

퇴적물 폴리클로리네이티드비페닐-

2025

기체크로마토그래프-질량분석법

Polychlorinated biphenyls (PCBs)-Gas chromatograph
-Mass spectrometry

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 퇴적물에 존재하는 폴리클로리네이티드비페닐 (PCBs, polychlorinated biphenyls)을 측정하는 방법으로 채취한 시료를 아세톤, 노말헥산 혼합용매로 추출하고 실리카겔 또는 다층실리카겔을 통과시켜 정제한다. 이 액을 농축시켜 기체크로마토그래프-질량분석기로 정량한다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 담수퇴적물 중 PCBs 18종 이성질체 분석에 적용할 수 있으며 부록의 표 4.를 참고한다. 정량한계는 각 화합물 별로 1.00 µg/kg(건조중량)이다.

[주 1] 인디케이터 (indicator) PCBs 7종 (28, 52, 101, **118**, 138, 153, 180), 다이옥신 유사 (dioxin like) PCBs 12종 (77, 81, 105, 114, **118**, 123, 126, 156, 157, 167, 169, 189)

1.3 간섭물질

1.3.1 PCBs 측정 시 프탈레이트가 방해할 수 있으며 이는 플라스틱 용기를 사용하지 않음으로서 최소화 할 수 있다.

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

1.3.3 고순도의 시약이나 용매를 사용하여 방해물질을 최소화하여야 한다.

1.3.4 산, 염화페놀, 폴리클로로페녹시페놀 등의 극성화합물을 제거하기 위하여 실리카젤 컬럼 정제를 수행한다. 다량의 유기물과 유분을 함유하는 시료의 경우 다층실리카젤 컬럼으로 정제할 수 있다.

1.3.5 작업용 표준용액 (working solution)은 전처리한 시료의 최종 용매와 가능한 동일한 용매를 사용한다.

2.0 용어 정의

2.1 동위원소 치환 내부표준물질

동위원소 치환 내부표준물질 (^{13}C -labelled internal standard)은 동위원소로 치환된 물질로 만들어진 표준물질로 내부표준법에 의한 정량분석 방법에 사용된다.

2.1.1 정제용 내부표준물질

정제용 내부표준물질은 분석하고자 하는 물질과 유사한 화학적 구조나 화학적 성질을 가지며 시료 매질 중에서는 발견되지 않는 유기화합물로 분석방법의 신뢰성을 알아보기 위해 시료처리나 추출 이전에 첨가하여 사용한다.

2.1.2 실린지 첨가용 내부표준물질

실린지 첨가용 내부표준물질은 분석하고자 하는 물질과 유사한 화학적 구조나 화학적 성질을 가지며 시료 매질 중에서는 발견되지 않는 유기화합물로 분석방법의 재현성 및 정확성을 알아보기 위해 시료 전처리 후 기기분석 이전에 첨가하여 사용한다.

3.0 분석기기 및 기구

3.1 추출장치

3.1.1 속슬렛 추출장치 (soxhlet extraction device)

속슬렛 추출장치는 유리재 여과조 (thimble), 냉각장치, 추출 플라스크 및 가열장치 등

으로 구성되어야 한다.

3.1.2 가압용매추출장치 (PLE, pressurized liquid extractor)

추출시간이 오래 걸리고, 용매의 사용량이 많아 운영비가 많이 드는 속슬렛 추출을 대신해 고온과 고압에 의해 목적성분을 짧은 시간에 자동 추출할 수 있고, 적은 용매를 사용하는 가압용매추출장치를 사용할 수 있다.

3.2 농축장치

추출 및 정제한 시료를 농축하기 위해 질소를 이용한 농축장치나 감압에 의한 농축장치 (회전증발농축기)를 사용한다. 또는 이와 동등 이상의 성능을 가진 것을 사용한다.

3.3 분석용 저울

0.0001 g 까지 정확하게 측정할 수 있는 저울을 사용한다.

3.4 기체크로마토그래프 (gas chromatograph)

3.4.1 컬럼은 내경 0.20 mm ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 μ m ~ 3.0 μ m, 길이 30 m ~ 60 m의 Ultra-2, DB-1, DB-5 및 DB-608 등의 모세관이나 동등한 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

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

3.4.3 미량주사기 (microsyringe)는 1 μ L ~ 10 μ L 부피의 기체크로마토그래프용을 사용한다.

3.4.4 기체 크로마토그래프의 분석은 부록의 표 3.과 같이 수행할 수 있다.

3.5 질량분석기 (mass spectrometer)

3.5.1 질량분석기는 사중극자형 (quadrupole)의 성능을 가진 것을 사용한다.

