

벤조(a)피렌-기체크로마토그래피-질량분석법

2018

(Benzo(a)pyrene-gas chromatography-mass spectrometry)

1.0 개요**1.1 목적**

이 시험기준은 토양 중 벤조(a)피렌을 분석하는 방법으로, 속슬레 추출이나 초음파 추출방법으로 추출하여 실리카겔 또는 알루미나 컬럼을 통과시켜 정제한 다음, 농축하여 기체크로마토그래피-질량분석계로 측정하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험기준은 토양시료 중 벤조(a)피렌을 기체크로마토그래피-질량분석계 (GC-MS, gas chromatography-mass spectrometer)로 분석하는 방법에 적용한다.

1.2.2 이 시험기준에 의한 토양 중 벤조(a)피렌의 정량한계는 0.005 mg/kg 이다.

1.3 간섭물질

1.3.1 해당 매질 또는 추출 용매 안에 함유하고 있는 불순물이 분석을 방해할 수 있다. 이 경우 방법바탕시료나 시약바탕시료를 분석하여 확인할 수 있다. 방해물질이 존재하면 용매를 증류하거나 정제용 컬럼을 이용하여 제거한다. 고순도의 시약이나 용매를 사용하면 방해물질을 최소화할 수 있다.

1.3.2 초자류는 사용 전에 아세톤, 분석 용매 순으로 각각 3 회 세정한 후 건조시킨 것을 사용하여 오염을 최소화할 수 있다.

1.3.3 높은 농도의 시료와 낮은 농도의 시료를 연속하여 측정할 때에는 오염의 가능성이 있으므로 용매를 사용하여 점검하는 것이 좋다.

2.0 용어정의

2.1 동위원소 치환 내부표준물질

동위원소 치환 내부표준물질은 분석물질에 동위원소로 치환한 물질로 물리적 및 화학적 성질이 유사하여 정량분석에서 내부표준물질로 사용하면 좋다.

3.0 분석기기 및 기구

3.1 농축장치

3.1.1 회전증발 농축기

회전증발 농축기는 증류플라스크, 농축수집기, 물중탕기, 냉각장치 등으로 구성되어야 한다. 농축하고자 하는 용매의 특성(끓는점)을 고려하여 물중탕기의 온도를 설정한다. 농축하는 동안 냉각수 순환장치를 이용하여 냉각수를 흘려주며, 냉각수 순환장치가 없는 경우 수돗물을 계속해서 흘려보내준다. 시료의 농축에 앞서 농축기와 수집기의 연결부분을 아세톤 및 노말헥산으로 3 회 이상 세척하여 교차오염 등을 방지한다.

3.1.2 질소농축기

질소 농축기는 질소기체가 연결될 수 있는 미세관과 테프론으로 코팅된 바늘, 가스의 유량조절이 가능한 유량계, 시료용기를 고정할 수 있는 장치로 구성되어 있다. 시료의 농축에 앞서 농축기의 바늘부분은 아세톤 및 노말헥산으로 3 회 이상 세척하여 교차오염 등을 방지하고 농축 시 질소가스의 세기에 의해 시료가 시료용기의 외부로 유출되지 않게 항상 주의한다.

3.2 추출장치

3.2.1 속슬레 추출기

속슬레 추출기(soxhlet extractor)는 유리재 여과조(thimble), 냉각장치, 추출 플라스크 및 가열장치 등으로 구성되어 있다.

3.2.2 초음파추출기

끝이 티타늄으로 되어 있는 원추형(horn) 모양의 최소 375 와트의 진동 능력을 가진 것을 사용한다.

3.3 정제용 컬럼

3.3.1 4 % 함수실리카겔 컬럼

실리카겔(0.063 mm ~ 0.200 mm(70 mesh ~ 230 mesh))을 130 °C에서 4 시간 가열하여 활성화시킨 후 데시케이터에서 방치하여 냉각한다. 이후 96 g을 갈색 삼각 플라스크에 담아 넣고 실리카겔을 교반하면서 흡피펫을 사용하여 정제수 4 mL를 넣어 함수시키고 덩어리가 없어질 때까지 손으로 약 5 분간 강하게 흔든 후 진탕기로 30 분간 진탕시킨다.

