

제 3 항 기체크로마토그래피법(Gas Chromatography)

1. 적용범위

이 시험방법은 시료를 기체화하여 운반가스로 이동시킨 후 이를 컬럼 내에서 분리·전개하여 각 성분을 분석하는 방법으로 공기 중 악취성분에 대한 정성 및 정량 분석에 적용 한다

2. 개 요

2.1 이 시험방법에서 충전물로서 흡착성 고체분말을 사용할 경우에는 기체-고체 크로마토그래피(GSC)라 하고, 적당한 고체지지체(solid support)에 정지상 액체를 입힌 것을 사용할 경우에는 기체-액체 크로마토그래피(GLC)라 한다.

2.2 일정유량으로 유지되는 운반기체(carrier gas)는 전처리 장치를 거쳐 시료주입부로부터 분리관내로 흘러서 검출기를 통하여 외부로 방출된다. 이때, 전처리장비, 시료주입부, 컬럼, 검출기 등은 필요한 온도를 유지해 주어야 한다.

2.3 시료주입부로 기체, 액체를 도입하면 기체는 그대로, 액체는 가열, 기화되어 운반기체에 의하여 컬럼 내로 유입되고 시료중의 각 성분은 충전물에 대한 각각의 흡착성 또는 용해성의 차이에 의하여 컬럼 내에서의 이동속도에 의하여 각각 분리되고 컬럼 출구에 접속된 질량분석계를 차례로 통과하게 된다.

2.4 검출기는 일반적으로 성분의 양과 일정한 관계가 있는 전기신호로 변환시켜 기록장치(PC등 다른 데이터 처리장치)에 보내어 분리된 각 성분에 대응하는 일련의 피크(peak)로 나타나는 크로마토그램(chromatogram)을 얻을 수 있는 것을 의미한다.

2.5 설정된 조건에서 시료를 컬럼에 주입시킨 후, 그 중의 어떤 성분이 검출되어 피크를 보일 때까지의 시간을 머무름 시간(retention time)이라 하며 이 머무름 시간에 운반기체의 유량을 곱한 것을 머무름부피(retention volume)라 한다. 이 값은 어떤 특정한 실험조건 하에서는 그 성분물질마다 고유한 값을 나타내기 때문에 정성분석을 할 수

있으며, 피크면적 또는 피크높이는 시료성분량과 일정한 관계가 있기 때문에 이것에 의하여 정량분석을 할 수 있다.

3. 장치

이 시험방법을 위한 장치의 기본구성은 크게 전처리장치(농축장치 등), 기체크로마토그래피 및 검출기로 구성된다.

3.1 운반기체 유로

운반기체는 유량조절부와 컬럼 유로로 구성된다.

3.1.1 유량조절부는 컬럼 입구의 압력을 일정하게 유지하여 주는 압력조절밸브, 컬럼 내를 흐르는 기체의 유량을 일정하게 유지하여 주는 유량조절기 등으로 구성되며 유량 조절기를 갖는 장치는 유량조절기의 일차압력을 일정하게 유지해 주어야 하며 배관의 재료는 내면이 비활성 처리된 깨끗한 금속 또는 유리재질이어야 한다.

3.1.2 컬럼 유로는 시료 주입부, 컬럼, 검출기 연결배관으로 구성된다. 배관의 재료는 스테인리스강 또는 유리 등 부식에 대한 저항이 큰 것이어야 한다.

3.2 시료주입부

3.2.1 시료주입부는 열안정성이 좋고 탄성이 좋은 실리콘 고무와 같은 격막이 있는 시료 기화실로서 컬럼 온도와 동일하거나 또는 그 이상의 온도를 유지할 수 있는 가열기구가 갖추어져야 하고, 필요하면 온도조절기구, 온도측정기구 등이 있어야 한다.

3.2.2 시료상태가 기체, 액체 또한 컬럼이 충전컬럼, 모세관컬럼에 따라서 적합한 주입법을 결정할 수 있다. 주입방법은 크게 주사기 주입법과 밸브 주입법으로 구분되고, 수동 주입법과 자동 주입법 장치 또는 기타 장치로 시료를 주입 할 수 있어야 한다.

