

한치의 오차도 허용하지 않는 측정분석 기술



연재

Ⅵ. 대기오염공정시험방법

1. 대기오염공정시험방법의 개요

대기오염공정시험방법은 대기환경보전법 제7조에 그 근거를 가지며, 환경부 고시 제2007-145(2007. 10. 1)호로 전부 개정 되었으며, “오염 물질을 정확하고 통일성 있게 측정하기 위하여” 제정된 것이다.

대기오염공정시험방법은 기존의 편제와는 다르게 각 시험방법별로 별도의 코드를 갖도록 하였으나, 내용면에서는 기존의 시험방법과 크게 이를 보이지 않고 있다.

2. 총 칙

2-1. 목 적

이 시험방법은 대기환경보전법 제7조 규정에 의거 대기오염물질을 측정함에 있어서 측정의 정확 및 통일을 유지하기 위하여 필요한 제반 사항에 대하여 규정함을 목적으로 한다.

2-2. 적용범위

- (1) 환경정책기본법 제10조 환경기준 중 대기 환경기준의 적합여부, 대기환경보전법 제16조 배출허용기준의 적합여부는 대기오염공정 시험방법(이하 “공정시험방법”이라 한다)의 규정에 의하여 시험판정한다.
- (2) 대기환경보전법에 의한 오염실태조사는 따로

규정이 없는 한 공정시험방법의 규정에 의하여 시험한다.

2-3. 어원, 분자식 등의 표기

이 공정시험방법에서 필요한 어원, 분자식, 화학명 등은 ()내에 기재한다.

2-4. 내 용

이 공정시험방법의 내용은 총칙, 일반시험방법, 배출허용기준시험방법, 환경기준시험방법 및 기타 시험방법으로 구분한다.

단, 이 시험법에 규정한 방법이 분석화학적으로 반드시 최고의 정밀도와 정확도를 갖는다고 할 수 없으며 이 시험방법 이외의 방법이라도 측정결과가 같거나 그 이상의 정확도가 있다고 국내외에서 공인된 방법은 이를 사용할 수 있다.

2-5. 검출한계

이 시험방법중 각항에 표시한 검출한계는 재현성, 안정성 등을 고려하여 해당되는 각조의 조건으로 시험하였을 때 얻을 수 있는 한계치를 참고 하도록 표시한 것이므로 실제 측정할 때는 그 목적에 따라 적당히 조정할 수도 있다.

2-6. 수치맺음법

이 시험방법에서 사용하는 수치의 맺음법은 따로 규정이 없는 한 한국공업규격 KSA 3251-1 (수치의 맺음법)에 따른다.

2-7. 기타 규정되지 아니한 사항

이 시험방법에서 규정하지 않은 사항에 대해서는 일반적인 화학적 상식에 따르되 이 시험방법에 기재한 방법중 세부조작은 시험의 본질에 영향을 주지 않는다면 실험자가 적당히 변경조절할 수도 있다.

2-8. 결과 판정 기준

하나 이상의 시험방법으로 시험한 결과가 서로 달라 판정에 영향을 줄 경우에는 각장의 시험방법 중 주 시험방법에 의한 분석성적에 의하여 판정한다. 제3장 배출허용기준 시험방법의 주 시험방법은 제2절 각항의 2의 2.1의 시험방법으로 하며 환경기준 시험방법 등에서는 각 항목 별로 정한 주 시험방법에 의한다.

2-9. 표준산소농도 적용

대기환경보전법시행규칙 제15조 별표8의 배출허용기준중 표준산소농도를 적용받는 항목에 대하여는 다음 식을 적용하여 오염물질의 농도 및 배출가스량을 보정한다.

◆◆오염물질 농도 보정

$$C = Ca \times \frac{21 - Os}{21 - Oa}$$

C : 오염물질 농도(mg/Sm³ 또는 ppm)

Os : 표준산소농도(%)

Oa : 실측산소농도(%)

Ca : 실측오염물질농도(mg/Sm³ 또는 ppm)

◆◆배출가스유량 보정

$$Q = Qa \div \frac{21 - Os}{21 - Oa}$$

Q : 배출가스유량(Sm³/일)

Os : 표준산소농도(%)

Oa : 실측산소농도(%)

Qa : 실측배출가스유량(Sm³/일)

3. 일반시험방법

3-1. 화학분석일반사항

3-1-1. 농도표시

(가) 중량백분율로 표시할 때는 %의 기호를 사용한다.