3.3.2 알루미나 컬럼

중성 알루미나 0.063 mm ~ 0.200 mm(70 mesh ~ 230 mesh)의 것을 사용한다. 사용에 앞서 190 °C에서 19 시간 이상 가열 후, 데시케이터 안에서 약 30 분간 방치하여 냉각 한 다음 바로 사용한다.

3.4 분석용 저울

0.0001 g까지 정확하게 측정할 수 있는 저울을 사용한다.

3.5 미량주사기

1 µL ~ 500 µL 용량의 미량주사기(microsyringe)를 사용한다.

3.6 기체크로마토그래프

3.6.1 컬럼은 안지름 0.20 mm ~ 0.53 mm, 필름두께 0.1 μm ~ 3.0 μm , 길이 15 m ~ 100 m의 DB-1, DB-5 및 DB-608 등의 모세관이나 동등한 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

3.6.2 운반기체는 부피백분을 99.999 % 이상의 헬륨 또는 질소로서 유량은 0.5 mL/min ~ 5 mL/min, 시료도입부 온도는 200 $^{\circ}\text{C}$ ~ 300 $^{\circ}\text{C}$, 컬럼온도는 50 $^{\circ}\text{C}$ ~ 300 $^{\circ}\text{C}$ 로 사용한다.

3.6.3 기체 그로마토그래프의 분석은 표 1과 같이 수행할 수 있다.

3.7 질량분석기(mass spectrometer)

3.7.1 질량분석기(mass spectrometer)는 70 eV의 전자에너지를 이용하여 1초 미만의 스캔 사이클 타임(scan cycle time)으로 35 amu - 500 amu까지 매스 스캐닝(mass scanning)이 가능한 전자 충격 이온화방식(EI)의 것을 사용한다.

3.7.2 질량분석기는 자기장형(magnetic sector), 사중극자형(quadrupole) 및 이온트랩형(ion trap) 등의 성능을 가진 것을 사용한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 노말헥산

노말헥산(n-hexane, C_6H_{14} , 86.17) 300 mL를 취하여 농축하여 약 3 mL로 한다. 이 액 10 μL 를 미량주사기를 사용하여 가스크로마토그래프에 주입하였을 때 벤조(a)피렌 봉우리 위치에 봉우리가 나타나지 않는 것을 사용한다.

4.1.2 무수황산나트륨

무수황산나트륨(sodium sulfate, Na_2SO_4 , 142.04) 100 g에 크로마토그래프용 노말헥산 50 mL를 흔들어 섞고 여과한다. 잔사에 크로마토그래프용 노말헥산 25 mL를 섞고 여과하여 풍건한다. 이 액 10 μL 를 미량주사기를 사용하여 가스크로마토그래프에 주입하였을 때 벤조(a)피렌 봉우리 위치에 봉우리가 나타나지 않는 것을 사용한다. 또는 사용하기 전에 400 $^{\circ}\text{C}$ 에서 4 시간 이상 구워서 사용할 수 있다.

4.1.3 아세톤

아세톤(acetone, CH_3OCH_3 , 58.08) 300 mL를 취하여 농축해서 약 3 mL로 한다. 이 액 10 μL 를 미량주사기를 사용하여 가스크로마토그래프에 주입하였을 때 표준물질의 봉우리 부근에 불순물 봉우리가 없는 것을 사용한다.

4.1.4 아세톤/노말헥산(1:1)

아세톤(acetone, CH_3OCH_3 , 58.08) 500 mL와 헥산(hexane, C_6H_{14} , 86.17) 500 mL를 섞어 사용한다.

