

배출가스 중 염화수소 -

2021

이온크로마토그래피

(Hydrogen Chloride in Flue Gas - Ion Chromatography)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 연소 및 화학반응 등에 따라 굴뚝 등으로 배출되는 배출가스 중의 염화수소를 분석하는 방법에 대하여 규정한다. 배출가스에 포함된 가스상의 염화수소를 흡수액을 이용하여 채취한 후 이온크로마토그래프로 농도를 산정한다.

1.2 적용범위

이 시험법은 환원성 황화합물의 영향이 무시되는 경우에 적합하며 2 개의 연속된 흡수병에 흡수액 (정제수)을 각각 25 mL 담은 뒤 20 L 정도의 기체 시료를 채취한 다음, 이온크로마토그래프에 주입하여 얻은 크로마토그램을 이용하여 분석한다. 정량범위는 시료기체를 통과시킨 흡수액을 100 mL로 묽히고 분석용 시료용액으로 하는 경우 0.4 ppm ~ 7.9 ppm이다. 동일한 시료채취방법을 적용한 시료용액일지라도 농축 컬럼을 통과시킬 경우 앞에서 제시된 정량범위의 한계 값을 낮출 수 있다. 방법검출한계는 0.1 ppm이다.

[주 1] 위의 정량범위를 벗어난 고농도 배출가스에 대한 측정분석이 필요한 경우에는 흡수액 (정제수)을 각각 50 mL 담은 뒤 20 L 정도의 기체 시료를 채취한 흡수액을 250 mL로 묽히고 분석용 시료용액으로 한다. 이 경우에는 정량범위는 6.3 ppm ~ 160 ppm이며 방법검출한계는 2.0 ppm이다.

1.3 간섭물질

1.3.1 염화소듐 (NaCl), 염화암모늄 (NH₄Cl) 등 채취시약에 녹아 염화 이온을 발생시

킬 수 있는 입자상물질들이 측정에 영향을 줄 수 있다. 이들 물질의 영향이 의심될 경우 그림 1과 같이 시료채취관 전단에 여과지 (0.45 μm 또는 0.8 μm)를 사용하여 영향을 최소화한다.

1.3.2 이온크로마토그래프법은 환원성 황화물 등의 영향이 무시되는 경우에 적합하다.

2.0 용어정의 “내용 없음”

3.0 분석기기 및 기구

3.1 시설물

3.1.1 실험 폐수 보관 시설

3.1.2 흡 후드

분석 시 산성 및 유독성 시약 등을 다루기 위해 필요하다.

3.2 채취, 전처리, 보관 단계의 장비들

배출가스의 냉각과 시료의 보관을 위한 냉각 장치나 얼음을 준비한다.

3.2.1 굴뚝 시료기체 채취장치

흡입노즐, 흡입관, 여과지홀더와 이들 장치를 150 $^{\circ}\text{C}$ 정도까지 가열이 가능하고 흡수액관, 냉각장치, 펌프와 유량계측시스템을 구비한 장비를 이용한다.

3.2.2 펌프와 유량계측 시스템

유량계와 연결하여 1 L/min ~ 2 L/min의 수준으로 시료를 채취할 수 있는 흡입펌프를 사용한다. 이러한 유량 범위에서 유속을 측정할 수 있는 습식가스미터가 필요하다.

3.3 분석기기

3.3.1 정밀 용매펌프

용매를 정밀하게 1 mL/min ~ 2 mL/min 정도에서 압력의 변동이 없이 이송 가능한 펌프

3.3.2 시료 주입기

분석용 시료용액의 일정량을 재현성 있게 주입 가능한 자동장치 또는 시료 계량관 (10 μ L ~ 25 μ L의 일정량)에 1 μ L ~ 10 μ L 미세 주사기를 이용한 수동장치가 있다.

3.3.3 분리 컬럼

안지름 2 mm ~ 8 mm, 길이 30 mm ~ 300 mm의 불활성 합성수지제 또는 금속제의 관에 음이온 교환수지를 충전한다. 분석목적의 이온과 인접한 이온이 분리 가능하여야 한다.

3.3.4 전컬럼

농축, 예비분리, 이물질 제거를 위한 컬럼으로 필요에 따라 분리 컬럼 앞에 장착한다. 안지름 2 mm ~ 6 mm, 길이 5 mm ~ 50 mm의 불활성 합성수지제 또는 금속제 관에 분리 컬럼과 같은 종류의 음이온 교환수지를 충전한다.

