

3M™ 에틸렌 옥사이드용 모니터 3550+/3551+의 GC/ECD 분석

내부 표준 용액을 포함한 탈착용 용매(DE)

900 mL 톨루엔(toluene)에 100 mL 아세토니트릴(acetonitrile)와 10 uL 1-브로모-프로판올(1-bromo-propanol)을 정확하게 첨가합니다. 이는 내부 표준용액이 추가된 탈착 용액 역할을 하고, 3개월 이내로 사용해야 합니다. 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.

표준용액 준비

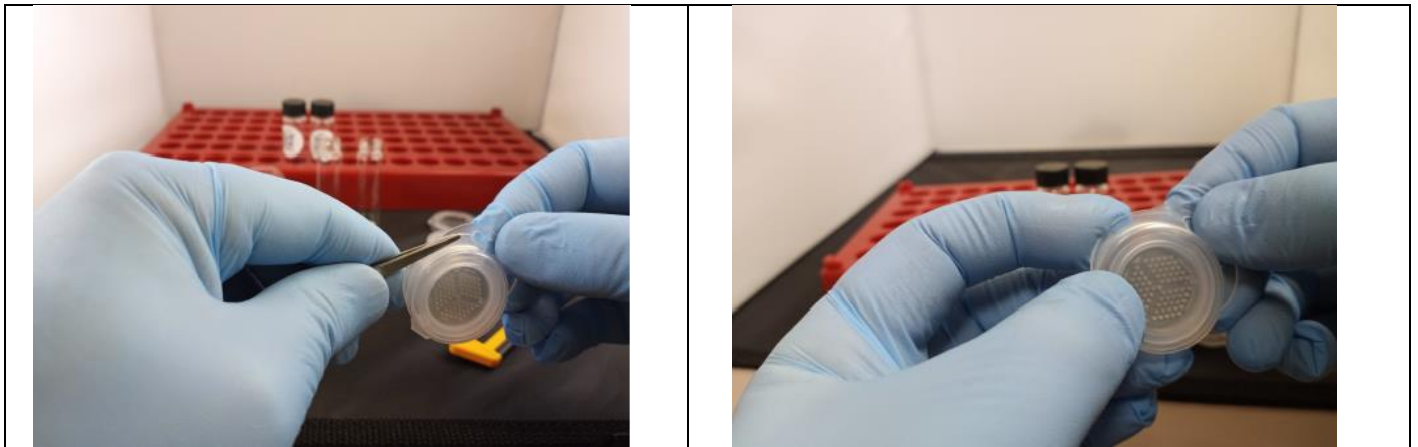
표준 원액(Stock Standard): 측정된 양의 크로마토그래피 등급 탈착 용매(90% 톨루엔: 10% 내부 표준이 추가된 CS₂)에 순수 2-브로모에탄올(2-bromoethanol)을 정확하게 계량하여 표준 원액(Stock standard solution)을 만듭니다. 표준 원액은 제조 날짜를 기입한 뒤, 냉장 보관하고 매년 새로 들어야 합니다.

작업 표준용액(Working Standard): 알고 있는 양의 표준 원액을 넣고 탈착 용매를 10 mL 용량 플라스크의 10 mL 표시까지 채워서, 작업 표준용액을 준비합니다. 작업 표준 용액은 제조 날짜를 기입한 후, 6개월마다 냉장 보관합니다.

검량선 표준용액(Calibration Standard): 탈착 용매 및 작업 표준용액을 사용하여 탈착 용매 1 mL당 0.056-10 µg 범위의 3-5개 작업 표준용액을 만듭니다.

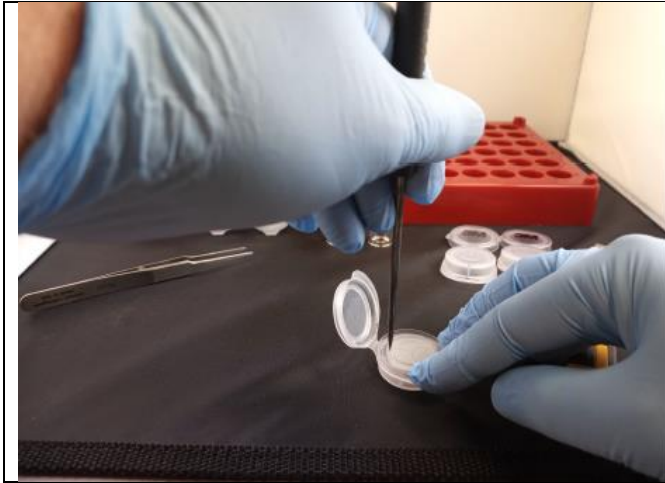
샘플 준비

각 확산모니터를 테스트하기 위해 포장지에서 꺼냅니다. 편평한 물체를 이용하거나, 손가락으로 확산모니터 뚜껑을 열수 있습니다.



3M 산업안전사업팀

확산모니터를 단단하고 견고한 표면에 놓습니다. 배지를 손바닥에 쥐지 마십시오.

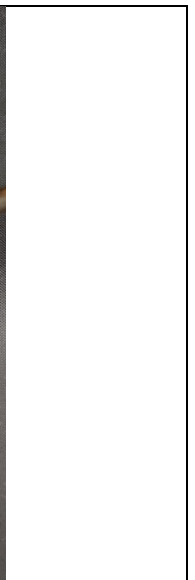
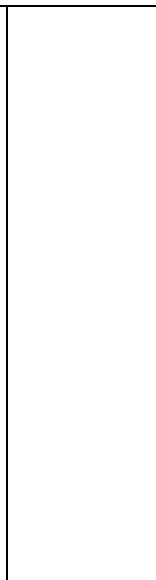


올바른 방식



잘못된 방식

랩 픽(일반적으로 McMaster-Carr 3842A42)을 도구로 사용하여 투명한 플라스틱 샘플러 본체에서 플라스틱 샘플링 그리드를 제거하여 아래에 있는 탄소 웨이퍼를 꺼냅니다. 픽의 끝을 샘플링 그리드의 측면이나 가운데에 놓고, 강하게 눌러서 샘플링 그리드를 빼냅니다.



픽이 없으면 작고 날카로운 칼날을 사용하여 칼날과 모니터의 각도를 25도 이내로 유지하면서 2개로 분리합니다. 그런 다음 샘플링 그리드를 들어 올립니다.



깨끗한 집게를 사용하여 탄소 웨이퍼를 불활성 기밀 마개가 있는 7ml 바이알(또는 이와 유사한 용기)에 옮깁니다.



웨이퍼에 존재하는 과잉 HBr을 중화하기 위해 바이알에 약 50 mg의 탄산나트륨을 추가합니다.(탄산나트륨은 용해되지 않습니다.) 내부표준용액 2.0 ml를 피펫으로 넣고, 바이알의 뚜껑을 불활성 기밀 마개로 막습니다. 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(GC) 분석

다음 조건을 사용하여 분석 시료를 가스 크로마토그래피 시스템에 주입합니다.

GC 컬럼 (듀얼)	Stabilwax (crossbond Carbowax polyethylene glycol)
컬럼 사이즈	0.25 mm capillary x 30 m, 0.5 µm film thickness
시료 주입 모드	Split (typical 10:1)
인젝터/디텍터 온도	250 °C / 300 °C
디텍터	Electron Capture Detector (ECD)
컬럼 온도	3 분 75°C 유지; 1분간 20°C 씩 올리면서 150°C까지 올리기; 1분 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

3M 산업안전사업팀

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)