4.1.5 디클로로메탄

디클로로메탄(methylene chloride, CH_2Cl_2 , 84.93) 100 mL를 약 1~5 mL로 농축한 것을 5 μL 취하여 기체크로마토그래피에 주입할 때 표준물질의 봉우리 부근에 불순물 봉우리가 없는 것을 사용한다.

4.1.6 디클로로메탄/노말헥산(1:9)

디클로로메탄(methylene chloride, CH_2Cl_2 , 84.93) 100 mL와 노말헥산(n-hexane, C_6H_{14} , 86.17) 900 mL를 섞어 사용한다.

4.1.7 디클로로메탄/노말헥산(1:1)

디클로로메탄(methylene chloride, CH_2Cl_2 , 84.93) 500 mL와 노말헥산(n-hexane, C_6H_{14} ,

86.17) 500 mL를 섞어 사용한다.

4.2 표준용액

4.2.1 벤조(a)피렌 표준원액(1,000 mg/L)

벤조(a)피렌 표준물질 20 mg을 정확히 취하여 20 mL의 부피플라스크에 넣고 디클로로메탄 등 적절한 용매에 녹여 정확히 20 mL로 하여 표준원액으로 한다. 상업적으로 제조하여 판매하는 것을 사용해도 된다.

4.2.2 벤조(a)피렌 표준용액(100 mg/L)

벤조(a)피렌 표준원액(1,000 mg/L) 2.0 mL을 20 mL의 부피플라스크에 정확히 취하여, 노말헥산을 넣어 20 mL로 한다. 이 표준용액 1 mL에는 벤조(a)피렌 100 μ g을 함유한다.

4.2.3 벤조(a)피렌 표준용액(25 mg/L)

벤조(a)피렌 표준용액(100 mg/L) 5.0 mL을 20 mL의 부피플라스크에 정확히 취하여, 노말헥산을 넣어 20 mL로 한다. 이 표준용액 1 mL에는 벤조(a)피렌 표준물질 25 μ g을 함유한다.

4.2.4 벤조(a)피렌 표준용액(5mg/L)

벤조(a)피렌 표준용액(25 mg/L) 5.0 mL을 25 mL의 부피플라스크에 정확히 취하여, 노말헥산을 넣어 25 mL로 한다. 이 표준용액 1 mL에는 벤조(a)피렌 표준물질 5 μ g을 함유한다.

4.3 대체표준용액

4.3.1 대체표준원액(1,000 mg/L)

대체표준물질(surrogate) 크리센-d₁₂(chrysene-d₁₂) 20 mg을 정확히 취하여 20 mL 부

피플라스크에 넣고 노말헥산에 녹여 정확히 20 mL로 한다. 상업적으로 제조하여 판매하는 것을 사용해도 된다.

4.3.2 대체표준용액(100 mg/L)

크리센- d_{12} (chrysene- d_{12})(1,000 mg/L) 2.0 mL을 20 mL 부피플라스크에 정확히 취하고 노말헥산을 넣어 20 mL로 한다. 이 표준용액 1 mL에는 크리센- d_{12} (chrysene- d_{12}) 100 μ g을 함유한다.

4.3.3 대체표준용액(25 mg/L)

크리센- d_{12} (chrysene- d_{12})(100 mg/L) 5.0 mL를 20 mL의 부피플라스크에 정확히 취하고 노말헥산을 넣어 20 mL로 한다. 이 표준용액 1 mL에는 크리센- d_{12} (chrysene- d_{12}) 25 μ g을 함유한다.

4.4 내부표준용액

4.4.1 내부표준원액(1,000 mg/L)

내부표준물질(internal standard) 피렌- d_{10} (pyrene- d_{10}) 20 mg을 정확히 취하여 20 mL의 부피플라스크에 넣고 노말헥산에 녹여 정확히 20 mL로 한다. 상업적으로 제조하여 판매하는 것을 사용해도 된다.

