

폴리클로리네이티드비페닐-기체크로마토그래피 (PCBs-gas chromatography)

2018

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 토양 중 폴리클로리네이티드비페닐(polychlorinated biphenyls, PCBs)을 분석하는 방법으로, 토양을 알칼리 분해한 다음 노말헥산으로 추출하여 실리카겔 또는 다층실리카겔을 통과시켜 정제한다. 이 액을 농축시킨 다음 기체크로마토그래프에 주입하여 크로마토그램에 나타난 봉우리 패턴에 따라 PCBs를 확인하고 정량하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험기준은 토양 중에 PCBs의 분석에 적용한다.

1.2.2 이 시험기준은 나타난 봉우리의 패턴에 따라 PCBs를 확인하고 정량하는 방법으로, 정량한계는 0.05 mg/kg 이다.

1.3 간섭물질

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

1.3.2 고순도의 시약이나 용매를 사용하여 방해물질을 최소화하여야 한다.

1.3.3 전자포착검출기(ECD)를 사용하여 PCB를 측정할 때 프탈레이트가 방해할 수 있는데 이는 플라스틱 용기를 사용하지 않음으로서 최소화 할 수 있다.

1.3.4 실리카겔 컬럼 정제는 산, 염화페놀, 폴리클로로페녹시페놀 등의 극성화합물을 제거하기 위하여 수행하며, 사용 전에 정제하고 활성화시켜야 한다.

2.0 용어정의

“내용 없음”

3.0 분석기기 및 기구

3.1 기체크로마토그래프

3.1.1 컬럼은 안지름 0.20 mm ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 μ m ~ 3.0 μ m, 길이 30 m ~ 100 m의 DB-1, DB-5 및 DB-608 등의 모세관이나 동등한 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

3.1.2 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 질소 또는 헬륨으로서 유량은 0.5 mL/min ~ 3 mL/min, 시료도입부 온도는 250 $^{\circ}$ C ~ 300 $^{\circ}$ C, 컬럼온도는 50 $^{\circ}$ C ~ 320 $^{\circ}$ C, 검출기온도는 270 $^{\circ}$ C ~ 320 $^{\circ}$ C로 사용한다.

3.1.3 검출기는 전자포착검출기(ECD, electron capture detector) 또는 이와 동등 이상의 검출성능을 가진 것을 사용한다.

3.1.4 기체 크로마토그래프 분석은 표 1과 같이 수행할 수 있다.

3.2 농축장치

구테르나다니쉬(K.D.) 농축기 또는 회전증발농축기를 사용한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 수산화칼륨·에틸알코올용액(1 M)

수산화칼륨(potassium hydroxide, KOH, 56.11) 70 g을 소량의 정제수에 녹이고 에틸알코올(95.0 %)을 넣어 1 L로 하여 흔들어 섞는다.

4.1.2 노말헥산

노말헥산(n-hexane, C₆H₁₄, 86.17)은 바탕시험 할 때 표준물질의 피크부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

4.1.3 무수황산나트륨

무수황산나트륨(sodium sulfate, Na₂SO₄, 142.04)은 순도 98 % 이상의 시약용을 사용하며 사용하기 전에 400 °C에서 4 시간 이상 구워서 사용한다.

4.1.4 실리카겔(silicagel, SiO₂ · nH₂O)

크로마토그램용 0.063 mm ~ 0.200 mm(70 mesh ~ 230 mesh)의 것을 사용한다. 실리카겔을 크로마토그래프용 노말헥산으로 씻은 다음 여과하여 비커에 넣고 층의 두께를 10 mm 이하로 하여 130 °C에서 4 시간 건조한 다음 데시케이터 안에서 30 분간 식힌다.

4.1.5 정제수

시약용 정제수를 사용하거나, 3차 정제수를 사용하며 바탕시험 할 때 분석물질이 검출되지 않아야 한다.

4.1.6 헥산세정수

직접 노말헥산으로 세정한 정제수를 사용하며 바탕시험 할 때 분석물질이 검출되지 않아야 한다.

4.2 표준용액

4.2.1 PCBs 표준원액(1,000 mg/L)

시판되고 있는 PCBs 표준제품(Aroclor-1242, 1248, 1254, 1260)을 구입하여 0.1 g을 정확하게 달아 노말헥산에 녹여 정확히 100 mL로 한다. 시판되고 있는 PCBs 표준원액을 사용할 수도 있다.