3.3 컬럼 오븐(column oven)

컬럼 오븐은 내부용적이 분석에 필요한 길이의 컬럼을 수용할 수 있는 크기이어야 한다. 온도를 조절할 수 있는 가열장치(승온조작), 온도조절기구, 온도측정기구 등으로 구성된다. 오븐 내 전체의 온도가 균일하게 조절되고, 냉각 및 가열이 신속하여야 한다. 설정온도에 대하여 온도조절 정밀도는 $\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 의 범위 이내, 전원 전압변동 10%에 대하여도 온도변화가 $\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 범위 이내이어야 한다.

3.4 일반 GC 검출기

기체크로마토그래피 분석에 사용하는 검출기는 각각 그 목적에 따라 다음과 같은 것을 사용한다.

3.4.1 불꽃이온화검출기(Flame Ionization Detector, FID)

불꽃이온화검출기는 수소연소노즐(nozzle), 이온수집기(ion collector)와 함께 배기구로 구성되는 본체와 전극 사이에 직류전압을 주어 흐르는 이온전류를 측정하기 위한 직류 전압 변환회로, 감도조절부, 신호감쇄부 등으로 구성된다.

3.4.2 기타 검출기

기타 목적에 따라 전자포획형 검출기(Electron Capture Detector, ECD), 불꽃염광광도 검출기(Flame Photometric Detector, FPD), 질소인검출기(Nitrogen Phosphorus Detector, NPD)등을 사용할 수도 있다. 단, 방사성 동위원소를 사용하는 검출기에 대하여는 별도로 과열방지장치, 누출방지장치 등을 설치해야 한다.

3.5 질량선택성 검출기(Mass Selective Detector)

질량 선택성 검출기 혹은 질량분석기는 일반적으로 시료주입부, 이온원, 질량분석관, 검출기 및 이를 조절하고 결과 데이터를 보관하는 데이터 처리장치로 구성된다.

3.5.1 시료주입법

시료주입법으로는 기체크로마토그래피를 통해 주입하는 방법이 있다. 기체크로마토그래피를 통한 주입법은 기체크로마토그래피에서의 높은 압력과 질량분석계의 낮은 압력 때문에 컬럼과 이온원의 연결시스템을 이용하여 장착하는데 여러 가지 방법이

사용되어 왔으나, 최근에는 주로 모세관컬럼이 사용되므로 모세관컬럼을 통하여 이온 화실로 직접 연결하는 방법을 사용한다.

3.5.2 전자충격 이온화법(Electron Impact ionization, EI)

전자충격 이온화법은 일반적으로 널리 쓰이는 이온화법이며, 고속전자로 기체상태의 중성 시료분자를 때려서 전자를 떼어내 분자이온(양이온, M^+)을 생성한다. 중성분자(M)에서 분자이온(M^+)를 만드는데 필요한 최소한의 에너지를 이온화에너지(ionization energy, IE)라하고, 유기화합물의 이온화에너지는 8~12 eV (800~1200 kJmol^{-1})가 사용된다.



생성된 분자이온 중 내부에너지가 큰 상태인 것들은 분해하여 토막이온(fragment ion)을 만든다.



생성된 이온과 중성분자간의 이분자반응(이온-분자반응)에 의한 이온 생성을 없애기 위하여 이온원 내의 압력을 10^{-5} torr 이하로 낮추어야 한다.

필라멘트에서 방출되는 전자살은 이온화 효율이 높고 전자에너지 변화에 따른 질량 스펙트럼의 변화가 적은 70 eV의 운동에너지를 갖는 전자살을 사용하여 표준 질량 스펙트럼을 얻는다. 질량스펙트럼은 분자이온과 토막이온들을 질량대전하비(m/z) 별로 분리 검출하여 기록된 것이다. 표준 질량스펙트럼은 라이브러리(Library)로 저장되어 있고, 이것과 미지시료의 질량 스펙트럼을 비교하여 물질을 확인한다.

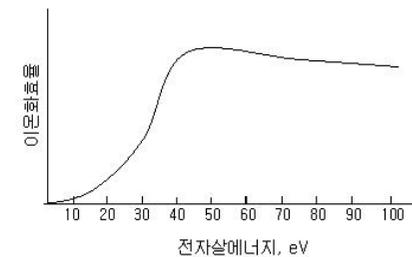


그림 1. 이온화 효율

3.5.3 질량분석관(Mass Analyzer)

물리적 방법에 의해서 이온을 질량대전하비(m/z)에 따라 분리하는 장치로서 자기장과 전기장이 단독으로 또는 함께 사용된다. 분석관(Analyzer)으로는 자기장부채꼴, 사중극자, 이온트랩, 비행시간형 등이 있다.