3.3.5 억제기

용리액 중의 양이온을 수소이온으로 바꾸기 위한 기구로써 용리액 중의 양이온 농도에 대해 충분한 이온교환 용량을 갖는 양이온 교환 막으로 구성된 것 또는 동일한 성능이 있는 양이온 교환수지를 충전한다. 시판되는 이온크로마토그래프는 억제기와 분리 컬럼을 갖는 방식과 억제기를 갖지 않고 분리 컬럼만 갖는 단독방식이 있는데, 어떤 것을 사용해도 좋다. 또한 억제기에는 양이온 교환 막의 외측에 전극을 부착한 전기투석형 장치를 사용해도 좋다.

3.3.6 검출기

전기전도도검출기 (conductivity detector)의 경우 분리관에서 용출되는 각 이온 종을 직접 또는 억제기를 통과시켜 전기전도도계 셀 내의 고정된 전극사이에서 도입시키고 이때 흐르는 전류를 측정할 수 있는 것으로 0 μ S ~ 1 000 μ S 정도의 전도도 측정 범위와 0.1 μ S 이하의 분리능과 온도 보정장치를 갖춘 장치를 이용한다. 전기화학검출기 (electrochemical detector) 는 1 mA ~ 10 mA 사이의 전류를 측정 가능한 것으로 한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 채취시약

4.1.1.1 골뚝 시료기체 채취 시 필요한 분량의 얼음

4.1.1.2 입자상 물질제거에 필요한 여과지

4.1.1.3 건조제 (입자상 실리카겔 또는 염화칼슘)

4.1.1.4 정제수 (H_2O , 분자량: 18.016)

4.1.1.5 수산화소듐 ($NaOH$, 분자량: 40.00)

4.1.1.6 정제수 흡수액

4.1.6 항의 방법을 따른다.

4.1.1.7 수산화소듐 용액 (40 g/L, 50 mL 넣은 것)

우회관로 씻기용과 씻기에 사용할 목적의 용액으로, 수산화소듐 4 g을 정제수에 용해시켜 100 mL로 만든다.

4.1.1.8 염화소듐 (NaCl , 분자량: 58.44)

4.1.2 분석 시약: 억제기 (suppressor)가 있는 이온크로마토그래프 시약

4.1.2.1 탄산수소소듐 (NaHCO_3 , 분자량: 84.01)

4.1.2.2 탄산소듐 (무수, Na_2CO_3 , 분자량: 105.99)

4.1.2.3 황산 (H_2SO_4 , 분자량: 98.08)

4.1.3 분석 시약: 억제기 (suppressor)가 없는 이온크로마토그래프 시약

4.1.3.1 탄산수소소듐 (NaHCO_3 , 분자량: 84.01)

4.1.3.2 탄산소듐 (무수, Na_2CO_3 , 분자량: 105.99)

4.1.3.3 클리콘산포타슘 ($\text{C}_6\text{H}_{11}\text{KO}_7$, 분자량: 234.25)

4.1.3.4 4붕산소듐-10수화물 ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, 분자량: 381.37)

4.1.3.5 붕산 (H_3BO_3 , 분자량: 61.83)

4.1.3.6 아세토나이트릴 (CH_3CN , 분자량: 41.05)

4.1.3.7 클리세롤 ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$, 분자량: 92.09)

4.1.3.8 *p*-하이드록시안식향산 ($\text{HOC}_6\text{H}_4\text{COOH}$, 분자량: 138.12)

4.1.3.9 2-하이드록시에틸-하이드록시메틸-메테인 ($\text{C}_8\text{H}_{19}\text{NO}_5$, 분자량: 209.2)

4.1.3.10 2-아미노-2-하이드록시메틸-1,3-프로페인디올 ($\text{H}_2\text{NC}(\text{CH}_2\text{OH})_3$, 분자량: 121.14)

4.1.3.11 프탈산 ($C_6H_4(COOH)_2$, 분자량: 166.13)

4.1.4 시험용액: 억제기 (suppressor)가 있는 이온크로마토그래프

장치의 종류 및 사용하는 분리 컬럼에 따라 다음 각각을 사용한다.^[1]

4.1.4.1 탄산수소염-탄산염제일 용액

탄산수소소듐 0.336 g (4 mmol/L)와 탄산소듐 (무수) 0.424 g (4 mmol/L)을 정제수로 녹인 후, 1 000 mL 부피플라스크에 옮기고 정제수를 가하여 표선까지 맞춘다.

