농축관을 가열하여 농축된 화합물을 기체크로마토그래피로 전달하는 과정이다.

2.3 돌파부피(breakthrough volume)

시료 채취 시에 분석대상물질이 흡착관에 채취되지 않고 흡착 관을 통과하는 부피 즉, 흡착관에 충전된 흡착제의 최대흡착부피를 말한다. 또는 두개의 흡착 관을 직렬로 연결할 경우, 후단의 흡착 관에 채취된 양이 전체의 5 % 이상을 차지할 경우의 공기부피를 말한다.

2.4 안전부피(Safe sample volume, SSV)

분석대상물질의 손실 없이 안전하게 채취할 수 있는 일정농도에 대한 공기의 부피를 말한다. 채취에 사용되는 흡착관의 최대흡착부피 2/3에 해당하는 값을 적용한다.

2.5 머무름 부피(Retention volume)

흡착관 으로부터 분석물질을 탈착하기 위하여 필요한 운반기체의 부피를 측정함으로써 결정된다.

2.6 흡착관의 안정화(Conditioning)

흡착관을 사용하기 전에 열 탈착 장치에 의해서 보통 350 °C(흡착제별로 사용하는 최고온도를 고려하여 조정)에서 순도 99.999 %이상의 헬륨기체 50 mL/분으로 적어도 2 시간 동안 안정화시킨 후 사용한다. 시료채취 이전에 흡착관의 안정화여부를 사전 분석을 통하여 확인해야 한다.

2.7 모세관 컬럼

본 시험방법에서는 모세관 컬럼을 사용하고, 저온농축온도 및 열 탈착 장치의 구성에 따라서 내경 및 필름두께를 선택하여 규정물질의 항목별 검출 분리능이 1이상(R≥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 고체흡착관을 이용한 시료채취장치

이 방법은 고체분말표면에 기체가 흡착되는 것을 이용하는 방법으로 채취장치는 그림1

과 같이 흡착관, 흡인펌프 및 유량계로 구성한다.

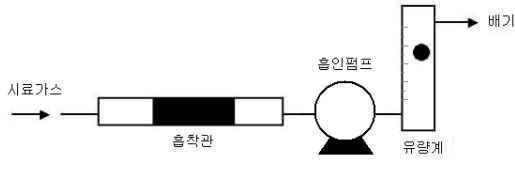


그림 1. 고체흡착관을 이용한 시료채취장치

3.1.1.1 흡착관

흡착관은 스테인리스강 또는 유리로 된 관에 측정대상 성분에 따라 흡착제를 선택하고 각 흡착제의 돌파부피(breakthrough volume)를 고려하여 충전한 후에 사용한다. 흡착관은 시판되고 있는 별도규격 제품을 사용할 수 있다. 각 흡착제는 반드시 지정된 최고온도 범위와 기체유량에 따라 사용되어야 하며, 흡착관은 사용하기 전에 반드시 안정화(conditioning) 단계를 거쳐야 하며, 확인된 흡착관은 외부 공기로부터 오염이 되지 않도록 밀폐용 마개와 PTFE 페럴(ferrules)을 이용하여 막아서 보관한다. 이를 24시간 이내에 사용하지 않을 경우에는 4 °C의 냉암소에서 보관하여야 한다.

3.1.1.2 흡인펌프

흡인펌프는 유량 50~200 mL분을 유지할 수 있어야 하며 유량의 안정성은 시료 채취 시간 동안 5 %이내야 한다.

3.1.1.3 유량계

유량계는 시료를 흡인할 때의 유량을 측정하기 위한 것으로 적산유량계 또는 순간유량계를 사용한다. 사용하는 유량계는 정기적으로 유량교정을 실시해야 한다.

3.1.2 캐니스터를 이용한 시료 채취장치

3.1.2.1 캐니스터의 조건 및 관리

캐니스터는 내벽을 불활성 처리한 스테인리스강 재질이거나, 내벽을 유리로 코팅하여 보다 안정성을 향상시킨 캐니스터를 사용하는 것을 원칙으로 한다. 캐니스터의 밸브 역시 스테인리스강 등으로 구성되어야 하며, 휘발성유기화합물 전용밸브가 사용되어야 한다.