3.5.3.1 사중극자분석관(Quadrupole Analyzer)

사중극자는 네 개의 평행 금속봉으로 이루어져 있으며, 비교적 넓은 범위의 운동 에너지를 갖는 이온을 통과시킬 수 있다. 사중극자의 단면은 x축과 y축을 대칭축으로 하는 두 개의 쌍곡선 즉, $x^2 - y^2 = r_0^2$ 으로 표현된다. 이온은 네 개의 금속봉 사이의 공간을 z축 방향으로 진행하며 이때 각 금속봉에 직류(U)와 교류($V \cos \omega t$)를 함께 걸어준 포텐셜 펄스(Potential Pulse)에 의해 질량분리가 일어난다.

3.5.3.2 이온트랩분석관(Ion Trap Analyzer)

중앙에 도너츠 모양의 고리형(Ring)전극과 한쌍의 덮개형(End cap)전극으로 이루어져 있다. 가변성 라디오진동수 전위 $[U + V \cos(\omega t)]$ 가 고리형 전극에 걸리고, 두 덮개형 전극은 접지되어 있다. 적당한 m/z 값을 가지는 이온은 고리전극 주위의 공간 안에서 일정한 궤도로 돌게 된다. 라디오진동수 전위가 증가함에 따라 무거운 이온의 궤도는 안정화되고 가벼운 것은 불안정해져서 고리전극의 벽에 충돌하게 된다. 전자충격이나 화학적 이온화 발생원으로부터 생성된 이온다발이 상층 덮개형 전극에 있는 그물을 통하여 도입된다. 이어서 라디오진동수 전위가 주사되면 이온은 불안정해져서 포착된 이온은 하층의 덮개형 전극에 있는 구멍을 통하여 고리전극 공간을 떠나게 된다. 방출된 이온은 검출기로 간다.

3.5.3.3 질량분석기의 검출기

전자증배관(Electron Multiplier, EM)은 Cu-Be와 같은 합금으로 만들어진 여러개의 다이노드(Dynode)로 이루어진 검출기이다. 대개의 전자증배관은 12개 내지 20개의 다이노드를 갖는다. 작동원리는 고속 이온에 의한 이차전자 발생 시 양자수율이 매우 높고 전자증배가 크므로 매우 높은 감도를 나타낸다.

4. 운반기체

운반기체는 충전물이나 시료에 대하여 불활성이고 사용하는 질량분석계의 작동에 적합한 순도 99.999 % 이상의 고순도 헬륨기체를 사용한다.

5. 컬럼, 충전물질 및 충전방법

5.1 컬럼

기체크로마토그래피에 사용되는 컬럼 충전제는 그 종류가 아주 다양하며 충전제를 적절하게 선택하는 것은 기체크로마토그래피에 있어서 대단히 중요한 일이다.

기체크로마토그래피는 GSC(Gas-Solid Chromatography)와 GLC(Gas-Liquid Chromatography)로 분류되며, 충전제도 그에 준하여 분류할 수 있다. 모세관 칼럼은 석영관 내벽에 흡착형 충전물질, 정지상액체, 다공성 고분자를 코팅하여 이 물질에 의해서 분석성분의 분배가 일어나 분리가 된다. 모세관 칼럼은 칼럼의 길이를 매우 길게 할 수 있어 충전형 칼럼에 비하여 고분해능의 분리가 가능한 장점이 있다.

5.2 충전물질

5.2.1 흡착형 충전

충전 사용하는 흡착제는 주로 무기가스와 탄화수소가스의 분석에 적합하다. 입도는 30~60메쉬(mesh), 60~80메쉬, 80~100메쉬 것이 일반적으로 사용된다. 흡착제를 시료 성분의 분리에 적합하게 활성화시켜서 이용하며, 흡착제에 소량의 고정상 액체를 함침시켜 흡착 효과와 분배작용을 동시에 이용하는 경우도 있다. 흡착제로는 활성탄, 실리카겔, 분자체(Molecular Sieve), 활성알루미나 등이 널리 사용된다. 모세관 칼럼에서는 이러한 흡착형 충전물질에 석영관 내벽에 코팅되어 있다.