4.4.2 내부표준용액(100 mg/L)

피렌- d_{10} (pyrene- d_{10})(1,000 mg/L) 2.0 mL를 20 mL의 부피플라스크에 정확히 취하고 노말헥산을 넣어 20 mL로 한다. 이 표준용액 1 mL에는 피렌- d_{10} (pyrene- d_{10}) 100 μ g을 함유한다.

4.4.3 내부표준용액(25 mg/L)

피렌- d_{10} (pyrene- d_{10})(100 mg/L) 5.0 mL를 20 mL의 부피플라스크에 정확히 취하고 노말헥산을 넣어 20 mL로 한다. 이 표준원액 1 mL에는 피렌- d_{10} (pyrene- d_{10}) 25 μ g을 함유한다.

5.0 시료채취 및 관리

ES 07130.c 시료의 채취 및 조제에 따른다.

6.0 정도보증/정도관리(QA/QC)

6.1 방법검출한계 및 정량한계

6.1.1 방법검출한계(MDL, method detection limit) 및 정량한계(LOQ, limit of quantification)는 ES 07001.a 정도보증/정도관리에 따라 산정한다. 벤조(a)피렌이 없는 것으로 확인된 토양에 표 3의 정량한계 부근의 농도가 되도록 벤조(a)피렌 표준용액을 첨가한 시료 7 개를 준비하여 각 시료를 7.0항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

6.1.2 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정된 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

6.2 시약바탕시료의 분석

ES 07001.a 정도보증/정도관리에 따라 시료군마다 1 개의 시약바탕시료(reagent blank)를 분석한다. 시약바탕시료는 7.0항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

6.3 검정곡선의 작성 및 검증

6.3.1 검정곡선의 작성 및 검증은 ES 07001.a 정도보증/정도관리에 따른다.

6.3.2 7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수(R^2)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 20 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 재작성하도록 한다.

6.3.3 시료분석을 연속으로 수행할 경우에는 일주일에 1 회 검정곡선을 작성하고, 그 기간 중 검정곡선을 검증하기 위하여 매일 1 개의 표준용액(검정곡선 작성 중간농도)을 측정하여 검정인자(CF, calibration factor)를 구한다. 이 값이 초기 검정곡선 작성 시 구하여진 검정인자와 비교했을 때 편차백분율이 $\pm 20\%$ 이내일 때는 원래의 검정곡선을 이용하여 시료중의 농도를 정량하며, 편차백분율이 $\pm 20\%$ 이상일 때는 새로운 검정곡선을 작성하여야 한다. 이때 편차 백분율은 다음과 같이 구한다.

$$\text{편차백분율}(\%) = \frac{R_1 - R_2}{R_1} \times 100 \quad (\text{식 1})$$

$$\text{여기서, } R_1 : \text{초기검정곡선의 CF} = \frac{\text{개별성분의 높이 또는 면적}}{\text{개별성분 주입량(ng)}} \quad (\text{식 2})$$

$$R_2 : \text{초기검정곡선 확인용 CF} = \frac{\text{개별성분의 높이 또는 면적}}{\text{개별성분 주입량(ng)}} \quad (\text{식 3})$$

6.4 정밀도 및 정확도

6.4.1 정밀도(precision) 및 정확도(accuracy)는 ES 07001.a 정도보증/정도관리에 따라 산정한다. 동일한 매질의 인증표준시료 또는 표 3 정량한계의 1 배 ~ 10 배의 같은 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 4 개 이상 준비하여 7.0항의 절차에 따라 분석하여 평균값과 표준편차를 구한다.

6.4.2 정밀도는 측정값의 상대표준편차(% RSD)로 산출하며 그 값이 30 % 이내이어야 한다.

6.4.3 정확도는 첨가한 표준물질의 농도에 대한 측정 평균값의 상대 백분율로서 나타내고 그 값이 60 % ~ 130 % 이내이어야 한다.