3.1.2.2 캐니스터 세척(cleaning)

시료공기를 채취 사용한 후 반드시 다음의 과정으로 반드시 세척을 하여야 한다. 고 순도의 질소기체 또는 순수공기를 용기에 주입하고 배기하는 과정을 6 회이상 반복하며, 세정에 사용하는 고순도기체가 탄화수소를 포함하고 있어서는 안된다. 캐니

스터의 세척과정의 반복 시에는 휘발성유기화합물질이 없는 증류수를 첨가하여 캐니스터 내부의 극성 불순물이 세척될 수 있도록 한다. 불순물 또한 배기과정에서 진공펌프의 오일증기(oil vapor)로 인한 오염도 일어날 수 있으므로 이를 방지하여야 한다. 이를 위해서 캐니스터를 구성하는 모든 장치는 고순도 용매로서 세정하고 가열처리한 후에 사용하여야 하며, 기체의 주입과 배기 중간에 질소 트랩(trap)을 사용하여 주입기체에서 들어갈 수 있는 탄화수소 불순물을 제거하고, 배기 시에는 펌프의 오일 등 역류(back stream)에 의한 오염을 막아야 한다. 만일, 고농도의 휘발성유기화합물이 용기에 주입되어 기체의 주입, 배기만으로 세정이 불가능할 경우에는 용기를 캐니스터 전용세척장치에 넣고 가열하여 세정하는 방법을 사용하여야 한다. 또한, 세정이 된 캐니스터는 분석시스템에 연결하여 제대로 세정이 되었는지 바탕시험을 통하여 확인하여야 한다.

3.1.3 시료채취주머니를 이용한 시료채취장치

3.1.3.1 시료흡인펌프

흡인유량이 1~10 L/분으로 취기흡착성이 낮은 판막식펌프(테프론재질)로 된 것을 사용한다.

3.1.3.2 시료채취주머니

취기성분이 흡착, 투과 또는 상호반응에 의해 변질되지 않는 것으로서 재질은 테프론(Teflon), 테트라(Tedlar), 폴리에스테르(Polyester)로서 이보다 취기흡착성이 낮은 것으로서 내용적이 3~20 L 정도의 것으로 한다.

3.2 측정장치

3.2.1 저온농축장치

저온농축장치는 고체흡착관을 고온열탈착할 수 있는 장치나 캐니스터에서 시료를 흡인 할 수 있는 구조 이어야 한다. 고체흡착관의 탈착 온도는 350 °C 까지 가열하면서 이동상 가스를 흘려 흡착된 시료를 열탈착 할 수 있어야 한다. 캐니스터의 시료흡인 유속은 10~500 mL의 유속으로 저온농축관으로 흡인할 수 있어야 하며 캐니스터(6L용량)의 시료흡인량을 2 L까지 흡인할 수 있어야 한다. 저온농축관에 유리비드(Glass Bead)장치한 경우 시료의 저온농축을 위하여 냉매²³⁾를 사용하여 -180 °C 온도 이하로 유지할 수 있어야 한다. 저온농축관에 고체흡착제(예 ; Tenax)를 사용할 경우 -10 °C이하의 온도를 유지(전기냉각방법 혹은 냉매)하여 저온농축 할 수 있어야 한다.

3.2.1.1 저온농축관누출확인

각 흡착관은 분석하기 전에 누출시험을 실시한다. 흡착관이 부착된 열 탈착 장치와 연

23) 액체질소, 액체산소, 액체알곤을 사용 할수 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 주의의 하여야 한다.

결된 GC의 주입구를 막고, 운반기체를 모든 유로에 일정 압력으로 흘렸을 때, 일정시간 압력이 유지되는지를 확인한다. 만약, 누출이 확인되면 장치를 정지한다.

