

실내 공기 중 이산화질소

2023

측정방법 - 공동감쇠분광법

(Determination of nitrogen dioxide in indoor by Cavity
Attenuated Phase Shift Method)

1.0 개요

1.1 목적

1.1.1 이 시험기준은 실내 공기 중의 이산화질소 농도 측정 방법을 규정한다.

1.1.2 특정 파장의 가시광선을 흡수하는 이산화질소의 특성을 이용하는 공동감쇠분광법 (CAPS, cavity attenuated phase shift method)을 이용하여 실내 공기 중 이산화질소 농도를 연속 측정하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험기준은 실내 공기 중 이산화질소 농도를 측정하기 위한 부 시험방법이다.

1.2.2 이 시험기준의 측정범위는 0 ppm ~ 1.0 ppm 이다.

1.3 간섭물질

입자상 물질, 수분 등이 실내 공기 중 이산화질소를 측정하는데 간섭물질로 작용할 수 있다.

1.3.1 입자상 물질

실내 공기 중 존재하는 입자상 물질이 이산화질소를 측정하는데 간섭영향을 줄 수 있다.

시료 도입부에 여과지를 이용하여 입자상 물질을 제거함으로써 간섭영향을 제거할 수 있다.

1.3.2 수분

시료 기체 중 공존하는 이산화질소와 흡수 스펙트럼이 겹치는 기체 (수증기)의 간섭영향을 받을 수 있다. 제습기에 시료 기체를 통과시켜 수분을 제거함으로써 간섭영향을 제거할 수 있다.

2.0 용어 정의

2.1 교정용 가스

측정기기의 눈금을 맞추는데 사용하는 가스로서 제로가스, 스펠가스 등의 총칭

2.2 제로가스 (zero gas)

측정기기의 최소눈금을 교정하기 위해 사용하는 가스

2.3 스펠가스 (span gas)

측정기기의 최대눈금을 교정하기 위해 사용하는 가스

2.4 교정

측정에 앞서 교정용 가스 등을 이용하여 측정기기의 눈금을 인증농도에 맞추는 절차

3.0 분석기기 및 기구

3.1 이산화질소 측정장치

3.1.1 측정원리

공동감쇠분광 측정장치는 청색 발광 다이오드를 광원으로 하며, 실내 공기 시료가 광학 반사 거울이 있는 시료셀을 통과할 때 이산화질소와 반응한 빛이 초기에 비해 위상차가 변화되는 (phase shift) 양을 측정하여 이산화질소의 농도를 결정한다.

3.1.2 측정장치의 구성

공동감쇠분광 측정장치는 그림 1에 나타낸 바와 같이 시료도입부, 여과지, 제습기, 유량 제어부, 흡인펌프, 광원, 시료셀, 검출기, 증폭기, 기록계 등으로 구성된다.

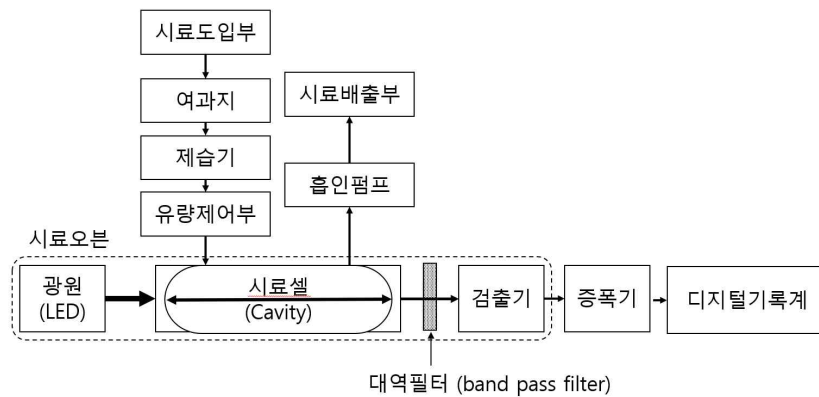


그림 1. 공동감쇠분광 측정장치 구성의 예

3.1.3 시료도입부

실내 공기 시료 도입관이 접속되는 부분으로 시료 채취구 끝의 모양은 먼지, 빗물 등의 혼입이 적은 구조로 하며 시료 도입부의 구조는 유량, 기계적 강도, 펌프의 능력, 청소의 용이함 등을 고려한다. 시료 도입관의 재질은 이산화질소에 대한 비활성물질로 흡착이 적은 재질 (예 : 불소수지제)로 된 것을 이용한다. 시료 도입관의 전체 길이는 가능한 짧게 하고 결로가 염려되는 경우에는 약간 가열하여도 좋다.

