

배출가스 중 이황화탄소 -

2021

기체크로마토그래피

(Carbon Disulfide in Flue Gas - Gas Chromatography)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 화학반응 등에 따라 굴뚝으로부터 배출되는 기체 중의 이황화탄소를 분석하는 방법에 관하여 규정한다. 불꽃광도검출기 (flame photometric detector) 혹은 이와 동등 이상의 성능을 갖는 황화물 선택성 검출기[1]나 질량분석기[2]를 구비한 기체크로마토그래프를 사용하여 정량한다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 이황화탄소 농도 0.5 ppm 이상의 배출 분석에 적합하다.[3] 배출가스 중에 포함된 황화합물의 대부분이 이황화탄소이어서 전 (total) 황화물로 측정해도 지장이 없는 경우에는 분리관을 생략한 불꽃광도 검출방식 연속분석계를 사용해도 좋다. 이황화탄소의 방법검출한계는 0.1 ppm이다.

[1] 예를 들면 펄스 불꽃광도검출기 (pulsed flame photometric detector), 황 발광검출기 (sulfur chemiluminescence detector), 원자발광검출기(atomic emission detector)와 같은 황화물 선택적 검출기의 사용이 가능하다. 이황화탄소는 불꽃이온화검출기 (FID)에 의해서도 검출이 가능하나, 다른 탄화수소화합물과 동시에 검출이 되어 기체크로마토그래프에서 분리가 어려운 문제가 있으므로 불꽃광도검출기에 의해서 분석할 경우에는 질량분석기로 이황화탄소 성분이 완전히 분리되었는지를 확인 후 분석을 수행하여야 한다.

[2] 질량분석기를 이용한 시험법은 “ES 01510.1 배출가스 중 벤젠, 이황화탄소, 사염화탄소, 클로로폼, 염화바이닐 동시측정법” 참조

[3] GC-FPD의 경우에는 10.0 ppm 농도 이하의 범위에서 측정을 하여야 하며, 고농도 시료는 희석하여 10.0 ppm 농도 범위에서 분석하여야 한다.

1.3 간섭물질

1.3.1 수분에 의한 간섭

기체크로마토그래프법으로 분석 시 대기 중 시료는 항상 수분을 포함하고 있으므로 상대 습도가 높은 경우에는 시료의 농축과정 전에 수분을 제거하여 수분으로 인한 농축과정의 영향을 최소화 하여야 한다. 수분에 의한 영향은 채취관 (probe), 연결부위 등의 가열을 통하여 제거할 수 있으며 대개 sample line을 가열을 통해 제거할 수 있다.

1.3.2 일산화탄소와 이산화탄소에 의한 간섭

일산화탄소 (CO)와 이산화탄소 (CO₂)는 불꽃광도검출기 (FPD) 감도 감소에 상당한 영향을 준다. 그러므로 GC/FPD 분석 시 이황화탄소 (CS₂)가 일산화탄소 (CO)와 이산화탄소 (CO₂)로부터 완전히 분리된 조건에서 분석이 되어야 한다.[4] 분리가 어려운 경우에는 GC/MS로서 MS의 선택적 검출에 의해서 이황화탄소 (CS₂)를 분석하여야 한다.

1.3.3 이산화황 (SO₂)에 의한 간섭

이산화황 (SO₂)은 특정 간섭 물질이 아니나 다른 화합물에 비해 많은 영향을 미친다. 그러므로 이산화황 스크리버를 사용하여 시료에서 이산화황을 제거한 후 GC/FPD 분석을 하거나, 기체크로마토그래프 컬럼에서 이산화황과 이황화탄소가 충분히 분리된 조건에서 분석을 하여야 한다. 분리가 어려운 경우에는 기체크로마토그래프/질량분석기로서 선택적 검출에 의해서 이황화탄소를 분석하여야 한다.

1.3.4 황 원소에 의한 간섭

시료채취 과정에서의 가스상 황이 많은 경우에는 응축으로 인하여 여과재가 막힐 수 있으므로, 여과재를 주기적으로 관리하고 적시에 교체하여야 한다.

1.3.5 알칼리미스트에 의한 간섭

[4] 분리 여부는 이황화탄소 표준기체를 주입하여 확인한다.