4.1.4.2 탄산수소염-탄산염제이 용액

탄산수소소듐 0.143 g (1.7 mmol/L)과 탄산소듐 (무수) 0.191 g (1.8 mmol/L)을 정제수로 녹인 후, 1 000 mL 부피플라스크에 옮기고 정제수를 가하여 표선까지 맞춘다.

4.1.4.3 황산 재생액

억제기 (suppressor)를 사용하는 경우 장치 및 억제기의 종류에 따라서 황산 (15 mmol/L) 이나 황산 (12.5 mmol/L)을 사용한다.^[2]

4.1.5 시험용액: 억제기 (suppressor)가 없는 이온크로마토그래프

4.1.5.1 글리콘산염-4붕산염-붕산 용액

글리콘산포타슘 0.305 g (1.3 mmol/L), 4붕산소듐-10수화물 0.469 g (1.3 mmol/L), 붕산 1.855 g (30 mmol/L), 아세트나이트릴 100 mL 및 글리세롤 5 mL를 정제수로 녹인 후, 1 000 mL 부피플라스크에 옮기고 정제수를 가하여 표선까지 맞춘다.

[1] 장치 및 컬럼의 사용설명서를 참고하여 선택하면 좋다. 염화 이온이 정량적으로 측정가능한가를 확인하고 분리컬럼의 특성에 따라 다른 용리액을 사용해도 좋다.

[2] 전기투석형 억제기 (suppressor)를 사용하는 경우에는 재생액으로 정제수 또는 검출기 통과후의 용리액을 사용해도 된다.

4.1.5.2 p-하이드록시안식향산-2-하이드록시에틸-하이드록시메틸-메테인 용액

p-하이드록시안식향산 1.105 g (8.0 mmol/L)과 2-하이드록시에틸-하이드록시메틸-메테인 0.669 g (3.2 mmol/L)을 정제수로 녹인 후, 1 000 mL 부피플라스크에 옮기고 정제수를 가하여 표선까지 맞춘다.

4.1.5.3 프탈산-2-아미노하이드록시메틸-프로페인디올

프탈산 0.415 g (2.5 mmol/L)과 2-아미노-2-하이드록시메틸-1,3-프로페인디올 0.303 g (2.5 mmol/L)을 정제수로 녹인 후, 1 000 mL 부피플라스크에 옮기고 정제수를 가하여 표선까지 맞춘다.

4.1.6 흡수액

전도도가 1 μ S 이하인 정제수를 사용한다.

4.1.7 시료용액

4.1.7.1 5.1.2의 조작을 마친 후에 200 mL 비커에 흡수병의 내용 액을 정제수로 씻어 옮긴다.

4.1.7.2 100 mL 부피플라스크에 비커의 내용 액을 정제수로 씻어 옮긴 후에^[3], 정제수를 표선까지 넣어 이것을 분석용 시료용액으로 한다.

4.2 표준용액

4.2.1 염화 이온 (Cl^-) 표준원액 (1 mg/mL)

염화소듐을 미리 약 600 $^{\circ}\text{C}$ 에서 약 1 시간 가열한 후, 건조용기에서 방치하여 냉각한다. 이것을 1.648 g을 정확히 취하여 소량의 정제수로 녹인 후, 1 000 mL 부피플라스크에 옮기고 정제수를 가하여 표선까지 맞춘다. 또는 소금성이 명시된 인증표준물질을

[3] 용액 중에 고형물이 있는 경우에는 공극지름 0.45 μm 이하의 여과지로 여과 제거한다. 이 조작으로도 고체물질이 있는 경우에는 시료 채취를 다시 한다.

구입하여 사용한다.

4.2.2 염화 이온 (Cl^-) 표준용액 (0.2 mg/mL)

부피플라스크 100 mL에 4.2.1에서 제조한 염화 이온 (Cl^-) 표준원액 (1 mg/mL)을 정확히 20 mL을 취해 정제수를 가하여 표선까지 맞춘다. 사용 시에 제조한다.

