

3M™ 폼알데히드용 모니터 3721+/3720+의 HPLC 분석

표준용액 준비

분석할 알데히드의 2,4-디니트로페닐히드라존(2,4-DNP) 유도체를 정확하게 계량하여 측정된 부피의 HPLC 등급 아세토니트릴(Acetonitrile) 용매에 넣어 표준 원액(Stock standard solution)을 만듭니다. 표준 원액에는 아세토니트릴 1 ml당 약 1.0mg의 유도체에 해당됩니다. Stock Standard의 제조 날짜를 기입한 뒤, 냉장 보관하고 매월 새로 만듭니다. 매주 아세토니트릴에 표준 원액을 희석하여 관심 범위에서 3~5개의 작업 표준을 만듭니다. 사용하지 않을 때는 작업 표준용액을 밀폐 용기에 담아 냉장 보관하십시오. 주입하기 전에 이동상(0.05 M KOAc 완충액(buffer), pH 5)으로 용액을 1:1로 희석하고 0.45 µm 필터를 사용하여 필터링합니다. 0.45µm PVDF 필터가 있는 주사기 없는 필터 바이알(Syringeless Filter Vial)을 사용하는 것을 권장합니다.

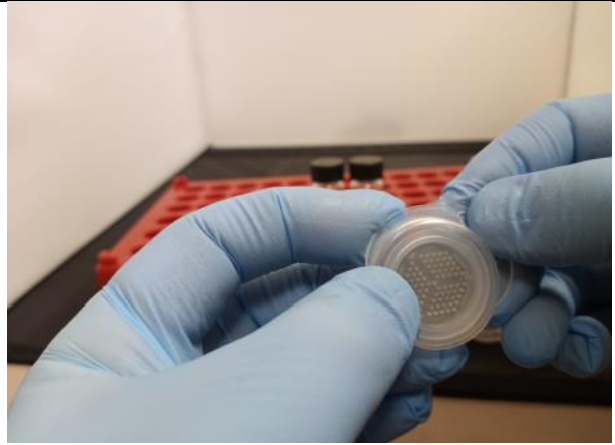
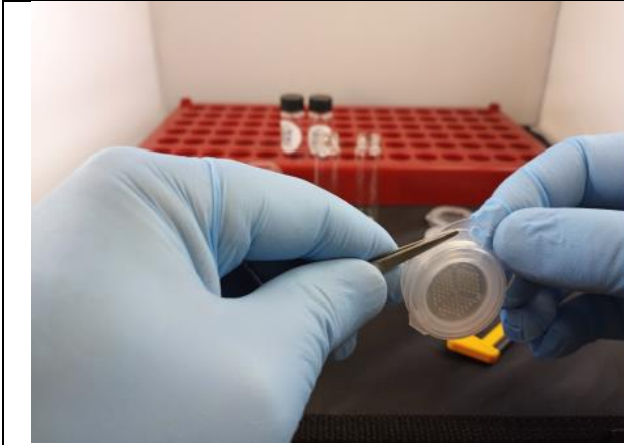
탈착용 용매 및 탈착 효율

IH 샘플링 가이드에는 확산모니터, 분석물질, 제안된 탈착용 용매 및 보고된 탈착 효율(DE, Desorption Efficiency) 목록이 포함되어 있습니다. 아세토니트릴은 종종 알데히드에 대한 탈착용매로 제안됩니다. 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.

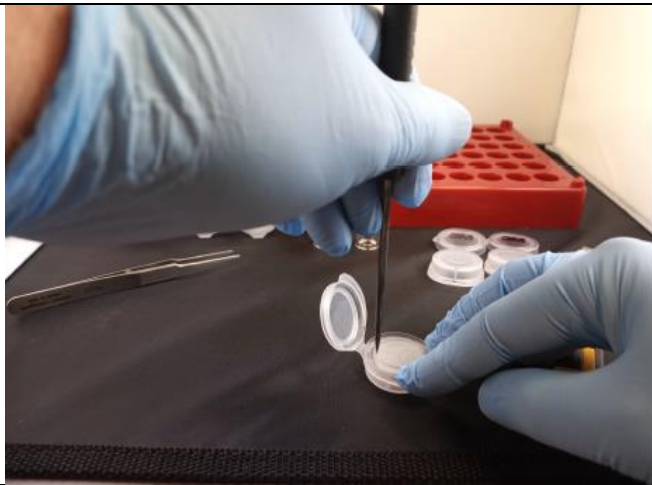
샘플 준비

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

3M 산업안전사업팀



확산모니터를 단단하고 견고한 표면에 놓습니다. 배지를 손바닥에 쥐지 마십시오.