몇몇 제어장치에서 배출되는 알칼리미스트 (alkali mist)는 이산화황 스크러버에서 pH 상승을 유발하여 낮은 시료 회수율을 초래한다. 매 분석마다 이산화황 스크러버를 교체한다면 이러한 영향을 줄일 수 있을 것이다.

2.0 용어정의

2.1 교정편차

중간농도의 교정기체 주입 전후에 측정기가 반응하는 정도의 차이로 운전기간 동안에는 점검, 수리 또는 교정이 없는 상태이어야 한다.

2.2 교정기체

공인기관의 보정치가 제시되어 있는 표준기체

2.3 퍼지

시료채취관에 축적된 입자상 물질을 제거하기 위하여 압축된 공기가 시료채취관의 안에서 밖으로 불어내어지는 동안 몇몇 시료채취형 시스템에 의해 주기적으로 수행되는 절차

2.4 반응시간

오염물질농도의 단계변화에 따라 최종 값의 90 %에 도달하는 시간으로 한다.

3.0 분석기기 및 기구

3.1 시료채취장치

3.1.1 채취관

채취관은 테플론이나 테플론으로 내부가 처리된 스테인리스강관을 사용한다.[5] 채취관은 시료 주입구와 가까운 지점에서 교정기체를 유입할 수 있도록 설계되어야 한다. 굴뚝 기체와 접하는 채취관의 모든 부분은 수분 응축을 막기 위하여 반드시 가열해야 하며 노즐의 위치는 미립자나 미스트가 포함된 배출가스의 흐름에 직접 접촉을 피하여야 할 것이다.

3.1.2 이산화황 스크러버[6]

300 mL 테플론 임핀저 3 개를 연결하여 구성한다. 처음 두 개의 임핀저는 100 mL의 시트르산염버퍼를 넣고 세 번째 임핀저에는 아무것도 넣지 않고 건조한 상태로 둔다. 용액에 삽입하는 튜브의 끝부분은 직경 3 mm를 넘지 않도록 하며 적어도 50 mm의 깊이로 담가야 한다. 0 °C의 물이 담긴 용기에 임핀저를 담근다. 스크러버 용액의 교체주기는 용액의 pH 변화정도에 따라 설정한다. 채취관, 여과지, 이산화황 스크러버의 연결 부분은 테플론 재질을 사용하여 최대한 짧게 만들어야 한다. 이산화황 스크러버 이전의 모든 채취관과 여과필터, 연결부분은 최소 120 °C로 유지하여야 한다.

3.1.3 시료채취 연결관

시료채취 연결관은 직경이 13 mm를 넘지 않는 테플론 재질을 사용한다.

3.1.4 밸브

테플론, 유리 및 석영재질로 윤활유 (sealing grease)를 사용하지 않고 기체의 누출이 없는 구조이어야 한다.

3.1.5 시료채취 펌프

시료채취 펌프는 격막펌프 (diaphragm pump)[7]를 사용한다.

[5] 매우 높은 온도의 굴뚝에서는 테플론 재질의 채취관 대신 유리나 석영으로 코팅된 채취관을 사용하여야 한다.

[6] 이황화탄소 분석농도 10 배 이상의 이산화황이 존재할 시에는 이산화황 스크러버를 설치해야 한다.

[7] 산 알카리의 부식성이 큰 시료인 경우에는 테플론 코팅된 펌프를 사용할 수 있다.

3.1.6 시료채취 주머니

(2 ~ 10) L 정도의 부피의 반응성이 없는 재질로^[8] 만들어진 것으로 채취박스 내에 설치한다. 시료채취 주머니는 새 것을 사용하는 것을 원칙으로 하되 만일 재사용 시에는 제로기체와 동등이상의 순도를 가진 질소나 헬륨기체를 채운 후 24 시간 혹은 그 이상동안 놓아둔 후 퍼지 (purge)시키는 조작을 반복하고, 시료채취 주머니 내부의 기체를 기체크로마토그래프를 이용하여 사용 전에 오염여부를 확인하고 오염되지 않은 것을 사용한다.