3.2.1.2 퍼지용 기체(Purge Gas)

흡착관을 열 탈착하기 전에 운반기체를 사용하여 실내공기온도에서 흡착 관과 각 시료가 흐르는 유로를 퍼지 시킨다. 이러한 것은 시료를 건조시켜주고 분석대상물질과 흡착제의 산화를 방지하여 분석결과의 신뢰성을 높여주고 분석 컬럼의 수명을 연장시켜준다. 퍼지용 기체는 99.999 %이상의 순도를 지닌 비활성기체를 사용한다.

3.2.1.3 시료분할(Splitting)

측정결과 시료의 농도가 검량선의 범위를 초과할 경우와 수분의 간섭으로 인한 컬럼과 검출기의 피해를 최소화하기 위해 분할(Splitting)주입을 실시할 수 있다. 이 경우에는 보통 10 : 1 정도 분할하는 것이 적당 하다.

3.2.1.4 시료의 탈착(Desorb)

시료를 채취한 고체흡착관은 오염되지 않은 장갑을 사용하여 마개를 제거한 후, 열탈착 장치에 장착한다. 이때, 흡착관의 수분을 제거하기 위해서 흡착관을 시료채취 반대 방향으로 연결하여 탈착시킨다. 그런 다음 흡착관을 흡착제의 종류에 따른 운반기체 유량과 가열온도를 설정하여 시료가 완전히 이송될 수 있도록 탈착하고, 탈착된 시료는 설정된 온도이하의 저온농축관으로 이송된다. 저온농축관으로 이송된 시료를 다시 가열탈착(thermal desorb)한다. 열탈착시료를 GC컬럼으로 주입할 때 시료를 적당히 분할(split)하여 주입할 수 있다. 분리 컬럼의 유량을 조정하고 기체크로마토그래피로 이송한다. 저온농축 및 열 탈착 시 온도설정 조건은 사용하는 흡착제나 분석대상물질에 따라서 최적으로 조건으로 설정하여 사용한다..

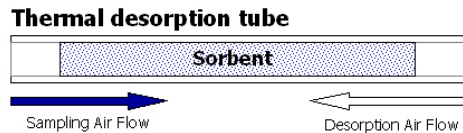


그림 2. 고체흡착관의 시료채취방향과 열탈착방향

3.2.1.5 수분제거장치

캐니스터로 채취시료를 저온농축 할 경우 수분제거장치(Nafion Dryer)를 사용하여 시료 중의 수분을 제거하는 장치를 사용할 수 있어야 한다.

3.2.2 컬럼(column)

비극성컬럼으로 유리, 실리카 재질로 된 관의 내벽에 고정상이 결합된 컬럼을 사용하며,

컬럼의 길이는 충분한 분해능을 갖기 위해 일반적으로 30~60 m길이의 내경은 0.25~0.53 mm 인 것을 사용할 수 있다.

3.2.3 검출기(detector)

스타이렌의 분석검출기는 불꽃이온화검출기(FID),질량분석계(mass)를 사용한다. 질량 분석계의 조건은 스캔모드(Scan mode)에서 ppb 수준의 대상물질에 대한 확인과 분석이 가능하며, 선택이온모드에서는 이보다 높은 감도로도 분석이 가능하다.

3.2.4 운반기체(carrier gas)

기체크로마토그래프의 이동상으로 기체크로마토그래피로 주입된 시료를 컬럼과 질량 분석계로 옮겨주는 역할을 하며, 비활성의 건조하고 순수한(99.999 %이상) 질소 혹은 헬륨을 사용한다.

3.2.5 SPME(Solid Phase micro Extractor)

SPME장치는 일정한 두께로 흡착 코팅한 파이버와 일반적인 주사기를 변형한 모양으로 되어야 한다. SPME 파이버는 carboxen/polydimethylsiloxane (CAR/PDMS)이 75 ~ 85 μm으로 입혀진 파이버를 사용한다. 파이버는 사용전에 GC 주입구에서 250 °C에서 1 시간 가열하여 안정화(conditioning)을 한 후 사용한다.

4. 시약 및 표준용액

4.1 고체흡착관

고체흡착관은 수분의 영향을 받지 않으며, 스타이렌을 잘 흡착할 수 있는 흡착제(Tenax TA, Carbotrap 300 등 동등 이상 의 흡착성능을 가진 것)를 사용한다.

