

3M™ 유기증기용 모니터 3501+/3511+의 GC/FID 분석

표준용액 준비

각 분석시약 원액을 정확하게 계량하여, 크로마토그래피 등급 탈착용 용매(일반적으로 벤젠이 없는 이산화황이 사용되며, 이 용매에는 최대 5%의 벤질 알코올 또는 부틸 알코올이 포함될 수 있음)에 희석하여 준비합니다. 이를 통해 탈착용 용매 1 ml당 분석시약 1.0 mg에 해당되는 표준 원액(Stock standard solution)을 만듭니다. 표준 원액은 크로마토그래피 시스템에서 공존하지 않는 한 개 이상의 표준 분석물질을 포함할 수 있습니다. 표준 원액은 제조 날짜를 기입한 뒤, 냉장 보관하고 매월 새로 만듭니다. 표준 원액을 최소한 매월 한 번은 내부 표준 용액을 사용하여, 탈착용 용매 1 ml당 0.05-500 µg 범위의 3-5개의 희석된 작업 표준용액을 만듭니다. 작업 표준용액은 냉장 보관하고 매주 새로 만듭니다.

내부 표준 용액

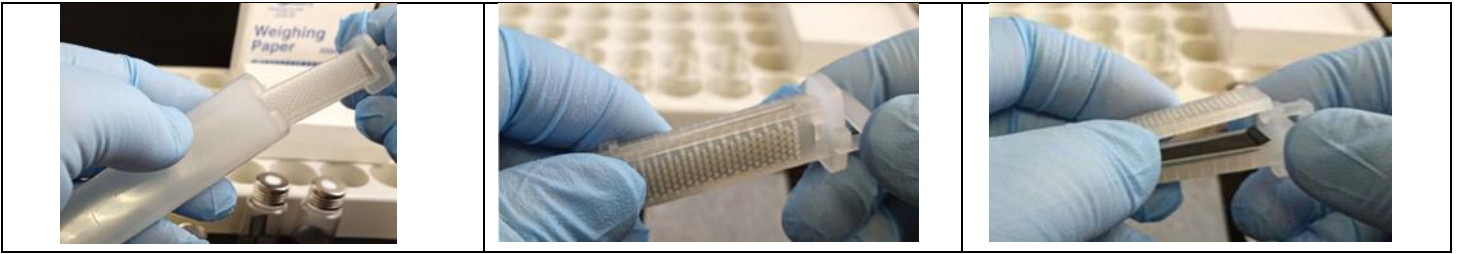
순도 (99+%) 사이클로헥산(cyclohexane)과 n-데칸(n-decane)을 정확하게 계량하여 탈착용 용매 1 ml당 각 내부 표준 물질 1-10 µg의 용액을 만듭니다.

탈착용 용매 및 탈착 효율

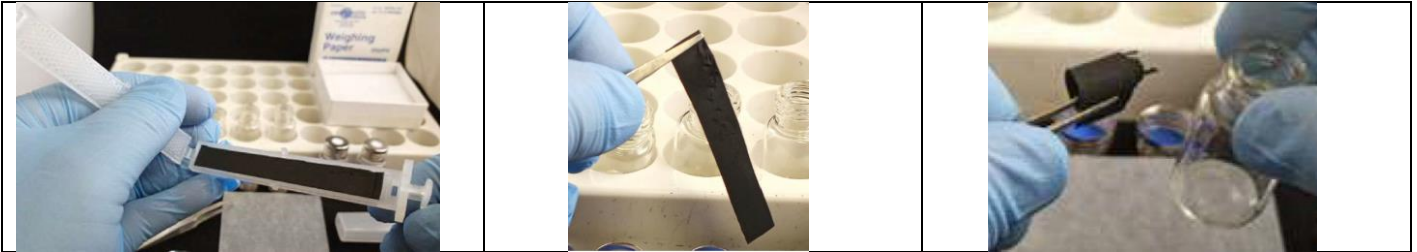
IH 샘플링 가이드에는 확산모니터, 분석물질, 제안된 탈착용 용매 및 보고된 탈착 효율(DE, Desorption Efficiency) 목록이 포함되어 있습니다. 97% 이산화황과 3% (v/v) 벤질 알코올 혼합물은 단일 확산모니터에서 많은 극성 및 비극성 분석물질의 동시 추출을 용이하게 하는 탈착용 용매로 제안되고 있습니다. 다른 추출용 용매는 [NIOSH 분석 방법 매뉴얼](#)이나 [OSHA 웹사이트](#)에서 찾을 수 있습니다. 다른 추출용 용매를 사용하려는 실험실은 적절한 확산모니터에 대한 각 분석물질 별 자체 DE 값을 결정해야 합니다. DE를 결정하기 위한 방법은 R.A. Dommer & R.G Melcher, (1978) AIHA Journal, 39:3, 240-246)를 참조하시기 바랍니다. 정확한 값을 얻기 위해 개별 실험실에서는 관심 범위를 포함하는 여러 농도 (측정매체(media)의 g 당 분석물질 µg)에서 DE를 3-5회 반복하여 결정하는 것이 좋습니다. 일부 실험실은 제3자로부터 받은 DE 값을 재결정하거나 주기적으로 자체 값을 재결정하기도 합니다. DE를 결정하는 것은 각 분석물질을 개별적으로 분석할 수 있는 분석 방법을 사용하는 경우에 여러 분석물질(적어도 5개)을 단일 용액에서 사용하여 수행할 수 있음이 입증되었습니다.