(나) 액체 100ml중의 성분질량(g) 또는 기체 100ml중의 성분질량(g)을 표시할 때는 W/V%의 기호를 사용한다.

(다) 액체 100ml중의 성분용량(ml) 또는 기체 100ml중의 성분용량(ml)을 표시할 때는 V/V%의 기호를 사용한다.

(라) 백만분율(Parts Per Million)을 표시할 때는 ppm의 기호를 사용하며 따로 표시가 없는 한 기체일 때는 용량 대 용량(V/V), 액체일 때는 중량 대 중량(W/W)을 표시한 것을 뜻한다.

(마) 1억분율(Parts Per Hundred Million)은 pphm, 10억분율(Partts Per Billion)은 ppb로 표시하고 따로 표시가 없는 한 기체일 때는 용량 대 용량(V/V), 액체일 때는 중량 대 중량(W/W)을 표시한 것을 뜻한다.

(바) 기체중의 농도를 mg/m³로 표시했을 때는 m³은 표준상태(0℃, 1기압)의 기체용적을 뜻하고 Sm³로 표시한 것과 같다. 그리고 am³로 표시한 것은 실측상태(온도·압력)의 기체용적을 뜻한다.

3-1-2. 액의 농도

(가) 단순히 용액이라 기재하고, 그 용액의 이름을 밝히지 않은 것은 수용액을 뜻한다.

(나) 혼액(1+2), (1+5), (1+5+10)등으로 표시한 것은 액체상의 성분을 각각 1용량 대 2용량, 1용량 대 5용량 또는 1용량대 5용량대 10용량의 비율로 혼합한 것을 뜻하며, (1:2), (1:5), (1:5:10)등으로 표시할 수도 있다. 보기를 들면, 황산(1+2) 또는 황산(1:2)라 표시한 것은 황산 1용량에 물 2용량을 혼합한 것이다.

(다) 액의 농도를 (1→2), (1→5) 등으로 표시한 것은 그 용질의 성분이 고체일 때는 1g을, 액체일 때는 1ml를 용매에 녹여 전량을 각각 2ml 또는 5ml로 하는 비율을 뜻한다.

3-1-3. 시약, 시액, 표준물질

(가) 시험에 사용하는 시약은 따로 규정이 없는 한 특급 또는 1급이상 또는 이와 동등한 규격의 것을 사용하여야 한다.

단, 단순히 염산, 질산, 황산 등으로 표시하였을 때는 따로 규정이 없는 한 다음 <표 3>에 규정한 농도 이상의 것을 뜻한다.

<표 3> 시약의 농도

| 명칭 | 화합식 | 농도(%) | 비중(액) |
|-----------------|--------------------------------|-------------------------------|-------|
| 염산 | HCl | 35.0 ~ 37.0 | 1.18 |
| 질산 | HNO ₃ | 60.0 ~ 62.0 | 1.38 |
| 황산 | H ₂ SO ₄ | 95% 이상 | 1.84 |
| 초산(Acetic Acid) | CH ₃ COOH | 99.0% 이상 | 1.05 |
| 인산 | H ₃ PO ₄ | 85.0% 이상 | 1.69 |
| 암모니아수 | NH ₄ OH | 28.0~30.0(NH ₃ 로세) | 0.90 |
| 과산화수소 | H ₂ O ₂ | 30.0 ~ 35.0 | 1.11 |
| 불화수소산 | HF | 46.0 ~ 48.0 | 1.14 |
| 요오드화수소산 | HI | 55.0 ~ 58.0 | 1.70 |
| 브롬화수소산 | HBr | 47.0 ~ 49.0 | 1.48 |
| 과염소산 | HClO ₄ | 60.0 ~ 62.0 | 1.54 |

(나) 시험에 사용하는 표준품은 원칙적으로 특급 시약을 사용하며 표준액을 조제하기 위한 표준용시약은 따로 규정이 없는 한 데시케이터에 보존된 것을 사용한다.