5.2.2 분배형 충전물질

충전칼럼을 사용하는 기체-액체 크로마토그래피에서는 위에 표시한 입경범위에서의 적당한 담체에 고정상 액체를 함침 시킨 것을 충전물로 사용한다. 대부분의 모세관 컬럼에서는 석영관 내부가 담체 역할을 하고, 내벽에 고정상 액체가 화학적 결합에 의한 코팅으로 단단히 입혀져 있다.

5.2.2.1 고체지지체(Support)

충전형 칼럼에서만 사용되는 담체는 시료 및 고정상액체에 대하여 불활성인 것으로 분리 기능상으로는 아무 효과가 없다. 종류로는 규조토, 단열내화벽돌, 유리, 석영, 합성수지 등을 사용하며 각 분석방법에서 전처리를 규정한 경우에는 그 방법에 따라 산처리, 알칼리처리, 실란처리(silane finishing) 등이 된 것을 사용한다.

5.2.2.2 고정상 액체(Stationary Liquid)

충전형 칼럼의 담체에 함침 시켜 고정상으로 사용되는 액체에는 그 종류가 무수히

많다. 보통 비등점이 높은 액체가 사용되는데 고정상 액체는 가능한 한 다음의 조건을 만족시키는 것을 선택한다. 모세관 컬럼에 사용되는 고정상도 아래의 조건을 만족시켜야 한다.

- ① 분석대상성분을 완전히 분리할 수 있는 것이어야 한다.
- ② 사용온도에서 증기압이 낮고, 점성이 작은 것이어야 한다.
- ③ 화학적으로 안정된 것이어야 한다.
- ④ 화학적 성분이 일정한 것이어야 한다.

5.2.3 다공성 고분자형 충전물

이 물질은 다이비닐벤젠(Divinyl Benzene)을 가교제(Bridge Intermediate)로 스타이렌 단량체를 중합시킨 것과 같이 고분자 물질을 단독 또는 고정상 액체로 표면처리 하여 사용 한다.

6. 조작법

6.1 설치조건

6.1.1 기체크로마토그래피/질량분석계(GC/MS)의 설치장소

설치장소는 진동이 없고 분석에 사용되는 유해물질을 안전하게 처리할 수 있으며 부식 가스나 먼지가 적고 상대습도 85 %이하로서 직사광선이 내리쬐지 않는 곳으로 한다.

6.2.2 전기관계

전기관계는 다음과 같은 조건을 갖추어야 한다.

5.2.2.1 전원 : 공급전원은 지정된 전력용량 및 주파수이어야 하고, 전원변동은 지정전압의 $\pm 10\%$ 이내로서 주파수의 변동이 없어야 한다.

5.2.2.2 전자기유도 : 대형변압기, 고주파 가열로와 같은 것으로부터 전자기의 유도를 받지 않아야 한다.

5.2.2.3 접지점 : 접지저항 10 Ω 이하의 접지점이 있어야 한다.

6.2 분석전 준비

6.2.1 장치의 설치

6.2.1.1 가스류의 배관 : 장치를 설치하고 가스류의 배관을 한 다음, 가스의 누출이 없는가를 확인한다. 이때 가스통은 화기가 없는 그늘진 곳에 넘어지지 않도록 고정하여 설치한다.

6.2.1.2 전기배선 : 장치에 전원을 배선하고 접지점에 접지선을 연결한다. 또 필요한 부분의 배선을 확인한다.

6.2.1.3 컬럼의 부착 및 가스누출 시험

각 분석방법에 규정된 방법에 따라 제조된 컬럼을 장치에 부착한 후, 운반기체의 압력을 사용압력 이상으로 올리고, 컬럼 등의 접속부에 전자식 누출감지기를 사용하여 가스 누출시험을 하며 누출이 없음을 확인한다.

6.2.2 시료의 준비

분석하는 시료를 각 분석방법에 규정된 방법에 의하여 준비한다.

6.3 조 작

6.3.1 분석조건외 설정

각 분석방법에 규정된 방법에 의하여 다음 항목을 소정의 값으로 조절한다.