샘플 준비

각 확산모니터를 테스트하기 위해 포장지에서 꺼냅니다. 샘플러 본체의 상단 끝 부분(클립이 부착된 부분) 근처의 양쪽을 잡고 샘플러 본체의 측면을 당겨서 분리합니다. 샘플러를 구부려 걸쇠를 열면 직사각형 탄소 웨이퍼가 노출됩니다. (하단은 힌지식으로 되어 있어 분리되지 않습니다.)



3501+가 회전하여 열리므로 집게로 탄소 웨이퍼를 잡고 실린더 안으로 굴리기가 쉽습니다. 깨끗한 집게를 사용하여 탄소 웨이퍼를 불활성 기밀 마개가 있는 7ml 바이알(또는 이와 유사한 용기)에 옮깁니다.



즉시 내부 표준 용액 2.0ml를 피펫으로 넣고 바이알에 불활성 기밀 마개를 씁니다. 오비탈 셰이커(orbital shaker) 또는 이에 상응하는 도구를 사용하여 바이알을 1시간 동안 지속적으로 교반합니다. 가스 크로마토그래피 분석을 위해 용액을 보관하십시오.

공시료

대부분의 실험실 테스트에는 테스트된 분석물에 노출되지 않은 시약이나 매체로 구성된 관련 공시료의 분석이 포함됩니다. 일반적인 공시료 값이 검출 가능한 경우(외부적으로 획득한 분석 가능한 물질에 기인함), 각 시험에서 얻은 값에서 공시료 결과를 빼서 "공시료 보정값"을 얻습니다. 초기에 여러 확산모니터를 분석하여 공시료 값이 실험실의 보고 한계와 관련하여 감지 가능한지 또는 중요한지 여부를 결정하는 것이 좋습니다. 공시료 값이 감지 가능하고 중요한 경우, 각 확산모니터 로트별 평균 공시료 값을 측정 및 유지하고 측정된 각 샘플에서 해당 공시료 값을 빼는 것이 좋습니다. 어떤 경우에는 측정매체(media) 제조업체로부터 평균 공시료 값을 얻을 수도 있습니다.

분석 배치당 최소 한 번은 노출되지 않은 유사한 확산모니터를 제거하십시오. 노출되지 않은 "공시료" 모니터를 샘플 준비(상단의 샘플 준비 내용 참조)와 동일하게 처리하고 샘플 준비에서 얻은 값에서 관심 있는 머무름 시간(retention time)의 피크 영역을 뺍니다. 분석된 모니터의 로트 번호와 함께 중요한 공시료 값을 품질 보증(QA, Quality Assurance) 그룹에 보고합니다.

품질 관리 샘플

각 분석을 진행하는 중에 검사 표준물질을 분석하고 분석물질 표준 반응이 해당 분석물질에 대해 지정되고 컴퓨터에 저장된 교정 매개변수 내에 속하는지 여부를 확인합니다. 결과를 보고하기 전에 알려진 교정 매개변수에서 표준의 편차나 불일치를 조사하고 해결합니다.

모세관 가스 크로마토그래피 분석

다음 조건을 사용하여 분석 시료를 가스 크로마토그래피 시스템에 주입합니다.

GC 컬럼 (듀얼)	RT-1 (Column A); RTX-Volatiles (Column B)
컬럼 사이즈	0.32 mm capillary x 60 m, 1.5 µm film thickness
시료 주입 모드	Split (typical 10:1)
인젝터/디텍터 온도	250 °C / 280 °C
디텍터	Flame Ionization Detector (FID)
컬럼 온도	3 분 40°C 유지; 1분간 15-25°C 씩 올리면서 250°C까지 올리기; 5분 유지
주입량	1.0 µl (nominal)

(*) Restek Corp, Bellefonte, Pennsylvania

동시에, 관심 범위(즉, 샘플의 농도를 포함)의 공시료 및 3-5개의 표준용액을 준비하여 시료를 주입합니다.

계산식

크로마토그래피 데이터 처리 소프트웨어가 설치된 컴퓨터 시스템에 분석 데이터를 수집합니다. 소프트웨어를 사용하여 각 샘플 준비의 농도에 대해 표준화된 내부 표준 대비 분석 물질의 피크 면적 비율을 공시료 및 표준용액에서 얻은 가장 적합한 교정 곡선과 비교하고 샘플 준비의 분석 물질 농도를 계산합니다.

다음과 같이 분석물 농도로부터 노출 수준을 계산합니다:

$$\text{EXPOSURE LEVEL (ppm)} = \frac{1000(C)(V)(R)}{(DE)(M)(SR)(T)}$$

분석물질의 농도 C	=	Analyte Concentration (µg/ml)
탈착용매 부피 V	=	Volume of desorption solvent (ml)
몰 부피 R	=	Molar Volume @ 25°C (24.45 l/mole)
탈착효율 DE	=	De-Sorption Efficiency (fraction of extraction) for 2.0 ml CS₂
분석물질 분자량 M	=	Analyte Molecular Wt (g/mole)
시료채취 효율(포집율) SR	=	Monitor Sampling Rate (ml/min)
포집시간 T	=	Sampling Time (min)