4.2.3 염화 이온 (Cl^-) 표준용액 (0.01 mg/mL)

부피플라스크 100 mL에 4.2.2에서 제조한 염화 이온 (Cl^-) 표준용액 (0.2 mg/mL)를 정확히 5 mL 취해 정제수를 가하여 표선까지 맞춘다. 사용 시에 제조한다.

5.0 시료채취 및 관리

5.1 시료의 채취방법

5.1.1 시료채취위치

시료의 채취위치는 대표할 수 있는 기체가 채취될 수 있는 점, 즉 기체의 유속이 현저하게 변화하지 않고 먼지 등이 쌓이지 않으며 수분이 적은 곳을 선택하여야 한다.

5.1.2 흡수액 이용한 시료기체 채취 방법

시료채취장치는 다음 조건을 구비한 것으로서 그 구성의 보기를 그림 1에 표시하였다.

5.1.2.1 시료채취관은 배출가스 중의 염화수소에 의해 부식되지 않는 재질의 관, 예를 들면 유리관, 석영관, 불소수지관 등을 사용한다.

5.1.2.2 시료채취관은 굴뚝의 중앙에 오도록 끼워 넣는다.

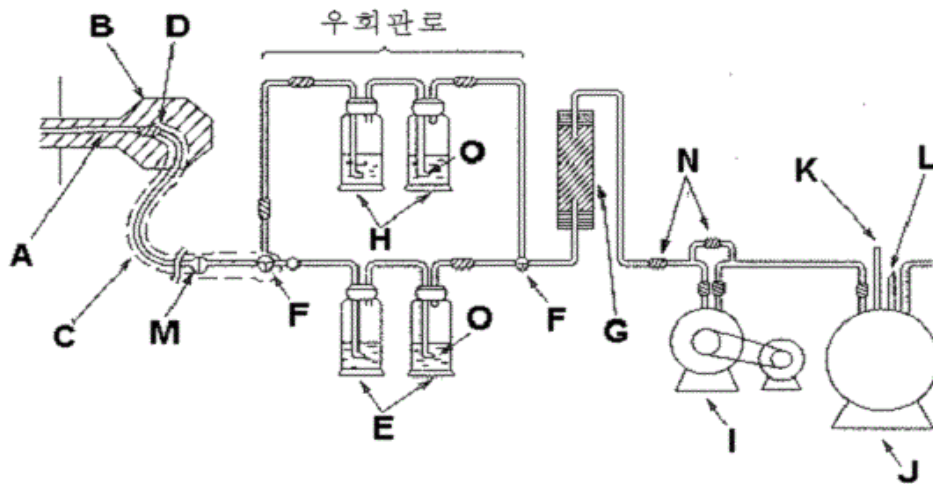
5.1.2.3 기체 중에 먼지가 혼입되는 것을 방지하기 위하여 시료채취관의 적당한 곳에 여과지를 넣는다.

5.1.2.4 배관 속에 수분이 농축되는 경우가 있을 때는 시료채취 관과 흡수병 사이를 120 ℃ 이상 가열하여야 한다.

5.1.2.5 가열부분의 배관 접속은 갈아 맞추는 유리관 또는 실리콘 고무관을 사용한다.

5.1.2.6 부피 100 mL의 흡수병 2 개를 연결하여 사용한다.

염화소듐 (NaCl), 염화암모늄 (NH_4Cl) 등이 흡수액에 녹아 염화 이온에 영향을 줄 수 있을 경우 그림 1과 같이 시료채취관 전단에 여과지를 사용한다.



- A: 시료가스채취관 B: 보온재 C: 히터
D: 여과재 (기체 중의 성분과 화학반응을 하지 않는 물질, 즉 무알칼리 유리섬유여과지, 유리여과기 등을 사용)
E: 흡수병 (흡수액) F: 삼방콕 G: 건조제 (입자상 실리카겔 또는 염화칼슘)
H: 우회관로용 씻기병 (수산화소듐 용액 (40 g/L))
I: 흡입펌프 J: 습식가스미터 (1회전 1 L ~ 5 L) K: 온도계 L: 압력계
M: 구면 갈아맞춤유리관 N: 콕 O: 거름판 또는 거름구

그림 1. 흡수액 이용한 시료기체 채취 장치 구성도 (예)

5.1.2.7 부피 100 mL의 흡수병에 흡수액 (정제수) 25 mL를 넣는다.