6.3.1.1 운반가스 유량

6.3.1.2 시료 기화실 온도 및 MS 이송관(transfer-line) 온도

6.3.1.3 컬럼온도(승온법을 사용하는 경우에는 초기온도, 승온온도, 최종온도 등의 각종 프로그램)

6.3.1.4 검출기 감도

6.3.2 바탕선의 안정도 확인

검출기 및 기록계를 소정의 작동상태로 하여 바탕선의 안정상태를 확인 한다.

6.3.3 시료의 주입

6.3.3.1 기체시료 : 보통 기체시료 도입을 위한 전처리장치(농축장치 등)를 사용하거나 기체주입용 스위칭 기체밸브 또는 주사기(통상 0.5~5 mL)를 사용하여 주입할 수 있다.

6.3.3.2 액체시료 : 액체시료는 시료 주입량에 따라 적당한 부피의 미량주사기(micro syringe, 1~100 μL)를 사용하여, 시료 주입구에 빠르게 주입한다.

6.3.3.3 고체시료 : 고체시료는 용매에 용해시켜 “6.3.3.2 액체시료”의 방법으로 주입 한다.

7. 분리의 평가

분리의 평가는 컬럼 효율과 분리능에 의한다.

7.1 컬럼 효율

컬럼 효율은 보통 이론단수(Theoretical Plate Number) 또는 이론단 해당높이(Height Equivalent to a theoretical plate, HETP)로 표시하며, 크로마토그램상의 피크로부터 다음 식에 의하여 구한다.

$$t' = (N) \approx 16 \left(\frac{t_R}{W} \right)^2 \quad (\text{식 1})$$

- 여기서,
- t_R : 시료 도입점으로부터 피크 최고점까지의 길이(머무름시간)
 - W : 피크의 좌우 변곡점에서 접선이 자르는 바탕선의 길이
 - $HETP \approx \frac{L}{N}$
 - L : 컬럼의 길이(m)

7.2 분리능

근접한 두개의 피크에 대한 분리의 정도를 나타내기 위하여 분리계수 또는 분리도를 가지고 다음과 같이 정량적으로 정의하여 사용한다.

$$R = \frac{t_{R2} - t_{R1}}{W_1 + W_2} \approx \frac{2(t_{R2} - t_{R1})}{W_1 + W_2} = \frac{2d}{W_1 + W_2} \quad (\text{식 2})$$

- 여기서,
- t_{R1} : 시료도입점으로부터 피크 1의 최고점까지의 길이
 - t_{R2} : 시료도입점으로부터 피크 2의 최고점까지의 길이
 - W_1 : 피크 1의 좌우 변곡점에서의 접선이 자르는 바탕선의 길이
 - W_2 : 피크 2의 좌우 변곡점에서의 접선이 자르는 바탕선의 길이
 - d : 피크사이의 거리 ($t_{R2} - t_{R1}$)

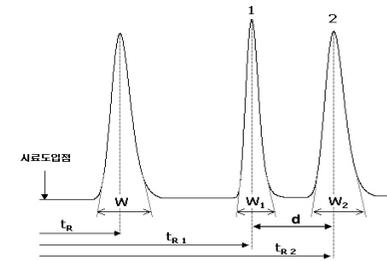


그림 2. 피크 분리능

8. 정성분석

정성분석은 동일 조건하에서 특정한 미지성분의 머무름 값과 예상되는 표준물질의 피크 머무름 값을 비교하여야 한다. 그러나 어떤 조건에서 얻어지는 하나의 피크가 한 가지 물질에 반드시 대응한다고 단정할 수는 없으므로 고정상 또는 컬럼 온도를 변경하여 측정하거나, 표준품 스펙트럼과의 비교분석 및 라이브러리(library) 상에서 각 물질의 표준 질량스펙트럼을 확인 등 가능한 정확한 구조해석 방법을 병용하는 것이 좋다. 머무름 값의 종류로는 머무름시간(retention time), 머무름부피(retention volume), 상대 머무름(relative retention), 머무름비(retention ratio), 머무름지수(retention index) 등이 있다. 머무름 시간을 측정할 때는 3 회 측정하여 그 평균치를 구한다. 일반적으로 5~30 분 정도에서 측정하는 피크의 머무름 시간은 반복시험을 할 때 $\pm 3\%$ 오차범위 이내이어야 한다. 머무름 값의 표시는 무효부피(dead volume)의 보정유무를 기록하여야 한다.