4.2 스타이렌 표준물질

표준물질은 소급성 명시된 가스상 ppm(umole/mole)농도의 인증표준물질을 구입하여 nmole/mole(ppb)농도로 희석하여 사용한다. ppm 농도를 ppb 농도로 희석장치(diluter)를 사용하여 제조한다. 최초농도가 ppb 농도의 표준가스를 사용할 수도 있다.

5. 시료채취 및 관리

시료채취지점은 배출지점에서 측정하지 않는 한 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.

5.1 고체흡착관을 이용한 시료채취방법

고체흡착관 뒤에 유량계를 장착시키고 흡인펌프를 작동시킨 후, 유량을 150~200 mL/분으로 시료가스의 양이 약 1 L 이상 되도록 짧은 시간에 채취한다. 총 시료 채취량의 확인은 적산 유량계를 이용하고 유량의 안정성을 파악하기 위해 시료채취 전후의 유량을 비교하여 10 %이내인가를 확인한다. 만약 채취 후 1 시간 이내에 분석하지 못할 경우, 흡착관의 마개를 닫고 알루미늄호일 등으로 밀봉한 후, 분석 시까지 4 °C 냉장 보관하여야 한다. 시료채취와 기기분석이 완료된 고체흡착관은 흡착제의 종류별로 250~320 °C의 범위에서 30~60분 고온 열세척(Thermal Cleaning)을 하여 사용한다.

5.2 캐니스터를 이용한 시료 채취방법

시료채취에 사용되는 캐니스터는 정제시스템에 의하여 정제된 후 사용되어야 한다. 시료를 채취하기 위해 캐니스터 내부의 압력은 고진공(0.05 mmHg)을 유지된 상태이어야 한다. 현장에서의 시료채취는 시료의 주입부분에 입자상물질의 제거를 위해 유리 재질의 필터를 사용 할 수 있다. 시료의 채취방법은 순간 채취(Grav Sampling)로 채취하고자 하는 지점에서 캐니스터의 시료주입밸브를 열어 순간적으로 시료가 캐니스터의 음압에 의해 채취 되도록 한다. 캐니스터 내부용적(최소 6L이상) 이상의 많은 양을 채취하길 원하거나, 정압(Positive Pressure)으로 시료기체를 분석기에 주입하기를 원하는 경우에는 시료 채취장치에 펌프(Air Pump)를 부착하여 2 기압 정도의 압력으로 용기에 충전하여 2 배 용량의 시료 채취를 할 수도 있다.

5.3 시료채취주머니를 이용한 시료채취방법

시료채취주머니에 관막식펌프로 시료공기를 1~10 L/분의 유량으로 5 분 이내 시료 채취가 이루어지도록 한다.

6. 정도관리(QA/QC)

6.1 분석기기의 설치조건

6.1.1 설치장소

설치장소는 진동이 없고 분석에 사용되는 유해물질을 안전하게 처리할 수 있으며 부식 기체나 먼지가 적고, 실온 5~35 °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 Ω이하의 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 놓여지지 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 누출시험²⁴⁾을 하며 누출이 없음을 확인 한다.

6.2.3 시료의 준비

분석하는 시료를 분석방법에 규정된 방법에 의하여 준비한다.

6.3 분석결과와의 기재

24) 방식과 같은 누출감지기를 사용한다.

6.3.1 일반사항

6.3.1.1 시료채취일

6.3.1.2 시료채취자명

6.3.1.3 시료채취일

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 분석크로마토그램에서의 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 명기 한다.

6.5 내부정도관리방법

6.5.1 최소검출한계측정

최소검출한계(minimum detection limit, MDL)는 스타이렌의 검출한계를 결정하기 위해서는 검출한계에 다다를 것으로 생각되는 농도를 7번 반복 측정한 후 이 농도 값을 바탕으로 하여 얻은 표준편차에 3.14²⁵⁾를 곱한다. 스타이렌의 최소 검출한계는 1 ppb 이하 이어야 한다

6.5.2 분석정밀도 및 직선성

동일한 시간동안 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 100 ppb의 농도에서 10 %이내로 한다. 직선성은 대기 중 농도 10~100 ppb범위에서 $r^2 = 0.98$ 이상이어야 한다.