3.1.7 흡입용 기밀용기

흡입용 기밀용기는 (2 ~ 10) L 시료채취 주머니를 담을 수 있어야 하며, 단단한 재질의 용기가 완전 진공이 되도록 밀폐된 구조의 것을 사용하여야 한다. 또한 햇빛을 차단하도록 표면처리 되어 있는 것을 사용한다.

3.2 분석장비

3.2.1 기체크로마토그래프

기체크로마토그래프는 불꽃광도검출기 (FPD), 펄스 불꽃광도검출기 (PFPD), 혹은 질량분석기 (MS)가 장착된 것을 사용한다. 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 질소 또는 순도 99.999 % 이상의 헬륨을 사용하며, 연료기체 수소와 산소는 99.999 % 이상의 순도를 가져야 하고, 이황화탄소를 포함하지 않아야 한다. 컬럼은 이황화탄소를 방해 성분으로부터 충분히 분리할 수 있는 것을 사용하여야 한다.^[9]

4.0 시약 및 표준물질

4.1 정량용 기체 표준물질

[8] 플루오로수지제 또는 폴리에스테르계 수지제이며, 필름의 두께는 50 μm 정도인 것을 사용한다.

[9] 컬럼은 CP Sil 5 50 m \times 0.53 mm \times 5 μm 혹은 동등하거나 보다 분리능이 좋은 컬럼을 사용한다.

시료 중 이황화탄소 측정에 사용하는 가스상 표준물질은 소금성이 명시된 가스상 ppm ($\mu\text{mol/mol}$) 농도의 인증표준물질을 구입하여 사용한다.

4.2 시트르산버퍼

시트르산포타슘 ($\text{HOC}(\text{COOK})\text{CH}_2\text{COOK})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, potassium citrate, 분자량 324.41) 300 g과 무수시트르산 ($\text{HOC}(\text{COOH})(\text{CH}_2\text{COOH})_2$, citric acid anhydrous, 분자량 192.12) 41 g을 1 L의 정제수에 녹인다. 시트르산포타슘 대신 시트르산소듐 ($\text{HOC}(\text{COONa})(\text{CH}_2\text{COONa})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, sodium citrate, 분자량 294.10) 284 g을 사용해도 된다. 시트르산포타슘이나 시트르산은 pH를 5.4 에서 5.6 사이로 유지하기 위하여 필요하다.

5.0 시료채취 및 관리

시료채취의 자세한 것은 ES 01114 배출가스 중 굴뚝 배출 시료채취방법을 따른다. 시료채취 시 채취관, 도관 등에는 경질유리, 테플론관 등을 사용한다.

그림 1과 같이 시료채취 장치를 구성하고, 시료채취 주머니와 채취관의 모든 부분을 빈틈없이 조인다.

5.1 시료를 채취하기 전에 변환 콕을 바이패스 쪽으로 돌린 후, 흡입 펌프를 작동시켜서 가열한 시료가스 채취관으로부터 변환 콕까지의 배관 안을 시료가스로 충분히 치환한다.

5.2 변환 콕을 시료채취 주머니 쪽으로 돌리고, 콕을 열고 변환 콕을 흡입용 기밀용기 쪽으로 돌려서 시료채취 주머니 안에 시료가스를 채취한다. 이 때, 채취관은 굴뚝의 중심에 위치한다.

5.3 시료채취를 완료하면 변환 콕을 바이패스 쪽으로 돌리고 콕을 닫는다. 흡입 펌프 (L)를 정지시킨다.

5.4 시료채취용 도관 및 흡입용 도관을 시료가스 채취 장치에서 분리한다.

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 Ω 이하의 접지점이 있는 것이어야 한다.

6.2 분석 전 준비

6.2.1 장치의 고정설치 여부를 확인

6.2.1.1 분석 장치를 설치하고 기체류의 배관을 한 다음, 기체의 누출이 없는가를 확인한다. 이때 기체통은 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 누출시험

모든 화합물과 시료채취선과 연결부위의 상태를 확인하기 위하여 누출시험이 필요하다. 샘플펌프 상단을 흐르는 시료의 누출을 확인하기 위하여 시료채취선의 끝부분의 채취관에 압력계나 진공계를 부착한 후 펌프를 가동하여 50 mmHg (약 0.97 psi)보다 크게 진공을 유지한 후 펌프 배출구를 막고 1 분 동안 누출이 없는지 확인한다. 펌프를 지난 시료의 누출 확인은 펌프에 약간의 양압을 걸어놓은 상태에서 누출 측정용 비누거품을 연결 부위에 묻혀 거품의 생성 유무로 누출을 확인한다.