(다) 표준품을 채취할 때 표준액이 정수(整數)로 기재되어 있어도 실험자가 환산하여 기재 수치에 "약"자를 붙여 사용할 수 있다.

(라) "약"이란 그 무게 또는 부피에 대하여 ± 10% 이상의 차가 있어서는 안된다.

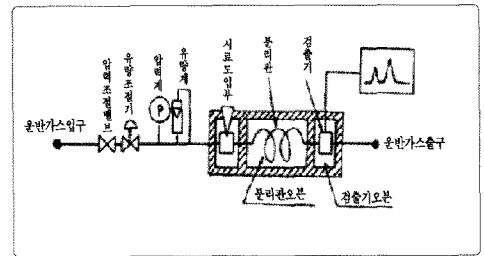
3-2. 가스크로마토그래피법

(Gas Chromatography)

이 법은 기체시료 또는 기화(氣化)한 액체나 고체 시료를 운반가스(Carrier Gas)에 의하여 분리,

관내에 전개시켜 기체상태에서 분리되는 각 성분을 크로마토그래피 적으로 분석하는 방법으로 일반적으로 무기물 또는 유기물의 대기오염 물질에 대한 정성(定性), 정량(定量) 분석에 이용한다.

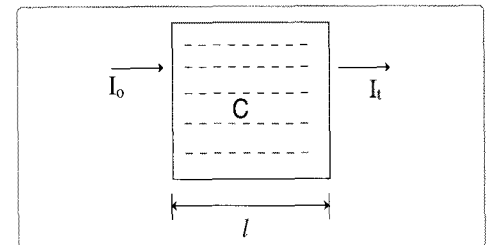
<그림 1> 가스크로마토그래피 장치



3-3. 흡광광도법(Absorptiometric Analysis)

이 시험방법은 시료물질이나 시료물질의 용액 또는 여기에 적당한 시약을 넣어 발색(發色)시킨 용액의 흡광도를 측정하여 시료중의 목적 성분을 정량하는 방법으로 파장 200~1,200nm에서의 액체의 흡광도를 측정함으로써 대기중이나 굴뚝배출 가스중의 오염물질 분석에 적용한다.

<그림 2> 흡광광도 분석방법 원리도



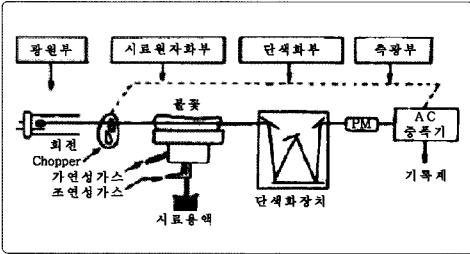
3-4. 원자흡광 광도법

(Atomic Absorption Spectrophotometry)

이 시험방법은 시료를 적당한 방법으로 해리(解離)시켜 증성원자로 증기화하여 생긴 기저상태(Ground State or Normal State)의 원자가 이 원자 증기층을 투과하는 특유파장의 빛을 흡수하는 현상을 이용하여 광전측광(光電測光)

과 같은 개개의 특유 파장에 대한 흡광도를 측정하여 시료중의 원소(元素) 농도를 정량하는 방법으로 대기 또는 배출 가스중의 유해 중금속, 기타 원소의 분석에 적용한다.

〈그림 3〉 원자흡광 분석장치의 구성

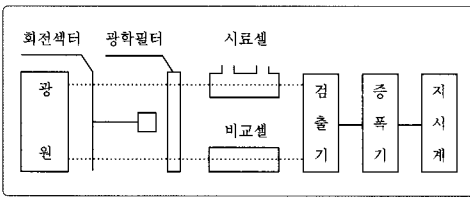


3-5. 비분산 적외선 분석법

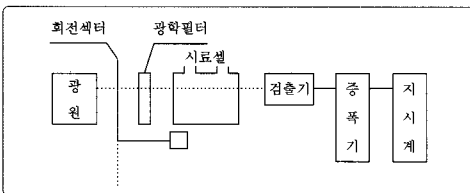
(Nondispersive Infrared Analysis)