6.5 회수율

정확한 분석을 위해 필요한 경우, 회수율 시험을 실시할 수 있다. 회수율은 오염이 안된 토양시료 10 g에 대체표준용액인 크리센- d_{12} (25 ng/ μ L) 10 μ L를 넣은 다음 시료의 전처리에 따라 조작하여 회수율을 산정한다.

6.6 내부정도관리 주기 및 목표

6.6.1 방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1 회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다.

6.6.2 검정곡선 검증 및 시약바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 시약바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

6.6.3 각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 표 3과 같다.

7.0 분석 절차

7.1 전처리

7.1.1 추출

7.1.1.1 속슬레 추출법

7.1.1.1.1 시료 약 10 g ~ 30 g을 비커에 넣고 분말형태로 유지되도록 무수황산나트륨을 적당량 넣어 잘 흔들어 섞은 다음, 원통형 추출용기에 넣는다. 이때 함수율이 높은 시료는 물이 흐르지 않도록 무수황산나트륨을 충분량 첨가하여 분말형태가 유지되도록 한다.

7.1.1.1.2 1 개 ~ 2 개의 비등석을 넣은 500 mL 둥근바닥플라스크에 아세톤/노말헥산 (1:1) 300 mL를 넣고, 이 둥근바닥플라스크를 추출장치에 부착시켜 시간당 4~6 사이클을 유지하면서 16 시간 동안 추출한 후 방치하여 냉각한다.

7.1.1.1.3 추출물은 회전증발농축기를 이용하여 5 mL 정도로 농축한 다음, 수집기에 옮긴 후 질소가스를 불어넣어 최종 액량을 1 mL가 되도록 농축한다.

7.1.1.2 초음파 추출법

7.1.1.2.1 시료 10 g ~ 30 g을 비커에 넣고 시료가 분말형태로 유지되도록 무수황산나트륨을 적당량 넣어 잘 흔들어 섞고 아세톤/노말헥산(1:1) 100 mL를 넣는다. 이때 함유율이 높은 시료는 물이 흐르지 않도록 무수황산나트륨을 충분량 첨가하여 분말형태가 유지되도록 한다.

7.1.1.2.2 초음파추출기의 원주형 팁을 용매 상부층으로부터 1.3 cm 내리되 토양층에는 닿지 않도록 한다. 이때 초음파추출기의 출력을 최대로 하고, 듀티사이클 (duty cycle)은 50%에 맞추고 펄스모드는 1 초에 고정한 다음 3 분간 초음파로 추출한다.

7.1.1.2.3 이와 같은 추출조작을 3 회 이상 반복하여 얻어진 추출물을 여지(5B)를 깐 부흐너 깔때기로 진공여과하거나 원심분리한 다음, 소량의 노말헥산으로 씻어낸다.

7.1.1.2.4 추출여액과 세척여액을 합하여 크로마토그래프용 무수황산나트륨 10 g을 충전시킨 분리관을 통과시켜 탈수시킨다.

7.1.1.2.5 추출물은 회전증발농축기를 이용하여 5 mL 정도로 농축한 다음, 수집기에 옮긴 후 질소가스를 불어넣어 최종 액량을 1 mL가 되도록 농축한다.

7.1.2 정제

7.1.2.1 4 % 함수실리카겔 정제

7.1.2.1.1 용매로 세정한 안지름 15 mm, 길이 300 mm의 정제용 컬럼에 무수황산나트륨 약 1 g, 4 % 함수실리카겔 4 g, 무수황산나트륨 1 g을 순차적으로 충전한다.

7.1.2.1.2 농축된 시료를 컬럼 기벽에 묻지 않고, 상단의 무수황산나트륨이 흩어지지 않도록 조심스럽게 주입 한 후, 디클로로메탄/노말헥산(1:1) 용액 25 mL로 매초 1 방울 속도로 유출시킨다.