5.1.2.8 삼방콕을 우회관로용 씻기병 방향으로 돌린 후, 흡입펌프를 작동시켜 시료기체 채취관으로부터 삼방콕까지 시료기체로 치환한다.

5.1.2.9 흡입펌프를 정지시킨 후, 삼방콕을 흡수병 방향으로 돌린다. 다음에 가스미터의 지시값 (V_1)을 0.01 L 자리 수까지 읽어 취한다.

5.1.2.10 흡입펌프를 작동시켜 시료기체를 흡수병으로 흘려보낸다.^[4] 이때 유량조절용 콕을 조절하여, 유량을 1 L/min 정도로 한다.^[5] 시료기체를 약 20 L^[6] 채취한 후, 흡입펌프를 정지하고, 삼방 콕을 닫고 가스미터의 지시값 (V_2)을 0.01 L의 자리 수까지 읽어 취한다. 동시에 가스미터에 나타난 온도와 게이지압을 측정한다. 또한 대기압을 측정해야 한다.

5.1.2.11 시료기체 채취량

시료기체 채취량은 일반시험방법 - 배출가스 시료 채취 4.0 규정에 따라 채취량을 정한다.

5.2 시료의 보존방법

흡수액에 채취된 염화 이온은 채취 후 상온에서 3 주 이상 보관해서는 안 된다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

6.1 시료채취 및 분석기기의 설치

6.1.1 흡수액 채취 요령

5.1.1항과 5.1.2항에서 제시된 순서와 주의요령에 따라 배출가스 시료를 흡수병의 흡수액으로 채취한다. 특히 염화수소 분석에서 가장 큰 오차 요인인 수분 농축, 시료기체의 누출이 발생하지 않도록 주의한다.

6.2 분석 전 준비

[4] 채취한 기체가 비교적 고온이어서 흡수액의 온도가 올라갈 가능성이 있는 경우에는 흡수병을 냉각조에 넣어서 시료를 채취한다.

[5] 염화수소가 흡수액에 완전히 흡수되는 것이 확실한 경우에는 유량을 2 L/min까지 증가시켜도 된다.

[6] 염화수소 농도에 따라 적절히 증감 가능하다.

6.2.1 흡수액 시료 분석 전 준비

6.2.1.1 적용하고자 하는 분석 방법에 필요한 기기와 기구, 시약, 표준 용액 등을 확인하고 준비한다.

6.2.1.2 분석할 흡수액 시료의 보관상태, 증발 또는 누수여부를 확인하여 채취 후 변동사항을 분석 전에 육안으로 검사한다.

6.3 분석결과의 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 채취 흡수액량

6.3.2.2 표준상태의 채취기체유량

6.3.2.3 채취 시 여과지 사용 및 종류

6.3.2.4 사용 분석 장비 종류 및 제원

6.3.3 분석결과

6.3.3.1 성분의 확인방법은 이온크로마토그램에서 염화 이온의 머무름 시간과 분리도를 나타낸다.

6.3.3.2 표준시료 및 채취시료의 정량결과를 시료의 분석 결과와 검정곡선 결과로 나타낸다. (예: 이온크로마토그램에서 시료와 표준 용액의 봉우리 적분량 결과)

6.3.3.3 시료의 측정결과를 검정곡선에 따른 시료의 측정농도 결과 값으로 나타낸다.

6.3.4 정량조건

표준물질의 종류, 순도와 혼합물일 경우 농도 범위 및 제조방법을 명기한다.

6.4 내부정도관리 방법

6.4.1 방법검출한계 및 정량한계

방법검출한계 및 정량한계는 ES 01001 정도보증/정도관리의 4.0 검출한계에 따라 측정한다. 측정한 방법검출한계는 시험방법에서 제시한 값 이하이어야 한다.

6.4.2 정밀도 및 정확도

정확도 (accuracy) 및 정밀도 (precision)는 ES 01001에 따라 측정한다. 분석물질을 포함하고 있지 않은 매질에 동일한 농도의 표준물질을 첨가한 시료 또는 정확한 농도를 알고 있는 표준용액을 4 개 이상 준비한다. 첨가하는 표준물질의 농도는 정량한계의 1 배 ~ 5 배의 농도이다. 7.0항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다. 정확도는 첨가한 표준물질의 농도에 대한 측정 평균값의 상대 백분율로서 나타낸다. 정밀도는 측정값의 % 상대표준편차 (% RSD)로 산출한다.