6.2.3 컬럼의 부착 및 기체 누출시험

분석방법에 규정된 방법에 따라 제조된 컬럼을 장치에 부착한 후, 운반기체의 압력을

사용압력 이상으로 올리고, 컬럼 등의 접속부에 누출시험[10]을 하며 누출이 없음을 확인 한다.

6.2.4 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 시료채취방법

6.3.2 분석조건

6.3.2.1 전처리장비

전처리 방식, 온도설정, 유로구성을 기재한다.

6.3.2.2 시료주입장치

시료주입장치의 종류와 특성을 명기한다.

6.3.2.3 시료 및 표준물질 주입량 및 주입방법

6.3.2.4 GC 분석조건을 명기: 컬럼 종류 및 제원, 오븐의 조건, 유속, 유량, 검출기의 종류, split 조건

[10] 열전도도 방식과 같은 누출감지기를 사용한다.

6.3.2.5 검출기 조건 및 검출방식

6.3.3 분석결과

6.3.3.1 성분의 확인방법으로 표준물질 및 시료의 크로마토그램에서 각 봉우리의 머무름 시간과 분리정도를 나타낸다.

6.3.3.2 표준물질 및 시료의 정량결과를 나타낸다. 표준물질 및 시료의 분석크로마토그램에서의 봉우리 적분 결과와 표준물질의 검정곡선 결과를 나타낸다.

6.3.3.3 시료의 측정결과와 검정 곡선에 따른 시료의 측정농도의 결과를 나타낸다.

6.3.3.4 표준물질의 종류, 순도와 혼합물일 경우에는 농도범위 및 제조방법을 명기한다.

6.4 내부정도관리방법

6.4.1 방법검출한계 및 정량한계 측정

각 실험실의 정량하한과 비슷한 농도의 분석대상 표준물질을 첨가한 시료를 7개 준비하여 각 시료를 7.0의 분석절차와 동일하게 전처리 및 분석한다. 방법검출한계 (MDL, method detection limit)는 얻어진 측정값들의 표준편차에 3.14를 곱한 값이고 정량한계 (MQL, minimum quantitation limit)는 얻어진 측정값들의 표준편차에 10을 곱한 값으로 산출한다. 측정한 방법검출한계는 시험방법에서 제시한 값 이하이어야 한다.

6.4.2 실험실의 정밀도 및 정확도

실험실의 정확도 (accuracy) 및 정밀도 (precision) 시험은 해당실험실이 본 시험방법을 수행할 능력이 있는지를 검증하기 위해 실시한다. 유사한 매질의 인증표준물질 (CRM, certified reference material)를 이용하여 4개 이상의 동일한 농도를 가진 시료를 준비하여 7.0 과 동일한 절차로 전처리 및 분석하여 측정값 및 머무름 시간 (retention time)들의 평균값과 표준편차를 구한다. 정확도는 첨가한 표준물질의 농도 또는 인증표준물질의 인증값에 대한 측정 평균값의 상대백분율 또는 회수율로서 나타

내며, 정밀도는 측정값의 % 상대표준편차 (% RSD)로 산출한다.

$$\text{정확도 (\%)} = \frac{\bar{x}}{X_i} \times 100 \quad (\text{식 1})$$

$$\text{정밀도 (\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (\text{식 2})$$

여기서, s : 표준편차

X_i : 알고 있는 농도

\bar{x} : 측정 평균값

이와 같이 측정했을 때 정밀도는 10 % 이내, 정확도는 (75 ~ 125) % 이내이어야 한다. 또한 전처리를 제외한 분석과정에서의 정확도는 정확한 농도를 알고 있는 표준가스를 4 회 이상 분석하여, 동일한 방법으로 산출할 수 있다.