7.1.2.1.3 유출액을 농축기로 약 5 mL로 농축한 다음 질소가스를 불어넣어 약 500 μ L로 농축한 후 최종액으로 사용한다. 단, 유류를 많이 함유한 토양의 경우 실리카겔 정제를 하지 않고 알루미나 정제를 할 수 있다.

7.1.2.2 알루미나 정제

7.1.2.2.1 용매로 세정한 안지름 15 mm 길이 300 mm의 정제용 컬럼에 무수황산나트륨 약 1 g, 활성알루미나 10 g, 무수황산나트륨 1 g을 순차적으로 충전한다. 이때 충전 부분이 다소 변색된 경우는 사용하지 않는다.

7.1.2.2.2 농축된 시료를 컬럼 기벽에 묻지 않고, 상단의 무수황산나트륨이 흩어지지 않도록 조심스럽게 주입한 후, 노말헥산 100 mL와 10 % 디클로로메탄 함유 노말헥산 50 mL를 연속적으로 매초 1 방울 속도로 유출시키고 이 유출액은 버린다.

7.1.2.2.3 이어서 디클로로메탄 40 mL을 매초 1 방울 속도로 유출시킨다.

7.1.2.2.4 유출액을 농축기로 약 1 mL로 농축한 다음 질소가스를 불어넣어 약 500 μ L로 농축한 후 최종용액으로 사용한다.

7.1.3 내부표준물질의 첨가

정제한 최종용액에 내부표준용액(25 ng/ μ L) 10 μ L를 첨가한 후 시험용액으로 한다.

7.2 검정곡선의 작성

7.2.1 벤조(a)피렌 표준용액(5.0 mg/L)을 0.20 mL ~ 4 mL 넣고 내부표준용액 200 μ L를 시험관에 추가하여 최종 용액의 부피가 10 mL로 한다. 단, 정량한계 이상 농도를 3개 이상 포함하여야 한다.

7.2.2 크로마토그램으로부터 벤조(a)피렌에 해당되는 봉우리의 높이 또는 면적과 내부표준물질의 봉우리의 높이 또는 면적의 비를 각각 표준용액의 양(mg)과의 관계곡선을 작성한다.

7.3 측정법

7.3.1 시험용액 일정량(2 μ L)을 미량주사기로 기체크로마토그래프에 주입하여 크로마

토그램을 작성한다.

7.3.2 크로마토그램으로부터 벤조(a)피렌에 해당되는 봉우리의 높이 또는 면적과 내부 표준물질의 봉우리의 높이 또는 면적을 구한다.

[비고 1] 시료의 봉우리 면적이 검정곡선의 상한치를 초과할 경우에는 검정곡선의 범위에 들어올 수 있도록 하여 측정한다.

8.0 결과보고

벤조(a)피렌과 내부표준물질에 대한 면적 비(A_x/A_i)를 구한다음 검정곡선식의 $y(i)$ 값에 대입하여 $x(i)$ 값을 계산하면 분석물질의 양(mg)을 계산할 수 있으며, 시험용액의 농도로부터 아래의 식을 사용하여 토양시료 중 벤조(a)피렌의 농도를 계산할 수 있다.

$$\text{토양 중 벤조(a)피렌의 농도(mg/kg)} = \frac{A_s \times V_f \times f}{W_d \times V_i} \quad (\text{식 4})$$

여기서, A_s : 검정곡선에서 얻어진 검출량(mg)

V_f : 시료의 최종 농축량(mL)

f : 회석배수(검량곡선의 범위를 벗어날 경우)

W_d : 수분보정한 토양시료의 건조중량(kg)

V_i : 검액의 주입량(μL)

9.0 참고 자료

9.1 US EPA Method 8270D, 2007, Gas chromatographic mass spectrometry for semivolatile organics: Capillary column technique.