4.2.2 PCBs 혼합표준용액(100 mg/L)

PCBs 표준원액 Aro-1242, Aro-1248, Aro-1254 및 Aro-1260 1,000 mg/L을 적절한 비로 혼합하여 1.0 mL가 되게 10 mL 부피플라스크에 취하여 넣고 노말헥산에 녹여 표준까지 채운다.

4.2.3 PCBs 혼합표준액

시험담당자의 경험에 의한 판단에 따라 다음 예와 같이 PCBs 표준원액을 일정한 용량비로 혼합하여 사용한다.

< 예 >

Aro-1242+Aro-1254(1:1)

Aro-1242+Aro-1260(1:1)

Aro-1254+Aro-1260(1:1)

Aro-1242+Aro-1254+Aro-1260(1:1:1)

4.3 대체표준용액

4.3.1 PCB 대체표준원액(1,000 mg/L)

시판되고 있는 10염화비페닐(IUPAC No. PCB-209) 표준제품을 구입하여 0.1 g을 정확하게 재어 노말헥산에 녹여 정확히 100 mL로 한다. 시판되고 있는 표준원액을 사용할 수도 있다.

4.3.2 PCB 대체표준용액(100 mg/L)

PCB 대체표준원액(1,000 mg/L) 1.0 mL를 취하여 노말헥산에 녹여 정확히 10 mL로 한다.

4.3.3 PCB 대체표준용액(10.0 mg/L)

PCB 대체표준용액(100 mg/L) 1.0 mL를 취하여 노말헥산에 녹여 정확히 10 mL로 한다.

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. PCBs가 없는 것으로 확인된 토양에 표 2의 정량한계 부근의 농도가 되도록 PCBs 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. 측정한 정량한계는 표 2에서 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 ± 20 % 이내일 때는 원래의 검정곡선을 이용하여 시료중의 농도를 정량하며, 편차백분율이 ± 20 % 이상일 때는 새로운 검정곡선을 작성하여야 한다. 이때 편차 백분율은 다음과 같이 구한다.

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

$$\text{여기서, } R_1 : \text{초기검정곡선의 CF} = \frac{\text{개별성분의 총높이 또는 총면적}}{\text{개별성분 총주입량(ng)}} \quad (\text{식 2})$$

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

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 2 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 g을 알칼리분해 추출 후 10염화비페닐(IUPAC No. PCBs-209) 50 ng ~ 100 ng을 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 2와 같다.

7.0 분석 절차

7.1 전처리

7.1.1 추출 및 알칼리 분해

7.1.1.1 토양 시료 30 g ~ 100 g을 200 mL 분해플라스크에 넣고 수산화칼륨·에틸알코올용액(1 M) 100 mL를 넣어 환류냉각기를 부착하고 수욕상에서 1 시간 정도 끓인 다음 50 ℃까지 냉각한다.

7.1.1.2 크로마토그래프용 노말헥산 50 mL를 넣어 잘 혼합하여 실온까지 냉각한다.

7.1.1.3 분해플라스크내의 용액을 여지를 통해 300 mL 분액깔대기에 옮기고, 분해플라스크내의 잔류물을 노말헥산 20 mL로 2 회 씻은 액을 분액깔때기에 합하고 헥산세정수 100 mL를 넣어 수 초간 세게 흔들어 섞고 헥산층이 충분히 분리될 때까지 정치한다. 이와 같은 세정 작업을 2 회에 걸쳐서 한다.

7.1.1.4 이후 수층을 제거하고 헥산층에 대체표준용액(10 ng/ μ L) 10 μ L를 정확히 주입한다.

[비고 1] 대체표준용액으로 IUPAC No. PCB-209를 사용한다.

[비고 2] 알칼리분해 추출과정 중 제거되지 않은 유류 등 유기물질이 존재하는 경우, 황산처리 하여 제거한다. 이때 황산처리의 완료여부는 처리 후 황산의 색깔이 무색투명해 질 때까지 반복한다. 사용된 황산의 양과 회수를 기록한다. 황산에 의한 처리가 끝나면 황산층을 버리고 잔여 황산성분을 제거하기 위하여 100 mL의 헥산세정수를 넣고 진동교반하여 헥산층이 충분히 분리될 때까지 정치시켜 둔다. 이와 같은 세정과정을 반복한 후 리트머스 종이를 이용하여 중성을 확인한다.

7.1.1.5 노말헥산층은 무수황산나트륨을 통과시켜 탈수작업을 행하고 K.D. 농축기나 회전증발농축기를 이용하여 3 mL ~ 5 mL까지 농축한다.