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

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

여기서, s = 표준편차

X_i = 알고 있는 농도

\bar{x} = 평균 측정

이와 같이 측정한 결과, 정밀도는 10 % 이내, 정확도는 75 % ~ 125 % 이내이어야 한다.

6.4.3 검정곡선의 작성 및 검증

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

6.4.4 방법바탕시료의 측정

방법바탕시료는 실제시료와 동일한 방법으로 전처리·분석되어야 하며 측정값은 방법 검출한계 이하이어야 한다. 시료군마다 1 개의 방법바탕시료 (method blank)를 측정한다.

6.4.5 내부정도관리 주기

내부정도관리 주기는 방법검출한계 및 정밀도·정확도의 측정은 연 1 회 이상 측정하는 것을 원칙으로 하며 분석자의 변경 및 분석 장비의 수리 및 이동 시 등의 주요 변동사항이 생긴 경우 실시한다. 검정곡선의 검증 및 방법바탕시료의 측정은 시료군 당 1 회를 실시하도록 한다.

7.0 분석절차

7.1 시험방법

7.1.1 이온크로마토그래프를 측정 가능한 상태로 한 후, 분리 컬럼에 용리액을 일정한

유량 (1 mL/min ~ 2 mL/min)으로 흘려준다. 억제기가 있는 장치의 경우는 분리컬럼과 억제기에 용리액을 흘려주고 다시 억제기에는 재생액을 일정 유량으로 흘려준다.

7.1.2 시료주입기를 사용하여 4.1.7에서 제조한 분석용 시료용액의 일정량 (10 μ L ~ 250 μ L)^[7]을 이온크로마토그래프에 주입하여 크로마토그램을 얻는다.

7.1.3 크로마토그램에서 염화 이온에 해당하는 봉우리에 대해 봉우리면적 또는 봉우리 높이를 구한다.

7.1.4 7.2에 의해 작성된 검정곡선으로부터 염화 이온의 농도 (mg/mL)를 구한다.

7.1.5 현장바탕시료 50 mL를 100 mL 부피플라스크에 넣고 정제수로 표선까지 맞춘다. 이 용액을 현장바탕 시료용액으로 하고 분석용 시료용액 전처리 및 정량방법과 동일하게 시험한다. 또한 분석용 시료용액이 250 mL인 경우에는 현장바탕시료 100 mL를 250 mL 부피플라스크에 넣고 정제수를 표선까지 맞춘 후 분석용 시료용액 전처리 및 정량방법과 동일하게 시험한다.

7.2 검정곡선의 작성

7.2.1 여러 개의 100 mL 부피플라스크에 염화 이온 표준용액 (0.01 mg/mL) 1 mL ~ 25 mL를^[8] 단계적으로 취해 정제수를 표선까지 가한 뒤, 그 농도 (mg/mL)를 구해둔다. 검정곡선 작성용 표준용액은 바탕시료를 제외하고 3 개 이상의 농도로 조제한다.

7.2.2 7.1.1 ~ 7.1.3의 조작을 행하여 각각의 염화 이온 농도에 해당하는 봉우리면적 또는 봉우리높이를 구하여 검정곡선을 작성한다. 또한 분석용 시료용액이 250 mL인 경우에는 250 mL 부피플라스크에 염화 이온 표준용액 (0.2 mg/mL) 1 mL ~ 25 mL를 단계적으로 취해 정제수를 표선까지 가한 뒤 동일하게 시험하여 검정곡선을 작성한다.

[7] 특히 저 농도의 시료를 측정하는 경우 장치내의 시료 계량관 (10 μ L ~ 250 μ L의 일정량)대신 분리 컬럼과 같은 종류의 음이온 교환수지를 충전한 농축 컬럼 등을 이용해도 좋다.

[8] 예상되는 시료농도에 대하여 염화 이온 표준용액 1 mL ~ 25 mL 범위에서 여러 농도를 취한다.

7.2.3 검정곡선은 시료 측정 시에 작성한다. 최고농도를 벗어나는 시료에 대해서는 회석하여 재측정한다.