3.1.4 여과지

여과지는 유로의 막힘과 시료셀의 오염 등 측정기의 성능에 영향을 미칠 수 있는 실내 공기 시료 중에 함유되어 있는 입자상물질을 제거하기 위한 것으로서 이산화질소 흡착이 적은 재질 (예 : 불소수지제)로 된 것을 이용한다. 여과지는 입자상물질의 부착량이

많아지면 이산화질소의 손실, 시료 흡인유량 감소의 원인이 되므로 정기적으로 교환한다.

3.1.5 제습기

수분에 의한 간섭영향을 줄이기 위해 실내 공기 시료를 제습 또는 수분을 조절하는 것으로서 투과막식 제습기, 전자냉각 등을 이용한다.

3.1.6 유량제어부

시료셀로 들어가는 실내 공기 시료의 유량을 일정하게 조절하고 유지하기 위한것으로서, 시료에 접촉하는 부분에는 이산화질소에 대해 비활성 물질로 만든 것을 사용한다.

3.1.7 흡인펌프

시료셀을 통해 필요한 시료를 흡입하기 위한 것으로 여과지에 분진이 부착되어 통기 저항이 증가하여도 측정기기에 알맞은 유량이 유지되도록 흡인력에 여유가 있는 펌프를 사용한다.

3.1.8 시료오븐

실내 공기 시료가 유입되어 빛을 흡수하여 공동감쇠가 일어나는 부분으로 광원부, 시료셀, 검출부로 구성된다. 응축을 방지하고 지시를 안정하게 유지하기 위해 통상 일정 온도로 가열시키는 것으로 한다.

3.1.9 광원

광원은 청색 발광 다이오드로 구성되며 외부환경에 영향이 없는 구조로 시료오븐에 위치한다. 광원은 검출부와 일직선상에 자리하며 조사속도는 검출부와 시간적으로 동기화되어 있는 구성을 가진다.

3.1.10 시료셀

시료셀은 실내 공기 시료가 유입되어 일정한 체류시간을 가지며 이산화질소와 반응한 빛의 공동감쇠가 발생하는 부분으로, 시료의 유입부와 유출구가 있고 흡인펌프에서 시료를 채취할 때 발생하는 압력을 견딜 수 있는 내압용기로 구성된다. 외부환경과 차단되고 항상 일정한 온도로 가열시키는 것으로 한다.

3.1.11 대역필터 (band pass filter)

특정 주파수 사이의 신호만 통과시켜야 한다.

3.1.12 검출기

실내 공기 시료 중 이산화질소가 광원에서 조사된 빛을 흡수하여 공동감쇠 위상전이를 발생시키며 그 세기에 비례한 수준의 전기신호로 변화하는 부분으로 진공으로 밀봉된 광 다이오드 방식을 이용한다. 바탕신호잡음 및 온도변화의 영향을 줄이기 위해 일정 온도로 유지한다.

3.1.13 증폭기

이산화질소 측정값, 한 시간 평균값 등을 얻기 위해 사용한다.

3.1.14 디지털기록계

측정된 이산화질소 농도를 디지털로 표시 및 저장한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 측정기기 교정가스 (calibration gases)

표준가스는 고농도 가스를 공기로 희석한 것으로서 표시농도의 $\pm 2\%$ 범위의 정확도를 가져야 하며, 측정결과와 소급성 체계가 확립되어 있는 검사기관 또는 교정 사업자가 농도를 확인한 것을 사용한다.

4.1.1 제로가스 (zero gas)

이산화질소 또는 측정기기에 영향을 주는 성분이 검출되지 않는 가스로 질소 또는 고순도의 공기를 사용한다.

4.1.2 스펠가스 (span gas)

측정기기 최대 눈금값의 80 % ~ 100 % 농도를 사용한다.

5.0 시료 채취 및 관리

5.1 시료채취방법

시료채취방법은 ES 02130.g의 실내공기 오염물질 시료채취 및 평가방법을 따른다.

5.2 시료채취 시 측정기기의 관리

5.2.1 여과지의 상태, 입력시간 및 날짜를 확인한다.

5.2.2 시료 도입부에서 시료 공기의 누출여부와 측정기기의 유량과 압력을 확인한다.