7.2 정제

7.2.1 실리카겔

7.2.1.1 실리카겔 컬럼 정제는 산, 염화페놀, 폴리클로로페녹시페놀 등의 극성화합물을 제거하기 위하여 수행하며, 사용 전에 정제하고 활성화시켜야 한다.

7.2.1.2 실리카겔 컬럼은 안지름 10 mm, 길이 300 mm의 하부에 콕(테프론 재질의 콕)을 부착한 내열제 유리관을 사용한다. 밑바닥에 탈지면 또는 유리섬유를 깔고 노말헥산을 넣어 위까지 잠기도록 한다. 활성화된 실리카겔 4 g에 노말헥산 10 mL를 넣어 기포가 생기지 않도록 주의하여 컬럼의 상부로부터 충전한다. 노말헥산을 10 mL가량 흘려보내고 실리카겔 층을 안정화시킨 후 무수황산나트륨 1 g을 넣어 실리카겔 층의 위를 덮는다.

7.2.1.3 노말헥산 소량을 피펫으로 취하여 컬럼의 내벽을 씻고 콕을 열어 헥산층이 무수황산나트륨의 상단 약 1 cm에 이를 때까지 유출시킨다.

7.2.1.4 실리카겔 컬럼으로 다음과 같이 용출실험을 수행한다.

7.2.1.4.1 노말헥산을 사용하여 10 ng/ μ L로 조제한 PCBs 표준용액 10 μ L를 실리카겔이 충전된 컬럼에 주의하여 넣고, 콕을 열어 액면이 무수황산나트륨의 상단에 이르도록 조절한다.

7.2.1.4.2 소량의 노말헥산으로 컬럼의 내벽을 씻어 준 다음 콕을 열어 액면을 조절하고, 컬럼의 상부에 크로마토그래프용 노말헥산 200 mL를 넣은 분별깔때기를 연결하여 컬럼과 분별깔때기의 콕을 열고 매초 한 방울의 속도로 유출시킨다.

7.2.1.4.3 유출용액을 10 mL 단위로 시험관에 분취한 다음, 각각 1 μ L ~ 2 μ L씩을 기체크로마토그래프에 주입하고 크로마토그램을 작성하여 PCBs의 유출 시점과 종료점을 확인한다.

7.2.1.5 알칼리 분해조작에서 얻어진 농축액을 실리카겔 컬럼의 상부에 조심하여 옮기고 콕을 열어 액면이 무수황산나트륨의 상단에 이르도록 한 다음 크로마토그래프용 노말헥산 2 mL씩으로 플라스크 및 컬럼의 내벽을 수회 씻어서 넣는다.

7.2.1.6 컬럼의 상부에 크로마토그래프용 노말헥산 500 mL를 넣은 분액깔때기를 연결하여 컬럼과 분액깔때기의 콕을 열고 매초 한 방울의 속도로 유출시킨다.

7.2.1.7 유출액은 실리카겔컬럼 용출실험에서 얻어진 PCB의 유출 범위량까지 받아 농축기의 플라스크에 옮기고 수욕 상에서 액량이 5 mL 이하가 될 때까지 농축한 후, 질소 농축을 통하여 정확히 1 mL로 하여 시료용액으로 한다.

[비고 3] 단, 실리카겔 컬럼에 의한 정제가 유류 등의 영향으로 부적절한 경우에는 다층실리카겔 컬럼 정제를 할 수 있다. 또한, 실리카겔 컬럼 정제와 동등이상의 정제 효율(카트리지 용출조건, 재현성, 회수율 등 포함)이 확인되고, 정제에 방해를 주는 불우리가 없는 것이 확인되는 경우에는 시판되는 실리카 카트리지를 사용하여 정제할

수 있다.

7.2.2 다층 실리카겔

7.2.2.1 안지름 15 mm, 길이 300 mm의 유리관 하부에 콕을 부착한 정제용 유리컬럼 밑바닥에 탈지면 또는 유리섬유를 깔고 무수황산나트륨 약 1 g을 넣은 다음 노말헥산을 넣어 위까지 잠기도록 한다.

7.2.2.2 44 % 황산 실리카겔 25 g ~ 30 g을 크로마토그래프용 노말헥산 10 mL이 담긴 비커에 넣고 기포가 생기지 않도록 유리막대로 잘 섞어준 다음 관의 상부로부터 충전한다.

7.2.2.3 크로마토그래프용 노말헥산을 10 mL 가량 흘려보내 황산 실리카겔 층을 안정화시킨 다음 여기에 중성 실리카겔 2 g을 노말헥산 10 mL가 담긴 비커에 넣어 기포가 생기지 않도록 주의하여 관의 상부로부터 충전한다.