6.4.3 검정곡선의 작성 및 검증

정량범위 내에서 바탕시료를 포함하여 4 개 이상의 농도에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수 (R^2)가 0.98 이상 또는 감응인자의 상대표준편차가 20 % 이내이어야 하며 감응계수나 감응인자의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 재작성 하도록 한다. 시료분석 과정 중, 검정곡선의 직선성을 검증하기 위하여 각 시료군마다 1 회의 검정곡선 검증을 실시하는 것이 바람직하다. 검증은 방법검출한계의 (5 ~ 50) 배 또는 검정곡선의 중간 농도에 해당하는 표준가스에 대한 측정값이 검정곡선 작성 시의 값과 10 % 이내에서 일치하여야 한다. 만약 이 범위를 넘는 경우, 검정곡선을 재 작성하여야 한다. 이 때 검정곡선 작성용 표준가스는 제조한 표준물질과는 다른 회사의 표준물질을 사용하여 조제하는 것이 바람직하다.

6.4.4 방법바탕시료의 측정

시료군마다 1 개의 방법바탕시료 (method blank)^[11]를 측정한다. 방법바탕시료는 실제 시료와 동일한 방법으로 전처리 · 분석되어야 하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야

[11] 방법 바탕시료는 고순도 질소를 직접 사용하거나 고순도 질소가 담긴 캐니스터를 사용할 수 있다.

한다.

6.4.5 내부정도관리 주기

내부정도관리 주기는 방법검출한계, 정밀도와 정확도의 측정은 연 1 회 이상 측정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 변경, 분석 장비의 수리나 이동 등 주요 변동사항이 발생한 경우에는 수시로 실시한다. 검정곡선의 검증 및 방법바탕시료의 측정은 시료군당 1 회 실시하여야 한다.

6.4.6 정도관리 결과 보관

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

7.0 분석절차[12]

7.1 전처리 "내용 없음"

7.2 측정법

7.2.1 분석조건의 설정[13]

기체크로마토그래프를 적정 분석조건으로 설정하고 정상상태를 유지한다. 특히 검출기의 바탕선이 안정화 될 때 까지 안정화시키고 분석을 시작한다. 그 한 예를 다음에 기술한다.

[12] 각 실험실은 시험방법에 해당되는 표준작업절차서 (SOP)을 만들어 이에 따라 시험을 수행하여야 한다. 표준작업절차서는 다음과 같은 내용을 담아야 한다. (1) 사용되는 시료채취장치와 측정기의 관리 및 작동, 교정, 누출검사 (leak check) (2) 샘플의 준비, 저장, 운반, 그리고 취급 (3) 사용되는 장비 및 분석시스템의 조립 (4) 캐니스터 혹은 시료채취주머니의 저장과 세척 (5) 사용되는 컴퓨터 하드웨어와 소프트웨어 사용법과 측정자료의 기록과 관리. 시험과정의 상세한 단계별 설명은 SOP에 의해 제공되어야 하고 작업을 수행하는 실험실원이 쉽게 이해하고 활용할 수 있어야 한다.

[13] 분석은 시료채취 후 3 일 이내에 수행되어야 한다.

표 1. 분석조건 예

분석기기	구성요소	분석조건
GC 6890/ FPD	밸브	루프 (loop) 주입
		대기 시간 0.5 min
		주입 시간 0.5 min
	주입장치	히터 (heater) 100 °C, 압력 5.6 psi
		유속 13 mL/min
	컬럼	split 유속 0.5 mL/min (split 비 1:1) CP-SIL 5(50 m × 0.53 mm × 5 µm)
	오븐	일정 유속 (He 5 mL/min) 40 °C(4 min) → 7 °C/min → 180 °C
	검출기	온도 250 °C H2 75 mL/min, Air 100 mL/min

7.2.2 바탕시험

분석을 함에 있어서는 분석 전 초고순도 질소 (99.999 9 %)를 사용하여 시료분석과 동일한 조건에서 GC 시스템의 오염을 확인한다.

7.2.3 검정곡선 작성

표준물질 (예: 10.0 ppm)을 실제시료의 농도범위 (예: (0.1 ~ 10.0) ppm)에 맞게 희석하여 농도별 표준물질을 제조한다. 농도별 표준물질을 시료채취 주머니에 제조하여 실제시료와 동일한 조건에서 분석한다.[14] FPD와 PFPD 검출기인 경우에는 검출기의 황성분에 대한 감도가 농도의 제공에 비례하므로 감도 (봉우리면적)에 제공근을 취하여 검정곡선을 작성한다.[15] 검정곡선 작성용 표준가스는 바탕시료를 제외하고 3 개 이상의 농도로 조제한다.