6.5.3 표준시료주입방법

6.5.3.1 저온농축장치의 표준시료주입방법

ppb 수준의 스타이렌 표준가스를 캐니스터나 시료채취주머니에 넣고 “7.1.1”시료주입 방법으로 주입 분석 한다.

6.5.3.2 SPME장치의 표준시료주입방법

ppb 수준의 스타이렌 표준가스를 시료채취주머니에 채우고 “7.2.2 채취시료의농축“, “7.2.3GC 분석“에 따라 주입 분석 한다.

6.5.5 정도관리 주기

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

6.3.4 정도관리 결과 보관

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

7. 분석절차

7.1 저온농축-기체크로마토그래피

7.1.1 시료주입

측정기의 각 부위를 점검하고 누출이 없는 가를 확인한 후 측정을 한다. 고체흡착관 으로부터 분석대상물질을 열탈착 하여 저온농축관으로 농축 한다. 이때 일반적으로 온도는 흡착제에 따라 200~350 ℃, 운반기체는 30~100 mL/분의 유량으로 5~15 분 동안 열 탈착한다. 캐니스터의 시료는 흡인펌프를 사용하여 저온농축관으로 약 400~1000 mL의 시료를 저온농축관에 농축한다. 저온농축관 전단부에 수분제거장치를 사용하여 시료중의 수분이 제거 될 수 있도록 한다.

7.1.2 저온농축

고체흡착관에서 고온열탈착된 시료나 캐니스터에서의 시료를 흡인하여 저온농축관에 농축한다. 저온농축관의 충전물질은 고체흡착제(예 : tenax)인 경우 -10 ℃이하, 유리 비드(Glass Bead)일 경우 냉매²⁶⁾를 사용하여 -180 ℃이하의 조건에서 저온농축 하여야

25) 7 반복분석에 대한 99% 신뢰구간에서의 자유도 값

한다.

7.1.3 2단 열탈착

저온농축관에 농축된 시료는 흡착제에 따라 250~500 ℃, 운반기체는 3~100 mL/분의 유량으로 1~15 분 내에 2 단 열탈착 시킨다. 저온농축관에서 2단 열탈착이 이루어지면 기체크로마토그래프를 작동한다.

7.1.4 기체크로마토그래피 분석

GC 분석칼럼에 주입된 시료는 온도 설정조건을 이용하여 GC 분석이 이루어지게 한다. GC/FID를 사용하거나 검출기가 질량분석기인 경우 scan mode를 사용하여 성분의 구조와 GC 머무름 시간을 확인한다. 또한 분석성분의 구조는 MS library 스펙트럼과의 비교 및 표준시료의 스펙트럼과의 머무름 시간 비교를 통하여 확인한다.

스타이렌의 선택이온을 선정하여 EI(extracted ion) 스펙트럼으로부터 정량분석을 수행하거나, 처음부터 선택이온을 정하여 SIM(selected ion monitoring) mode에서 정량분석을 수행한다.

표 1. 저온농축장치 및 기체크로마토그래피/질량분석계 분석조건(예)

저온농축장치	
구 분	조 건
고체흡착관탈착온도.	250 ℃
탈착시간	5 분
저온농축온도.	-30 ℃
저온농축관 탈착유량	25 mL/분
저온농축관 탈착온도	250 ℃
저온농축관 탈착시간	2 분
저온농축관 충전제	Tenax TA
GC로의 이송관온도.	200℃
GC/MSD	
컬럼	SPB-1,- 624, VOCOL(60m × 0.32 mm × 1µm)
컬럼유량	1~2 ml/분
오븐온도	40 ℃ (4 분) → 10 ℃/분 → 250 ℃
MS온도(Ion source)	190 ℃
이송관온도(Transfer line)	200 ℃
질량범위	35~350 amu
분석모드	EI (Electron ionization) mode

26) 액체질소, 액체알곤, 액체산소를 사용할 수 있으며 액체질소를 사용할 경우 솔레노이드밸브가 장치되어 일정온도를 유지할 수 있어야 한다. 또한 액체산소를 사용할 경우 화재의 가능성이 있으므로 주의하여야 한다.