7.2.2.4 피펫을 사용하여 크로마토그래프용 노말헥산 소량으로 컬럼 내벽의 실리카겔을 씻어낸 다음 무수황산나트륨 약 1g을 넣고 콕을 열어 헥산층이 무수황산나트륨의 상단에 이를 때까지 유출시킨다.

7.2.2.5 다층실리카겔 컬럼으로 다음과 같이 용출실험을 수행한다.

7.2.2.5.1 노말헥산을 사용하여 10 ng/ μ L로 조제한 PCBs 표준용액 10 μ L를 실리카겔이 충전된 컬럼에 주의하여 넣고, 콕을 열어 액면이 무수황산나트륨의 상단에 이르도록 조절한다.

7.2.2.5.2 소량의 노말헥산으로 컬럼의 내벽을 씻어 준 다음 콕을 열어 액면을 조절하고, 컬럼의 상부에 크로마토그래프용 노말헥산 200 mL를 넣은 분별깔때기를 연결하여 컬럼과 분별깔때기의 콕을 열고 매초 한 방울의 속도로 유출시킨다.

7.2.2.5.3 유출용액을 10 mL 단위로 시험관에 분취한 다음, 각각 1 μ L ~ 2 μ L씩을 기체크로마토그래프에 주입하고 크로마토그램을 작성하여 PCBs의 유출 시점과 종료점을 확인한다.

7.2.2.6 알칼리 분해조작에서 얻어진 농축액을 실리카겔 컬럼의 상부에 조심하여 옮기고 콕을 열어 액면이 무수황산나트륨의 상단에 이르도록 한 다음 크로마토그래프용 노말헥산 2 mL씩으로 플라스크 및 컬럼의 내벽을 수회 씻어서 넣는다.

7.2.2.7 컬럼의 상부에 크로마토그래프용 노말헥산 500 mL를 넣은 분액깔때기를 연결하여 컬럼과 분액깔때기의 콕을 열고 매초 한 방울의 속도로 유출시킨다.

7.2.2.8 유출액은 다층실리카겔컬럼 용출실험에서 얻어진 PCB의 유출 범위량까지 받아 농축기의 플라스크에 옮기고 수욕 상에서 액량이 5 mL 이하가 될 때까지 농축한 후, 질소 농축을 통하여 정확히 1 mL로 하여 시험용액으로 한다.

7.3 확인시험

7.3.1 전처리에서 얻어진 시료용액 1 μ L ~ 3 μ L를 미량주사기를 사용하여 기체크로마토그래프에 주입하고 크로마토그램을 작성한다.

7.3.2 시료로부터 얻은 크로마토그램을 사용하여 단일 PCBs 제품 또는 두 종류 이상의 PCBs 제품인지를 표준물질과 비교하여 판단한다.

7.3.3 시료로부터 얻은 크로마토그램에서 두 종류 이상의 PCBs 제품이 포함된 것으로 확인된 경우 각 제품만이 포함하고 있는 PCBs 봉우리를 지표 봉우리(index peak)로 선정하여 PCBs 제품(Arochlor)의 조성비를 정수비로 구한다.

[비고 4] 시료의 크로마토그램 확인 과정 중 GC/MS의 확인이 필요하다고 판단되는 경우에는 GC/MS로 PCBs 봉우리인지의 여부를 확인 할 수 있다(Aro 1242 등).

7.4 검정곡선의 작성

7.4.1 시료용액 중의 PCBs 봉우리 패턴으로부터 해당 조성비의 PCBs 혼합 표준용액을 조제한다.

7.4.2 시험용액 중 1 종류의 PCBs 제품(Aroclor)이 포함되어 있는 경우, 봉우리 패턴이

확인된 PCBs 표준용액으로 3 개 농도 이상의 표준용액을 조제하여 검정곡선을 작성한다. 단, 정량한계 이상 농도를 3 개 이상 포함하여야 한다.

7.4.3 시험용액 중 1 종류 이상의 PCBs 제품(Aroclor)이 포함되어 있는 경우, 먼저 시료 중에 포함된 PCBs와 일치하는 PCBs 제품의 봉우리 패턴 및 혼합비 등을 확인한다. 두 종류 이상의 PCBs 제품이 포함된 경우 각 제품만이 포함하고 있는 고유 봉우리를 선정하여 혼합비를 구한 다음, 봉우리 패턴 및 혼합비율이 확인된 PCBs 표준용액으로 3 개 농도 이상의 정량용 표준용액을 조제한다. 단, 정량한계 이상 농도를 3 개 이상 포함하여야 한다.