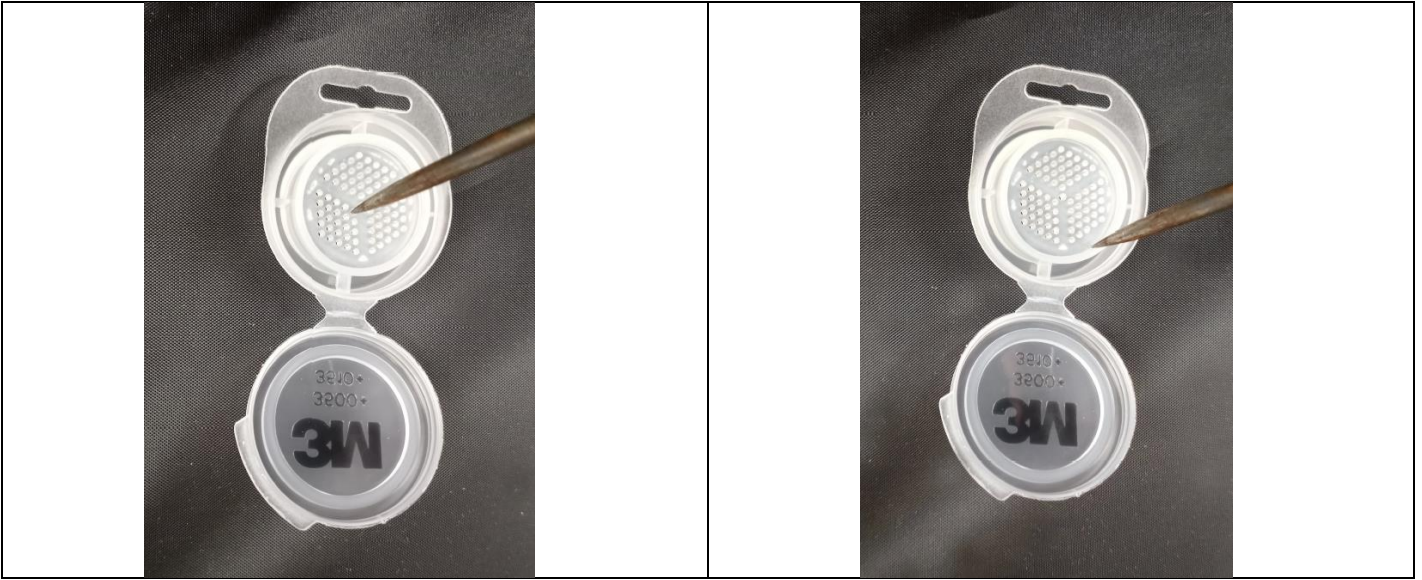
올바른 방식



잘못된 방식

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

3M 산업안전사업팀



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



깨끗한 집게를 사용하여 유리 섬유 웨이퍼를 불활성 여과 바이알(예: 주사기 없는 필터 바이알, 0.45µm PVDF, Whatman 품목 번호 UN513VAQU)에 넣습니다.



아세트니트릴 1.0ml를 정확하게 피펫팅하여 바이알에 넣습니다. 1분 동안 바이알을 조심스럽게 흔든다. 그런 다음 0.05 M KOAc 완충액(pH 5) 1.0 ml를 첨가하고 바이알의 뚜껑을 닫은 후 다시 교반하십시오. 플런저(plunger)를 밀어 용액을 필터링합니다. 분석을 위해 용액을 보관합니다.

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" 모니터에서 노란색 필터 디스크를 제거하고 샘플(상단의 샘플 준비 내용 참조)과 동일하게 처리합니다.

고성능 액체 크로마토그래피(HPLC) 분석

다음 조건을 사용하여 분석 시료를 HPLC 시스템에 주입합니다.

HPLC 컬럼	Restek Pinnacle RP II C18 150 x 3.2 mm, 5 μ m, 110Å
---------	---

3M 산업안전사업팀

이동상 (a)	50% 아세토나이트릴 / 50% (0.05 M KOAc Buffer pH5)
컬럼 온도	40°C
유량(Flow rate)	분당 0.45 ml (nominal)
주입량	10 µl (nominal)
디텍터 파장(Detector Wavelength)	355 nm

(a) 포름알데히드에 대한 최적의 이동상(Mobile phase). 알데히드가 더 많을 경우, 아세토니트릴 % 비율을 늘리거나 구배(gradient)를 사용하십시오.

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:

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

Where

$$C = \text{Analyte Concentration Found (}\mu\text{g/ml Formaldehyde DNP Derivative)}$$

- V = Volume of Extraction Fluid (2.0 ml)
 F = Mass Ratio: (HCHO/HCHO-DNP = 0.143)
 R = Molar Volume @ 25°C (24.45 l/mole)
 M = Molecular Wt of Aldehyde Derivative (b)
 SR = Monitor Sampling Rate (ml/min)
 T = Sampling Time (min)

(b) E.g., Mol Wt for HCHO-DNP is 210.1 g/mole