3.5.2 이온화방식은 70 eV의 전자에너지를 이용하여 1초 미만의 스캔 사이클 타임

(scan cycle time)으로 35 amu ~ 800 amu까지 매스 스캐닝 (mass scanning)이 가능한 전자 충격 이온화방식 (EI, electron impact)의 것을 사용한다.

3.5.3 정량분석에는 선택이온검출법 (SIM, selected ion monitoring)을 사용하고, 선택이온 (m/z)는 부록의 표 4.를 참고한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 헥산 세정수

직접 노말헥산으로 세정한 정제수를 사용하며 바탕시험할 때 분석물질이 검출되지 않아야 한다.

4.1.2 아세톤

아세톤 (acetone, CH_3COCH_3 , 분자량 : 58.08)은 잔류농약 분석급 이상인 것을 사용하며 바탕시험할 때 분석물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

4.1.3 노말헥산

노말헥산 (n-hexane, C_6H_{14} , 분자량 : 86.18)은 잔류농약 분석급 이상인 것을 사용하며 바탕시험할 때 분석물질의 피크부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

4.1.4 황산

황산 (sulfuric acid, H_2SO_4 , 분자량 : 98.08)은 순도 95 % 이상의 고순도인 것을 사용한다.

4.1.5 노난

노난 (nonane, C_9H_{20} , 분자량 : 128.20)은 잔류농약 분석급 이상인 것을 사용하며 바탕 시험할 때 분석물질의 피크부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

[주 2] 노난은 저염소계 PCBs (mono-tri)가 농축 과정에서 휘발되는 것을 방지하기 위해 사용한다.

4.1.6 무수황산소듐

무수황산소듐 (sodium sulfate, Na_2SO_4 , 분자량 : 142.04)은 순도 98 % 이상의 시약용을 사용하며 필요시 사용하기 전에 400 °C에서 4시간 이상 구워서 사용한다.

4.1.7 실리카젤 (silicagel, $\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$)

크로마토그램용 0.063 mm ~ 0.200 mm (70 mesh ~ 230 mesh)의 것을 사용한다. 사용에 앞서 실리카젤 활성화를 위해 실리카젤을 크로마토그래프용 노말헥산으로 씻은 다음 여과하여 비커에 넣고 층의 두께를 10 mm 이하로 하여 130 °C에서 8시간 이상 건조한 다음 데시케이터 안에서 약 30분간 식힌다.

4.1.8 산성 실리카젤(44 % H_2SO_4 acidic silica)

활성화된 실리카젤 100 g에 대하여 황산의 무게비로 44 %가 되도록 황산 78.9 g를 첨가하여 혼합한 후, 바로 사용한다. 단, 바로 사용하지 않는 경우에는 밀폐하여 데시케이터에 보관하며 사용하되, 1주일 경과된 것은 사용하지 않는다.

[주 3] 실리카젤 컬럼 정제와 동등 이상의 정제효율(카트리지 용출조건, 재현성, 회수율 등 포함)이 확인되고, 정제에 방해할 주는 봉우리가 없는 것이 확인되는 경우에는 시판되는 실리카 카트리지 및 산성 실리카 카트리지를 사용하여 정제할 수 있다.

4.1.9 질산은 실리카젤(10 % AgNO_3)

정제수 125 mL에 질산은 50 g을 녹인 용액을 실리카젤 450 g에 첨가하면서 10분 ~ 15분간 충분히 혼합시킨 후, 감압농축기로 50 °C 이하 조건에서 서서히 감압하여 건조 후 바로 사용한다. 단, 바로 사용하지 않는 경우에는 갈색 유리병에 밀폐하여 데시케이터에 보관하여 사용하되, 1주일 경과된 것 또는 변색된 것은 사용하지 않는다.

4.2 표준용액

4.2.1 표준용액 및 혼합표준용액

표준물질은 분석물질이 함유된 순수한 물질로써, 표준용액은 용매에 녹아 고농도로 제조된 것을 구입하여 사용한다. 분석대상물질이 모두 혼합 되어있는 혼합 표준용액을 구입하여 사용하거나, 개별항목의 표준용액을 구입하여 혼합하여 사용한다.

4.2.2 내부표준용액 및 혼합내부표준용액

내부표준용액은 내부표준물질 표준원액을 일정 용매로 희석하여 제조한다. 혼합내부표준용액은 분석 시 사용되는 내부표준물질의 표준원액을 혼합하여 희석·제조하거나 또는 내부표준물질의 혼합표준원액을 희석하여 사용한다.