7.2.4 정량

[14] 분리관을 떼어 놓거나, 장치를 정지하거나 또는 조건을 변경했을 경우에는 새로운 검정곡선을 작성한다.

[15] 일부 분석기는 검출기의 감도에 제공근을 한 값을 바로 감도 (봉우리면적)로 출력한다.

$$I = a \times C^2 \text{ 으로부터 } \text{square-root } I = a \times C$$

이황화탄소의 검정곡선으로부터 시료의 이황화탄소 양을 정량한다. 검정곡선의 작성 및 시료 가스의 측정은 모두 같은 분석조건에서 수행한다.

7.2.5 계산

검정곡선으로부터 시료의 농도를 계산한다.

8.0 결과보고

8.1 농도의 계산

기체크로마토그래프에서 다음의 검정곡선을 구한다.

$$y = ax + b \quad (\text{식 } 3)$$

여기서, x : 표준가스의 농도 (ppm 또는 $\mu\text{mol/mol}$)

y : 표준가스의 크로마토그래프 감도

a : 검정곡선의 기울기

b : 검정곡선의 y절편

검정곡선식으로부터 이황화탄소의 농도 x_i (ppm)를 다음과 같이 산출한다.

$$x_i = \frac{(y_i - b)}{a} \quad (\text{식 } 4)$$

여기서, x_i = 이황화탄소의 농도 (ppm)

y_i = 검정곡선식으로부터 구한 농도 x_i 에서의 크로마토그래프의 감도

8.2 결과의 표시

측정결과는 ppm 단위의 소수점 둘째 자리까지 계산하고 소수점 첫째 자리로 표기한다.

9.0 참고자료

9.1 US EPA Method 15, Determination of hydrogen sulfide, carbonyl sulfide, and carbon disulfide emissions from stationary sources, United States Environmental Protection Agency, (2017)

9.2 JIS K 0091, Methods for determination of carbon disulfide in flue gas, Japanese industrial standards committee, (1998)

9.3 한국산업표준 (KS), KS I 2200, “연도가스의 오염물질 측정방법”, 산업표준심의회, (2014)

9.4 허귀석, “대기오염공정시험법 수정 및 보완(I) 최종보고서: 환경대기 중 유해 휘발성 유기화합물 시험방법(케니스터법),” 국립환경과학연구원, (2006)

9.5 악취공정시험기준 ES 09303.1a, “황화합물 - 저온농축 - 모세관 컬럼 - 기체크로마토그래피법”, 국립환경과학원, (2018)

10.0 부록

10.1 자동 기체크로마토그래프

배출가스 중의 이황화탄소 농도의 시간적 변화를 연속적으로 추적하기 위해 자동 기체크로마토그래프법을 이용할 수 있다. 자동 기체크로마토그래프법의 흐름도는 그림 2와 같다.

10.1.1 분석기기 및 기구

10.1.1.1 자동 시료 도입 기구

시료가스를 일정 내용의 시료 루프 (loop)에 채취하고, 변환밸브 (switching valve)를 열어 자동적으로 컬럼에 도입하는 용도로 사용한다.

10.1.1.2 예비 컬럼과 변환밸브를 이용한 고비점 성분의 분리

주컬럼 전에 예비 컬럼을 놓고 이황화탄소까지와 그 뒤에 분리되어 나오는 성분을 분리하여 이황화탄소를 주컬럼에 넣은 후, 예비 컬럼에 반대로 운반기체를 흐르게 하여 고비점 성분들의 불필요 성분을 예비 컬럼에서 빼내는 조작이 가능하도록 한다.

10.1.1.3 자동 작동

10.1.1.1과 10.1.1.2의 과정이 자동으로 연속해서 이루어지게 프로그램을 한다.

10.1.2 자동 기체크로마토그래프의 흐름도

10.1.2.1 시료 도입

시료가스는 루프로 흐른다.

10.1.2.2 시료 분리

시료가스는 캐리어 기체이며, 루프에서 방출되어 루프 → 예비 컬럼 → 주컬럼으로 흘러 분리된다.

