

환경대기 중 벤조(a)피렌 시험방법 - 형광분광광도법

2016

1.0 개요

1.1 목적

이 시험방법은 환경대기중의 벤조(a)피렌 농도를 측정하기 위한 시험방법이다.

1.2 적용범위

환경대기중에서 포집한 먼지중의 벤조(a)피렌 분석에 적용하며 분석되는 벤조(a)피렌의 농도범위는 형광분광광도계의 종류에 따라 다르나 고감도 형광광도계를 사용하면 3 ~ 200 ng/mL, 필터식 형광광도계를 사용하면 10 ~ 300 ng/mL 범위의 벤조(a)피렌을 정량할 수 있다. 본 법에서 형광분석은 1 mL의 액량으로 부터 3 ~ 200 ng 또는 10 ~ 300ng의 벤조(a)피렌이 분석 가능하다.

2.0 용어정의

3.0 분석기기 및 기구

3.1 시료채취장치

3.1.1 하이볼륨에어샘플러 또는 로우볼륨에어샘플러

3.1.2 Soxhlet 추출기 (플라스크 용적 30 mL)

3.1.3 증발기 (Evaporator)

3.1.4 Microsyringe (10 μ L ~ 1 mL까지 여러종류)

3.1.5 박층크로마토용 Applicator

3.1.6 전기 건조기

3.1.7 진공 데시케이터

3.1.8 박층크로마토용 전개조

3.1.9 자외선 램프 (365 nm)

3.1.10 형광용셀

내용적 1.0 mL, 광로길이 10 mm, 400 ~ 600 nm 광투과율이 100 %인 것

3.1.11 형광분광광도계 또는 필터식 형광광도계 (1차광 필터 : 460 nm, 2차 광필터 : 565 nm)

4.0 시약 및 표준용액

4.1 염화메틸렌

: 특급시약을 사용전에 유리제 증류기를 사용하여 2 회 증류한 것

4.2 펜탄

특급시약을 사용전에 유리제 증류기를 사용하여 35 ~ 36 $^{\circ}$ C에서 증류한 것을 사용

4.3 무수에틸에테르

나트륨-납 합금으로 처리하여 유리제 증류기로 2 회 증류한 것

4.4 진황 황산

특급시약

4.5 박충크로마토용 알루미나

4.6 벤조(a)피렌 표준물질

초고순도의 것

5.0 시료채취 및 관리

시료채취 위치 선정은 ES 01115 (시료채취방법)의 2.2의 규정에 따른다.

5.1 시료 채취

하이볼륨에어 샘플러 또는 로우볼륨에어샘플러에 유리섬유 필터를 장착하여 공기를 흡인하여 필터위에 부유먼지를 포집하며 먼지를 포집하는 공기흡인량은 공기의 오염도에 따라 다르나 일반적으로 10 m³ 정도 흡인시킨다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

7.0 분석절차

7.1 조작

7.1.1 추출

7.1.1.1 먼지를 포함한 대기시료를 채취한 소형 Soxhlet 추출기에 넣고 10 mL 염화메틸렌용제로 추출하며 추출액은 유리섬유여과지로 여과시켜 입자상물질을 제거한다.

7.1.1.2 새로 소량의 염화메틸렌으로 Soxhlet 추출기의 플라스크를 씻어 유리섬유 여

과지로 여과시켜 위의 추출여액을 합한다.

7.1.1.3 이것을 실온 질소기류 중에서 건조시켜 Evaporator (증발기)를 사용하여 감압 하에서 건조시킨다.

7.1.2 분리

7.1.2.1 추출건고물중의 벤조(a)피렌의 분리는 박층크로마토그래프법을 사용한다.

7.1.2.2 박층판은 다음에 따라 만든다.

알루미나에 적당량의 물을 넣고 Slurry로 만들고 이것을 Applicator에 넣고 유리판 위에 약 250 μm 의 두께로 피복하여 방치한다. 이 Plate를 100 $^{\circ}\text{C}$ 에서 30 분간 가열 활성화하여 보통 황산수용액에서 상대습도를 약 45 %로 조성시킨 진공 데시케이터안에 넣고 3 주이상 보존시킨 것을 사용한다. 사용시에는 형광성불순물의 유무를 자외선 램프로 점검할 필요가 있다.

7.1.2.3 추출건고물을 일정량의 염화메틸렌 (통산 200 μL)에 녹이고 그 적당량 (10 ~ 150 μL)을 알루미나박층의 하단으로부터 1.5 cm위치에 도포한다.

7.1.2.4 이 Plate를 펜탈:에틸에테르 (19 : 1, V/V)와 함께 전개조 내에 넣고 어두운 장소에서 15 cm 전개시킨다.

7.1.2.5 전개종료 후 전개조에서 Plate를 끄집어내어 보통 암소에서의 자외선조사에서 청색형광을 나타내는 벤조(a)피렌 표준물의 Spot에 대응하는 시료의 청색형광 Spot에 견출지를 가볍게 붙인다.

7.1.2.6 붙인 부분을 조심스럽게 끊어서 이것을 미세하게 한 후 한쪽 끝을 글라스울로 채운 작은 유리관에 넣는다.

7.1.2.7 실온에서 강압건조시킨 건조물을 1 L의 진한 황산에 녹인다.

7.2 측정

7.2.1 표준물질과 시료의 진한 황산용액을 무형광셀에 넣고 여기광파장을 470 nm에 설정하여 540 nm의 형광강도를 구한다. 필터식형광광도계로 측정하는 경우 여기광측의 필터에서 460 nm의 투과피이크가 겹치기 때문에 간섭필터를 이용하며 형광측 필터에서는 565 nm의 투과피이크가 겹치기 때문에 간섭필터를 사용한다.

7.2.2 형광광도 검량선으로 진한 황산용액 중의 벤조(a)피렌 농도를 구한다.

※ 검량선은 순수한 벤조(a)피렌의 진한 황산용액을 사용하여 작성하여 3 ~ 200 ng/mL의 범위에서 원점을 지나는 직선관계가 얻어진다. 필터식 형광광도계의 경우 10 ~ 300 ng/mL 범위내에서 직선관계가 얻어진다.

7.3 농도의 계산

환경대기중의 벤조(a)피렌 함량은 다음식에 따라 계산한다.

$$B(a)P(ng/m^3, air) = \frac{Cs \times Rx}{V \times Rs} \quad (\text{식 1})$$

$$B(a)P(\mu g/g, dust) = \frac{Cs \times Rx}{Wt \times Rs} \quad (\text{식 2})$$

여기서 B(a)P : 벤조(a)피렌의 약자

Cs : 박층 Plate에 도포한 표준벤조(a)피렌량 (mg)

Rs : 진한황산 1 mL에 녹인 표준벤조(a)피렌 Spot 용액의 형광강도로 부터 얻어진 벤조(a)피렌량 (ng)

Rx : 진한황산 1 mL에 녹인 시료벤조(a)피렌 Spot 용액의 형광강도로 부터 얻어진 벤조(a)피렌량 (ng)

V : 먼지포집에 요한 공기흡인량 (m³)

Wt : 포집먼지량 (mg)

8.0 결과보고

9.0 참고자료

10.0 부록