[비고 5] 정량 봉우리(index peak)는 IUPAC No. 18, 28, 31, 44, 52, 101, 118, 138, 149, 153, 170, 180, 194 등 13 종의 봉우리로 한다.

7.4.4 표준용액 1 μL ~ 3 μL 를 취하여 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다.

7.4.5 PCBs 표준용액의 농도(mg/L)를 가로축에, 크로마토그램으로부터 정량 봉우리의 면적의 총합을 세로축에 취하여 검정곡선을 작성한다.

[비고 6] 봉우리의 면적 대신 피크의 높이를 사용할 수 있으나 봉우리 면적을 사용하는 것이 바람직하다.

7.5 측정법

7.5.1 시험용액 1 μL ~ 3 μL 를 취하여 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다.

7.5.2 크로마토그램으로부터 검정곡선에서 측정한 정량피크(index peak)의 머무름시간(retention time)에 해당하는 피크로부터 총면적을 측정한다.

[비고 7] 시료분석결과 검정곡선 농도범위를 벗어나면 시료를 희석하여 재분석하여야 한다.

[비고 8] 정량 봉우리(index peak)는 검정곡선에서 사용한 피크를 사용한다.

8.0 결과보고

시료용액 중의 PCBs 봉우리 패턴을 확인한 다음 해당 PCBs의 3 개 농도 이상의 표준용액을 조제한 후 크로마토그램을 작성하여, PCBs 표준용액의 농도와 정량 봉우리의 총 면적의 관계를 구한다. 작성된 검정곡선을 이용하여 아래의 식에 따라 토양시료 중 PCBs 농도를 계산할 수 있다.

$$\text{토양 중 PCBs의 농도(mg/kg)} = \frac{A_s D}{\overline{CF} V_i W_s} \quad (\text{식 4})$$

여기서, A_s : 시료 중 PCBs 정량 봉우리의 총 면적(또는 높이)

D : 시료 최종 농축량(μL)

V_i : 주입 시료량(μL)

W_s : 사용된 시료량(g)

$\overline{CF}$: 표준물질 검정곡선에서 계산된 평균보정계수($A_s/\mu\text{g}$)의 평균

$$\text{평균보정계수 } (A_s/\mu\text{g}) = \frac{\text{각 표준용액 중 PCBs 정량피크 13 종의 총면적 } (A_s)}{\text{주입된 표준물질의 양 } (\mu\text{g})} \quad (\text{식 5})$$

9.0 참고 자료

9.1 US EPA Method 604, 1991, Phenols.

9.2 US EPA Method 625, 1991, Base/Neutrals and Acids.

9.3 Standard Methods 6420 C, 1995, Liquid-Liquid Extraction Gas Chromatographic/Mass Spectrometric Method.

9.4 US EPA Method 4020, 1996, Screening For Polychlorinated Biphenyl By Immunoassay.

9.5 KS I ISO 0031, 2017, 가스 크로마토그래프의 분석을 위한 통칙.

9.6 KS I ISO 10382, 2005, 토양의 질 - 유기 염소계 농약과 폴리클로리네이티드비페닐(PCBs) 측정 - 전자 포획 검출기 장착 가스 크로마토그래프 방법.

9.7 환경부, 2008, 토양오염공정시험기준-폴리클로리네이티드비페닐.

9.8 환경부, 2007, 폐기물공정시험방법.

10.0 부록

표 1. PCBs의 기체 크로마토그래피 기기분석 조건의 예

항 목	조 건							
컬럼	Ultra-2 (Cross-linked 5 % phenylmethylsilicon, 30m 길이 x 0.2 mm 내경 x 0.33 μ m 필름두께)							
운반기체(유속)	헬륨 (1.0 mL/min)							
분획비	1/10							
주입구온도	280 $^{\circ}$ C							
전달선 온도	280 $^{\circ}$ C							
오븐온도	초기온도	초기시간	승온속도	온도	승온속도	최종온도	최종시간	
	($^{\circ}$ C)	(min)	($^{\circ}$ C/min)	($^{\circ}$ C)	($^{\circ}$ C/min)	($^{\circ}$ C)	(min)	
	70	2	30.0	170	5.0	300	10	

표 2. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.05 mg/kg
검정곡선	결정계수(R^2) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 20 %
정밀도	상대표준편차가 30 % 이내
정확도	60 % ~ 130 %