5.2.3 실내 공기 시료의 온도와 압력을 기록한다.

5.2.4 전원을 넣어 이산화질소 농도의 지시값이 안정될 때까지 충분히 예열한다.

5.2.5 측정기기의 여러 가동 수치를 바르게 조절하기 위해 제조사의 취급설명서를 따른다.

5.2.6 시료 채취 및 농도 측정 중간에도 측정기기의 상태를 확인하여 고장 등 긴급한 상황 발생 시 신속한 조치를 취해야 한다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

6.1 환경조건

6.1.1 주위 온도는 5 °C ~ 35 °C 사이의 임의 온도로서 변화폭은 5 °C 이내일 것

6.1.2 상대습도 85 % 이하로서 직사광선이 쏘이지 않는 곳

6.1.3 공급전원은 지정된 전력용량 및 주파수이어야 하고, 전원변동은 지정전압의 10 % 이내로서 주파수의 변동이 없는 것

6.1.4 전자기유도는 대형변압기, 고주파가열로와 같은 것으로부터 전자기의 유도를 받지 않는 것

6.1.5 접지저항 10 Ω이하의 접지점이 있는 것

6.2 내부정도관리 방법

6.2.1 측정기기 정도검사 주기

측정기기의 정도검사 (성능검사) 주기는 연 1 회 이상 실시하는 것을 원칙으로 하며 분석장비의 주요 부품 교체, 수리, 분석자의 변경 시 등에는 수시로 한다.

6.2.2 측정기기의 교정

측정기기 교정은 측정기기의 안정성 등 모든 변화를 감지하기 위해 필요하다.

6.2.2.1 측정기기 교정 방법

6.2.2.1.1 측정기기 및 교정 장치의 전원을 넣어 이산화질소 농도의 지시값이 안정될 때까지 충분히 예열한다. 예열시간은 취급설명서 (매뉴얼)에 기재되어 있는 시간을 따른다.

6.2.2.1.2 제로가스를 설정 유량으로 흐르게 하고, 농도의 지시값이 안정되는 것을 확인한 후 측정기기의 제로 조정을 한다.

6.2.2.1.3 스펠가스를 설정유량으로 흐르게 하고, 농도의 지시값이 안정되는 것을 확인한 후, 측정기기의 스펠 조정을 한다.

6.2.2.2 교정 주기

6.2.2.2.1 측정기기를 처음 구매했을 때

6.2.2.2.2 감응 특성에 영향을 주는 유지보수를 했을 때

6.2.2.2.3 시료채취의 전과 후 또는 분석기를 연속적으로 사용하는 경우에는 정기적으로 제로와 스펠 교정을 수행

6.2.3 내부정도관리 결과의 보관

내부정도관리결과, 산출된 측정결과, 측정시 얻어진 기본자료 (raw data)는 정도관리철에 같이 보관하여야 한다 (보관기간 5 년).

6.3 측정기기의 보수 점검

필요에 따라 정기적으로 다음 사항을 보수 점검한다.

6.3.1 여과지 교환

6.3.2 채취유량의 작동 상황 점검

6.3.3 펌프의 성능 및 펌프유의 확인

7.0 “내용 없음”

8.0 결과보고

8.1 결과의 표시

부피농도 (vol ppm)의 경우 소수점 이하 셋째 자리까지 구하여 표기한다.
(단, 측정기기의 분해능이 그 이상이면 넷째 자리에서 반올림하여 표기한다.)

[주 1] 단위환산

NO_2 : 1 ppm = 1.88 mg/m³ (25 °C, 1 atm)

8.2 측정결과의 기록

측정일, 측정기기명, 측정성분, 측정기기의 조작조건, 측정자명, 기타 필요한 사항 등을 기록한다.

9.0 참고자료

9.1 KS B 5360, “대기 중의 질소 산화물 자동 계측기”, 산업표준심의회, (2021)

9.2 Kebabian, P.L., Herndon, S.C., Freedman, A., “Detection of Nitrogen Dioxide by Cavity Attenuated Phase Shift Spectroscopy”, *Analytical Chemistry*, 77, 2005, 724-728.

9.3 Kebabian, P.L., Wood, E.C., Herndon, S.C., Freedman, A., “A Practical Alternative to Chemiluminescence-Based Detection of Nitrogen Dioxide : Cavity Attenuated Phase Shift Spectroscopy”, *Environmental Science & Technology*, 42, 2008, 6040-6045.

10.0 “내용 없음”