9.2 US EPA Method 8100, 1986, Polynuclear Aromatic Hydrocarbons.

9.3 US EPA Method 3540C, 1996, Soxhlet Extraction.

9.4 US EPA Method 3550C, 2007, Sonication Extraction.

9.5 US EPA Method 3630C, 1996, Silica Gel Cleanup.

10.0 부록

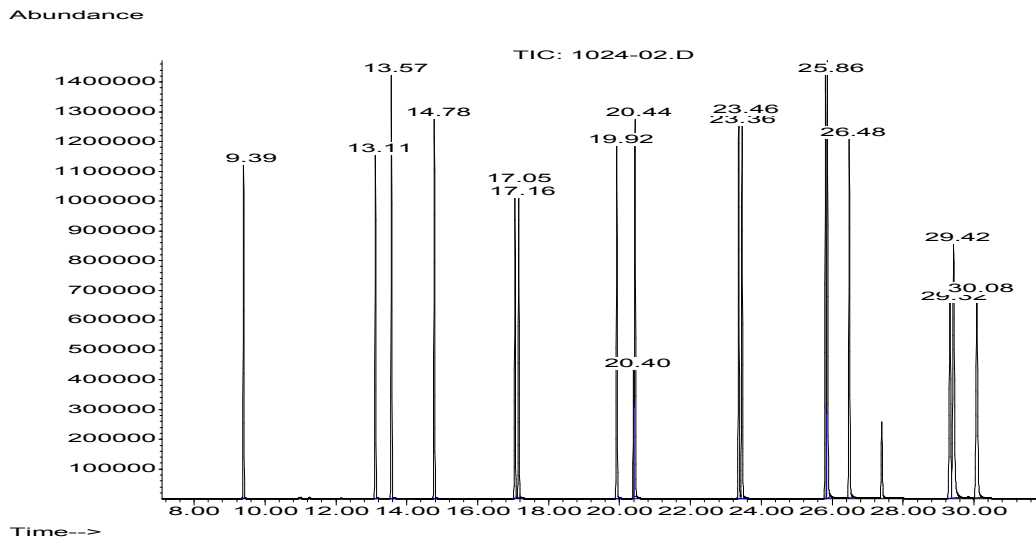


그림 1. 다환방향족탄화수소의 크로마토그램(표준용액 10 mg/L)

(9.39min : Naphthalene, 13.11min : Acenaphthylene, 13.57min : Acenaphthene, 14.78min : Fluorene, 17.05min : Phenanthrene, 17.16min : Anthracene, 19.92min : Fluoranthene, 20.40min : Pyrene-d10(ISTD), 20.44min : Pyrene, 23.36min : Benzo(a)anthracene, 23.46min : Chrysene, 25.81min : Benzo(b)fluoranthene, 25.86min : Benzo(k)fluoranthene, 26.48min : Benzo(a)pyrene, 29.32min : Indeno(1,2,3-cd)pyrene, 29.42min : Dibenz(a,h)anthracene, 30.08min : Benzo(ghi)perylene)

표 1. 벤조(a)피렌의 기체크로마토그래피 기기분석 조건의 예

항 목		조 건				
컬럼	Ultra-2 (Cross-linked 5 % phenylmethylsilicon, 30m 길이 x 0.2mm 내경 x 0.33 μ m 필름두께)					
운반기체 (유속)	헬륨 (1.0 mL/min)					
분획비	1/10					
주입구온도	260 $^{\circ}$ C					
전달선 온도	300 $^{\circ}$ C					
오븐온도	초기온도	초기시간	승온속도	최종온도	최종시간	
	($^{\circ}$ C)	(min)	($^{\circ}$ C/min)	($^{\circ}$ C)	(min)	
	70	4	10.0	300	10	

표 2. 각 물질별 선택이온

대상물질	정 량이온	확인이온
Benzo[a]pyrene 내부표준물질	252	125, 253
pyrene-d ₁₀ 대체표준물질	212	
chrysene-d ₁₂	240	120, 236

표 3. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.005 mg/kg
검정곡선	결정계수(R^2) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 20 %
정밀도	상대표준편차가 30 % 이내
정확도	60 % ~ 130 %