9. 정량분석

정량분석은 각 분석방법에 규정하는 방법에 따라 시험하여 얻어진 크로마토그램의 재현성, 시료성분의 양, 피크면적 또는 피크높이와의 관계를 검토하여 분석한다. 이때 정확한 정량 결과를 얻기 위해서는 크로마토그램의 각 피크는 대칭적이고 각각 완전히 분리되어야 한다.

9.1 정량법

측정된 넓이 또는 높이와 성분량과의 관계를 구하는 것은 다음 방법에 의한다.

9.1.1 절대검량선법

기체크로마토그래피(GC)에 주입된 기체농도의 표준시료성분의 피크와 실제시료 중의 동일한 성분의 피크의 두 면적 또는 높이의 절대값을 비교함으로써 정량한다. 정량 정도는 시료 주입량의 정도에 전적으로 의존한다.

9.1.2 수정면적 백분율법

주입한 시료의 전체 성분이 용출되고, 용출된 성분의 상대감도가 구해진 경우¹⁾는 다음 식에 의하여 정확한 함유율을 구할 수 있다.

$$X_i(\%) \approx \frac{\frac{A_i}{f_i}}{\sum_{i=1}^n \frac{A_i}{f_i}} \times 100 \quad (\text{식 3})$$

여기서,

- f_i : i 성분의 상대감도
- n : 전 피크 수

9.1.3 내부표준법

정량하려는 성분의 순수물질(X) 일정량에 내부표준물질(S)²⁾의 일정량을 가한 혼합 시료의 크로마토그램을 기록하여 피크면적을 측정한다. 횡축에 정량하려는 성분량(M_X)과 내부표준물질량(M_S)의 비(M_X/M_S)를 취하고 분석시료의 크로마토그램에서 측정된 정량할 성분의 피크면적(A_X)과 표준물질 피크면적(A_S)의 비(A_X/A_S)를 취하여 그림 3과 같은 검량선을 작성한다.

시료의 기지량(M)에 대하여 표준물질의 기지량(n)을 검량선의 범위 안에 들도록 적당히 가해서 균일하게 혼합한 다음, 표준물질의 피크가 검량선 작성 시와 거의 같은 크기가 되도록 주입량을 가감해서 동일조건하에서 크로마토그램을 기록한다. 크로마토그램으로부터 기지성분 피크면적(A'_X)와 표준물질 피크면적(A'_S)의 비(A'_X/A'_S)를 구하고, 검량선으로부터 기지성분량(M'_X)과 표준물질량(M'_S)의 비(M'_X/M'_S)가 얻어지면, 다음 식에 따라 함유율(X)을 산출한다.

주 1) 상대 감도를 구하는 법 : 성분량(무게, 부피, 몰)을 알고 있는 혼합시료의 크로마토그램으로부터 각 성분의 피크 넓이를 측정하여 단위성분량당의 면적을 산출한다. 특정성분에 대한 비를 구하면 상대감도가 된다. 상대감도의 역수는 보정계수라 부르며 이것을 사용하는 경우에는 피크 면적에 이것을 곱하면 된다.

주 2) 내부 표준물질에는 그 피크가 정량하려는 성분 피크의 위치에 가능한 한 가깝고, 시료 중의 다른 성분 피크와도 완전히 분리되는 안전한 물질을 선택한다.

$$X(\%) \approx \frac{\left(\frac{MP_X}{MP_S}\right) \times n}{M} \times 100 \quad (\text{식 4})$$

또한, 피크면적 대신에 피크높이를 사용하여도 좋다. 이 방법을 시료중의 각 성분에 적용하면 시료의 조성을 구할 수가 있다.

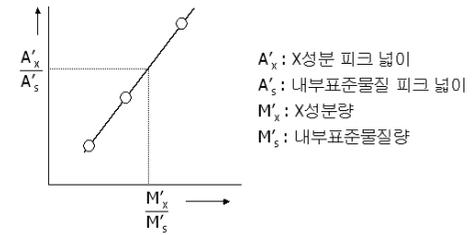


그림 3. 검량선 작성

9.1.4 추가법: 시료의 크로마토그램으로부터 성분 A 및 다른 임의의 성분 B의 피크 면적 a_1 및 b_1 을 구한다. 다음에 시료의 일정량 W에 성분 A의 기지량 ΔW_A ³⁾을 가하여 다시 크로마토그램을 기록하여 성분 A 및 B의 피크면적 a_2 및 b_2 를 구하면 K의 정수로 해서 다음 식이 성립한다.