10.1.2.3 고비점 성분의 분리

주컬럼에 들어간 성분은 불꽃 광도 검출기로 들어가 검출된다. 예비 컬럼에 남은 성분은 벽 플래시되어 저항관을 통해 배출된다. 시료가스는 다시 루프로 흐른다.

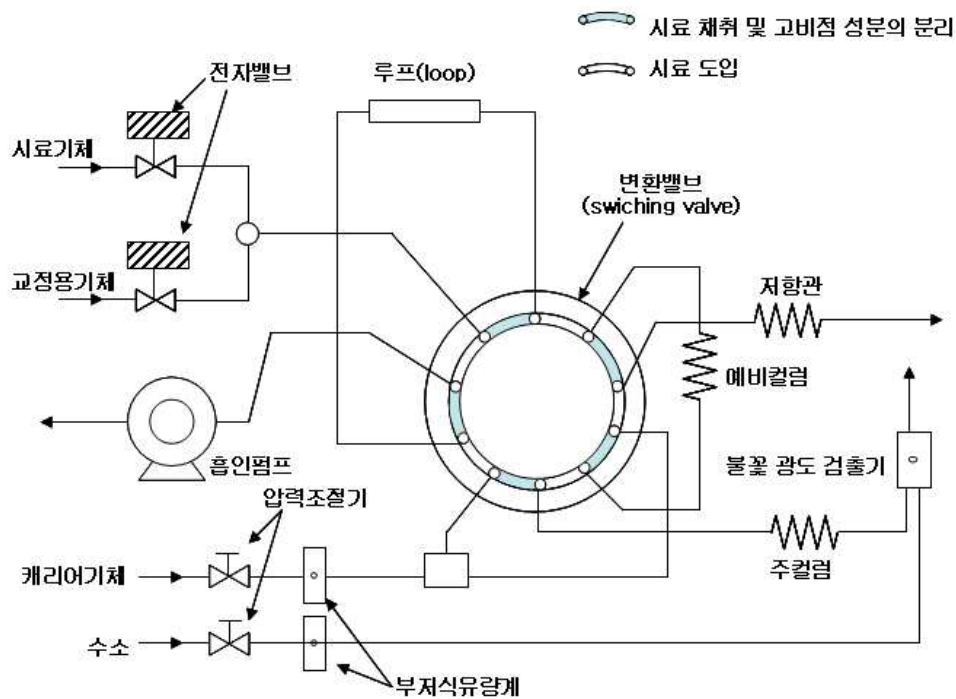


그림 2. 자동 기체크로마토그래프의 흐름도

10.2 시험기준 요약표

표 2. 시험기준 요약표

배출가스 중 이황화탄소 - 기체크로마토그래피 (Carbon Disulfide in Flue Gas - Gas Chromatography)	
분자식 및 특징: CS ₂ , 무색의 특수한 냄새가 있는 독성이 매우 강한 액체	
정량범위: 0.5 ppm 이상	
간섭물질: 수분, 일산화탄소, 이산화탄소, 이산화황 및 황 원소, 알칼리미스트	
시료채취	
방법: 시료채취 주머니법	
흡수액: 해당 없음	
흡입속도: 해당 없음	
표준채취량: (2 ~ 10) L	
이동: 해당 없음	
보관: 3 일	
분석용 시료용액: 해당 없음	
Blank: 초고순도 질소 (99.999 9% 이상)	
측정	
방법: 기체크로마토그래프법	
물질: Carbon disulfide (CS ₂)	
표준물질: 소급성이 명시된 가스상 인증표준물질	
검정곡선: 실제 시료 농도 범위 내	
컬럼: CP-SIL 5 또는 동등 이상의 컬럼	
검출기: 불꽃광도검출기 또는 펄스 불꽃광도검출기 또는 황 발광검출기 또는 원자발광검출기 또는 질량분석기	
정도관리	
주기: 연 1 회 이상	
방법검출한계: 0.1 ppm	
정밀도: 상대표준편차 ± 10 % 이내	
정확도: (75 ~ 125) %	
검정곡선: 결정계수가 0.98 이상 또는 감응인자의 상대표준편차가 20 % 이내	
방법바탕시료: 방법검출한계 이하	