이 시험법은 선택성 검출기를 이용하여 시료중의 특정 성분에 의한 적외선의 흡수량 변화를 측정하여 시료 중에 들어있는 특정 성분의 농도를 구하는 방법

〈그림 4〉 비분산 적외선 분석계의 구성



a) 복광속(複光束) 분석계



b) 단광속(單光束) 분석계

3-6. 이온크로마토그래피법

(Ion Chromatography)

이 방법은 이동상으로는 액체를, 그리고 고정상으로는 이온교환수지를 사용하여 이동상에

녹는 혼합물을 고분리능 고정상이 충전된 분리관내로 통과시켜 시료성분의 용출상태를 전도도 검출기 또는 광학 검출기로 검출하여 그 농도를 정량하는 방법으로 일반적으로 강수물(비, 눈, 우박 등), 대기먼지, 하천수중의 이온성분을 정성, 정량 분석하는데 이용한다.

VII. 시료채취방법

1. 개요

대기오염물질의 측정분석 과정을 시료채취와 시료분석으로 나누어 볼 때, 측정오차를 일으킬수 있는 부분은 대부분 시료채취이며, 여러가지의 대기오염물질 시료채취방법 중 먼지시료 채취방법이 대표적인 방법이라 할 수 있어 먼지시료의 채취 및 분석시 오차를 최소화하여 정확한 측정자료를 얻는 데 필요한 최소한의 절차를 나타내고자 한다.

2. 시료채취 준비

2-1. 시료채취기(Stack Sampler)

대기오염공정시험방법에 정하는 규격에 적합한 것으로 측정결과산정에 필요한 항목(가스메타 온도 및 압력, 오리피스압차 등)의 측정이 가능해야 한다.

- (1) 진공펌프
- (2) 유량계
- (3) 경사마노메타
- (4) 압력계(부착된 경우)
- (5) 유량조절밸브
- (6) 온도표시부, 각종 코드 접속부 등

2-2. 시료채취관(Probe)

측정하고자 하는 굴뚝직경에 적합한 길이를 가져야 하며 흡인노즐, 여과지 홀더, 피토우관, 온도센서 등의 위치는 대기오염공정시험방법의 규정에 적합해야 하며, 먼지 이외의 가스상오염

물질의 시료채취에 사용되는 채취관 재질 등은 대기오염공정시험방법 제3장 제1절 제1항의 규정을 따라 정한다.

- (1) 채취관
- (2) 노즐
- (3) 여과지 홀더
- (4) 피토우관
- (5) 온도계 센서

2-3. 연결관(도관, umbilical code)

적절한 길이와 산성가스 등에 쉽게 부식되지 않는 재질로 필요에 따라서 가열할 수 있어야 한다. 관내의 수분, 오염물 등이 차있지 않도록 수시로 압축공기 등으로 청소한다. 피토우관 연결관도 같은 방법으로 청소하며, 채취관, 시료 채취기 등과의 연결부위는 새는 곳이 없도록 진공그리스, 연결잭, 테프론테이프 등으로 적절한 조치를 취한다.

2-4. 임핀저 트레인(Impinger Train)

산성가스 흡수, 흡인가스 온도조절, 수분제거 등의 목적으로 2개 이상의 임핀저(흡수병)를 연결해 놓은 것으로 각각의 임핀저와 연결부위는 외부 공기가 유입되지 않도록 해야 하며, 시료 가스 흡인을 위한 연결시 방향이 바뀌지 않도록 주의한다.

- (1) 흡수부
- (2) 수분제거

2-5. 여과지 가열부(주 시험방법 중 II형의 경우)

원형여과지를 사용하는 경우 여과지 및 여과지 홀더에 수분이 응축되지 않도록 가열하는 것으로, 시료채취관 및 연결관도 가열 또는 보온이 되어야 한다. 정기적인 연결, 가열 또는 보온재의 상태 등을 사전에 점검한다.