8.0 결과보고

8.1 농도의 계산

다음 식에 의하여 시료가스 중 염화수소 농도 (표준상태: 0 °C, 760 mmHg)를 계산한다.

$$C_v = \frac{0.632 \times (a-b) \times V}{V_s} \times 1\,000 \quad (\text{식 } 3)$$

$$C_w = \frac{1.03 \times (a-b) \times V}{V_s} \times 1\,000 \quad (\text{식 } 4)$$

$$C_w = C_v \times 1.63 \quad (\text{식 } 5)$$

여기서, C_v : 시료가스 중 염화수소의 체적 농도 (ppm 또는 $\mu\text{mol/mol}$)

C_w : 시료가스 중 염화수소의 질량 농도 (mg/Sm^3)

a : 분석용 시료용액의 염화 이온 (Cl^-) 농도 (mg/mL)

b : 현장바탕 시료용액의 염화 이온 (Cl^-) 농도 (mg/mL)

V_s : 표준상태 건조가스 시료채취량 (L)

(건조한 가스의 경우는 V_{SD} , 습한 가스의 경우는 V_{SW})

V : 분석용 시료용액의 전체 부피 (100 mL 또는 250 mL)

0.632 : 염화 이온 (Cl^-) 1 mg에 해당하는 염화수소의 체적 (mL), 표준상태

1.03 : 염화 이온 (Cl^-) 1 mg에 해당하는 염화수소의 질량 (mg)

1.63 : 염화수소 1 ppm에 해당하는 염화수소의 질량농도 (mg/Sm^3), $1.03/0.632$

8.2 결과의 표시

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

9.0 참고자료

9.1 JIS K 0107, Methods for determination of hydrogen chloride in flue gas, Japanese industrial standards committee, (2012)

9.2 US EPA Method 0051, Midget Impinger HCl/Cl₂ emission sampling train, United States Environmental Protection Agency, (1996)

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

10.0 부록

표 1. 시험기준 요약표

배출가스 중 염화수소 - 이온크로마토그래피 (Hydrogen Chloride in Flue Gas - Ion Chromatography)	
분자식 및 특징: HCl, 자극적인 냄새가 나는 무색의 기체	
정량범위:	시료액량 100 mL 경우, (0.4 ~ 7.9) ppm 시료액량 250 mL 경우, (6.3 ~ 160.0) ppm
간섭물질:	염화소듐 (NaCl), 염화암모늄 (NH ₄ Cl) 등 흡수액에 녹아 염화이온을 발생시킬 수 있는 입자상물질
시료채취	
방법:	임편저법 (흡수병 부피: 100 mL 또는 250 mL)
흡수액:	정제수 (25 mL × 2 개 또는 50 mL × 2 개)
흡입속도:	(1 ~ 2) L/min
표준채취량:	20 L
이동:	상온
보관:	상온에서 3 주
분석용 시료용액:	100 mL 또는 250 mL (정제수로 표선 맞춤)
Blank:	100 mL 또는 250 mL (현장바탕시료 50 mL 또는 100 mL에 정제수로 표선 맞춤)
측정	
방법:	이온크로마토그래프법
물질:	Chloride (Cl ⁻)
표준물질:	염화 이온 표준용액 (0.01 mg/mL 또는 0.2 mg/mL)
검정곡선:	100 mL 또는 250 mL (표준용액 (1 ~ 25) mL에 정제수로 표선 맞춤)
컬럼:	안지름 (2 ~ 8) mm, 길이 (30 ~ 300) mm의 불활성 합성수지제 또는 금속제의 관에 음이온 교환수지를 충전
억제기:	양이온 교환 막으로 구성된 것 또는 동일한 성능이 있는 양이온 교환수지를 충전 또는 양이온 교환 막의 외측에 전극을 부착한 전기투석형 장치
검출기:	(0 ~ 1 000) μs 정도의 전도도 측정범위와 0.1 μs 이하의 분리능과 온도 보정장치를 갖춘 전기전도도검출기 또는 (1 ~ 10) mA 사이의 전류를 측정 가능한 전기화학검출기
정도관리	
주기:	연 1 회 이상
방법검출한계:	0.1 ppm 또는 2.0 ppm
정밀도:	상대표준편차 ±10 % 이내
정확도:	(75 ~ 125) %
검정곡선:	결정계수가 0.98 이상 또는 감응인자의 상대표준편차가 20 % 이내
방법바탕시료:	방법검출한계 이하