7.1.5 검량선의 작성

정도관리 “6.5.3” 표준시료 주입방법에 따라 표준시료(예 : 1 ppm)를 실제시료의 농도 범위(예 : 1~100 ppb)에 맞게 희석하여 농도별 표준시료를 제조한다. 농도별 표준시료를 일정량 흡착관에 채취하거나 캐니스터에 제조하여 실제시료와 동일한 조건에서 분석한다. 각 측정대상물질에 따라 흡착관에 채취된 양을 질량(ng)으로 환산한 후 피크 면적에 대한 검량선을 작성하여 검량식을 구한다.

7.1.6 농도의 계산

표준시료 검량식에서 스타이렌 면적값의 농도(ng)를 구하고 다음 식에 의해 대기 중 (표준상태 : 25 ℃, 1기압) 스타이렌의 농도를 구한다.

$$C = \frac{m}{V_s} \times \frac{24.46}{M} \quad (\text{식 1})$$

여기서,

- C : 대기 중 스타이렌의 농도 (µmole/mole)
- m : 검량선에 의해 계산된 스타이렌의 양 (ng)
- V_s : 표준상태 환산한 대기시료의 양 (L)
- M : 스타이렌의 분자량 (g/mole)

$$V_s = Q \times t \times \frac{298}{273 + T} \times \frac{P}{760} \quad (\text{식 2})$$

여기서,

- V_s : 표준상태로 환산한 대기시료의 양 (L)
- Q : 시료농축시 시료의 흡입속도 (L/분)
- t : 채취된 시료의 농축시간 (분)
- T : 시료농축 시 온도 (℃)
- P : 시료농축 시 압력 (mmHg)

7.1.7 결과의 표시

기체크로마토그래피 측정결과는 ppm 단위의 소수점 셋째 자리까지 유효자리수를 표기하고 결과 표시는 소수점 2째 자리로 표기 한다

7.2 SPME-기체크로마토그래피

7.2.1 측정원리

이 방법은 시료채취주머니에 채취된 스타이렌을 SPME를 이용하여 농축하고, 모세관 칼럼GC에 주입하여 분석함으로써 공기 중 스타이렌을 분석하는 방법이다. 고체상 미량

추출법(solid phase micro-extraction, SPME)은 용매를 사용하지 않는 추출방법이다. 용융 실리카파이버(fused silica fiber)에 코팅된 고분자물질에 분석성분을 흡착농축한 후, GC에서 탈착하여 목표성분을 분리, 분석한다.

7.2.2 채취시료의 농축

제조된 표준가스 및 분석용 시료가 담긴 시료채취주머니에 장착된 septum에 SPME의 바늘(needle)를 넣어 SPME 파이버를 정해진 시간(예:15분)동안 시료에 노출시켜 시료 채취주머니내의 시료를 흡착·농축시킨다. SPME의 시료노출시간이 평형상태에 도달하지 않는 경우에는 시료농축의 재현성을 사전검토한 후에 사용하도록 한다.

7.2.3 기체크로마토그래피분석

시료가 농축된 SPME 파이버를 시료채취주머니에서 꺼내고, 이를 250 ℃로 가열된 GC 주입구에서 주입한다. GC에서 3 분간 탈착시켜 GC/FID 또는 GC/MS 분석이 이루어지게 한다.

7.2.4 농도의 계산

“7.1.6 농도의 계산” 참조

7.2.5 결과의 표시

“7.1.7 결과의 표시” 참조

The logo for TAESUNG features a stylized circular emblem composed of a light blue upper half and a light green lower half, with a white crescent shape at the bottom. Below this emblem, the word "TAESUNG" is written in a bold, grey, sans-serif font.

TAESUNG