2-6. 수분량 측정장치

굴뚝배출가스 중의 수분을 측정하기 위한 시료

채취관, 흡습관, 냉각조 등으로 구성된다.(공정 시험방법 참조)

(1) 시료채취관

채취관 전단부에는 먼지 등의 흡인을 방지하기 위한 여과재(유리섬유등)가 적당량(가스 흡인에 방해가 되지 않을 정도) 채워져 있는가, 채취관에 수분이 응축되지 않도록 가열 또는 보온은 가능한가 확인

• 대책 : 가열(보온) 대책 강구, 채취관 교체 등

(2) 흡습관

흡습제(무수염화칼슘 등)의 입경, 채운량은 적당인가, 흡습관의 연결은 제대로 되었는가, 무게는 달았는지 확인

• 대책 : 가능한 작은 입경의 흡습제로 교환, 신속한 무게 측정 등

(3) 냉각조

원활한 수분응축을 위한 얼음 등을 채울 수 있는지 확인

• 대책 : 운반, 측정에 적당한 크기로 조절

2-7. 산소측정기

대기중의 산소를 측정하여 기기 자체 보정 또는 눈금 등을 조정하여야 하며, 자동측정기는 측정 셀의 교환주기 등을 수시점검 한다. 대기오염 공정시험방법 제3장 제2절 제25항 참조

2-8. 기타 준비사항

- (1) 저울
- (2) 온도계
- (3) 기압계
- (4) 여과지
- (5) 흡습제
- (6) 계산자 및 계산기
- (7) 초시계
- (8) 줄 자
- (9) 전선 및 변압기
- (10) 로 프

- (11) 안전장비
- (12) 무 전 기
- (13) 측정기록지
- (14) 기타 공구류 등

3. 시료채취과정

3-1. 장비의 연결

시료채취관, 임핀저 트레인, 가스흡인 및 동·정압측정 연결관, 시료채취기 등의 순서(특히 임핀저, 노즐 방향)가 바뀌지 않았는지 점검하면서 연결한다.

3-2. 막힘 및 누출 확인

(1) 펌프가동

“3-1”항과 같이 연결 후, 펌프를 가능한 평균 시료채취량(분당 유량 또는 오리피스 차압 계로 확인) 이상으로 가동시킨다.

(2) 압력확인

진공계이지 또는 분당유량계를 확인하여 진공계이지 압력이 5inHg이상이거나, 분당 유량이 펌프만 가동시보다 30%이상 저하될 경우는 진공펌프, 임핀저트레인, 시료채취관 및 연결부위 등을 다시 점검하여 압력이 과다하게 걸리는 부분을 조치한다.

(3) 밀폐조작

(2)항 내용이 이상 없거나 조치를 마친 경우에는 일련의 장치를 연결한 후 (1)항과 같이 펌프를 가동시키고, 가스가 흡인 되는 노즐 끝을 막는다.

(4) 단계적 조치

흡수병의 기포발생여부와 유량계를 확인하여 평균시료채취량의 5%이내 또는 유량이 0.5ℓ 이하가 되는지 확인한다. 그 이상일 경우에는 어느 부위에선가 누출되고 있으므로 진공펌프, 임핀저트레인, 연결관, 시료채취관 등을 단계적으로 점검하여 반드시 조치한다.

3-3. 측정공에서의 채취차

(1) 시료채취관

노즐 및 피토우관의 방향이 배출가스 흐름에 수직이 되도록 해야하며, 사전에 채취관 끝에 표시를 해두면 보다 쉽게 방향을 조정할 수 있다.(시료채취시 오차발생가능율이 높은 부분이므로 세심한 주의 필요)

(2) 임핀저트레인

연결부위, 기포상태 점검, 연결관상태(뭉침, 꺾임 등) 등을 수시로 확인하고 문제발생시 즉시 조치 또는 상호간 연락을 통한 시료채취시간 재조정등의 조치를 취한다.

(3) 채취종료직전 조작

시료채취가 끝나면 시료채취관 노즐끝이 위를 향하게 하여 포집된 먼지가 떨어져 흐르지 않도록 주의하면서 시료채취관을 꺼낸다.

(4) 종료 후 조작

여과지 홀더가 식은 후에 여과지 파손 또는 손실, 오염물질이 묻지 않도록 주의하면서 여과지를 꺼내서 보관한다.

자료제공 : 환경보전협회 환경연수처
다음호에 계속...