$$\frac{W_A}{W_B} \approx K \frac{a_1}{b_1}$$

$$\frac{W_A + \Delta W_A}{W_B} \approx K \frac{a_2}{b_2} \quad (\text{식 5})$$

여기서, W_A 및 W_B 는 시료 중에 존재하는 A 및 B성분의 양, K는 비례상수이며 위 식으로부터 성분 A의 부피 또는 무게 함유율 X(%)는 다음 식으로 구한다.

$$X(\%) \approx \frac{W_A}{\left(\frac{a_2}{b_2} \frac{b_1}{a_1} - 1\right) W} \times 100 \quad (\text{식 6})$$

주 3) ΔW_A 의 양은 a_2/b_2 의 값이 1.2~2.0의 사이에 있도록 가하여야 한다.

9.2 정량결과의 표시방법

“9.1”에서 얻어진 정량결과는 몰(mole) 농도로 표시한다.

9.3 검출한계

검출한계는 각 분석방법에서 규정하는 조건에서 출력신호를 기록할 때, 잡음신호(noise)의 3배 이상의 신호를 검출한계로 한다 (S/N 비 >3)

9.4 정밀도의 판정

동일인이 동일 장치로 각 분석방법에 규정하는 횟수의 측정을 반복해서 시행할 때, 그 결과의 차이가 일반적으로 상대표준편차 $\pm 20\%$ 를 초과해서는 안된다.

10. 기재요령

기체크로마토그래피 질량분석법에 의하여 정량분석을 할 때에는 다음과 같은 사항을 기재하여야 한다.

10.1 적용범위 : 대상시료 분석성분 및 그 농도범위

10.2 시료 : 시료채취장치, 채취방법, 전처리 및 보존방법

10.3 장치

10.3.1 전처리장치 : 농축방식, 온도범위, 가스연결시스템

10.3.2 기체크로마토그래프

사용한 컬럼의 재질, 길이, 내경, 온도범위, 유로구성 등

10.3.2.1 질량분석계 : 종류 및 소요감도

소요감도는 특정성분의 일정량을 주입했을 때의 크로마토그램의 피크(높이 또는 면적)로 규정하며 그 시험방법도 명기한다.

10.3.2.2 기록계 : 앞에 규정한 이외의 것을 사용할 때는 그 특성을 명기한다.

10.3.2.3 시료주입장치 : 검량도입을 필요로 하는 정량방법을 사용할 때는 시료도입 장치의 종류와 특성을 명기한다. 시료도입장치의 특성은 동일 시료를 반복하여 도입 했을 때의 크로마토그램 피크의 면적의 반복 정밀도로 규정한다.

10.3.2.4 충전물질의 종류, 입도, 담체, 정지상액체의 농도, 충전일자 및 제조방법을 명기한다. 여기서 충전물질의 입도는 그 크기가 한정되어 있지 않을 때에는 요구되는 분리능, 머무름 값의 최대 최소치 등을 규정하고 이에 일치되는 대표적인 사례를 명기한다. 이때에는 제반 특성의 시험방법도 명기하는 것이 좋다.

10.3.3 분석조건

10.3.3.1 온도 : 컬럼 오븐, 시료도입부

10.3.3.2 운반기체 : 종류, 단위시간당 유량

10.3.3.3 시료주입 : 도입량, 분석(도입) 횟수

10.3.4 성분의 확인방법 : 대표적인 크로마토그램의 보기를 나타낼 것.

10.3.5 정량법

10.3.5.1 피크의 측정방법 : 적분계를 사용하는 경우에는 그 적분계에 요구되는 정밀도 등을 명기한다.

10.3.5.2 정량방법의 종류 : 검량선이나 보정계수를 이용할 때는 그 검량선이나 보정계수를 보기로 나타낸다.

10.3.5.3 표준물질 : 종류, 순도와 혼합물질 경우에는 농도 및 제조방법을 명기한다.

10.3.6 분석결과의 표시

10.3.6.1 수치의 취급 : 유효숫자를 명기

10.3.6.2 표시방법 : 측정값 명기

10.3.6.4 표시단위 : 화학량 농도표시는 농도 SI 단위 mole로 표시한다.