5.0 시료채취 및 준비

ES 04160.1 퇴적물 채취 및 분석용 시료조제에 따른다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

6.1 방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도의 측정방법과 내부정도관리 주기는 ES 04001 정도보증/정도관리에 따른다.

6.2 정도관리 목표 값은 표 1을 따른다.

6.3 방법바탕시료의 측정

퇴적물 시료 분석을 위한 방법바탕시료는 주로 상업용 해사 (sea sand) 등을 세정한 후 사용한다. 방법바탕시료는 실제 시료와 동일한 방법으로 전처리·분석되어야 하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다. 시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다.

6.4 검정곡선의 작성 및 검증

검정곡선은 정량범위 내 5개의 농도 (CS1 ~ CS5)로 시료군 마다 작성하고, 직선성 결정계수 (R^2 , 상관계수의 제곱값)는 0.98 이상 또는 CS1 ~ CS5의 상대감응계수 (RRF, relative response factor)의 상대표준편차는 25 % 이내이어야 한다. 그 허용범위를 벗어나면 다시 작성한다. 분석 종료 후 검정곡선의 중간농도 (CS3)에 해당하는 표준용액을 비교 측정하여 당초 중간농도 검정곡선 상대감응계수의 상대표준편차가 25 %를 벗어나면 재시험한다.

7.0 분석 절차

7.1 추출

7.1.1 속슬렛 추출

7.1.1.1 건조한 시료 5 g ~ 10 g을 취하여 분말형태로 유지되도록 무수황산소듐을 적당량 넣어 잘 흔들어 섞은 다음 속슬렛 유리재 여과조에 넣는다. 회수율 확인을 위하여 정제용 내부표준물질 일정량을 주입한다.

[주 4] 시료의 특성을 고려하여 분석대상물질의 함량이 충분히 높은 경우, 분석 가능 범위에서 최소 시료량을 적용할 수 있다.

[주 5] 시험과정의 단계별 회수율을 확인하기 위해 정제용 내부표준물질은 추출단계 또는 정제단계에서 추가할 수 있다.

7.1.1.2 1개 ~ 2개의 비등석을 넣은 500 mL 둥근바닥플라스크 (RBF, round bottom flask)에 아세톤/노말헥산(1 : 1) 300 mL를 넣고, 이 둥근바닥플라스크를 추출장치에 부착시켜 시간당 4 사이클 ~ 6 사이클을 유지하면서 16시간 동안 추출한 후 방냉한다.

7.1.1.3 추출액은 회전증발농축기 또는 질소농축기를 이용하여 최종 액량을 1 mL가 되도록 농축한다.

7.1.2 가압용매 추출

7.1.2.1 건조한 시료 5 g ~ 10 g을 취하여 추출용 셀에 옮긴 후 회수율 확인을 위하여 정제용 내부표준물질 일정량을 주입한다. 추출은 부록의 표 2.를 참고하여 추출한다. 이때 시료의 건조 상태를 유지하고, 셀 내 간극을 메우기 위해 무수황산소듐 또는 기기 제조사에서 권장하는 깨끗한 모래 (clean sand) 등을 사용한다.

[주 6] 시료의 특성을 고려하여 분석대상물질의 함량이 충분히 높은 경우, 분석 가능 범위에서 최소 시료량을 적용할 수 있다.

[주 7] 시험과정의 단계별 회수율을 확인하기 위해 정제용 내부표준물질은 추출단계 또는 정제단계에서 추가할 수 있다.

7.1.2.2 추출액은 회전증발농축기 또는 질소농축기를 이용하여 최종 액량을 1 mL가 되도록 농축한다.

7.2 정제

7.2.1 실리카젤

7.2.1.1 안지름 15 mm, 길이 300 mm의 유리관 하부에 콕을 부착한 것으로 밑바닥에 탈지면 또는 유리섬유를 깔고 노말헥산을 컬럼 상단 부까지 채운 후 활성화된 실리카젤 4 g에 노말헥산 10 mL를 넣어 기포가 생기지 않도록 주의하여 컬럼의 상부로부터 충전한다.

7.2.1.2 노말헥산을 10 mL가량 흘려보내고 실리카젤 층을 안정화시킨 후 무수황산소듐 1 g을 넣어 실리카젤 층의 위를 덮는다.

7.2.1.3 노말헥산 소량을 피펫으로 취하여 컬럼의 내벽을 세척 후 콕을 열어 헥산층이 무수황산소듐의 상단 약 1 cm에 이를 때까지 유출시킨다.

7.2.1.4 추출 과정을 통해 얻은 추출액을 피펫을 이용하여 컬럼 기벽에 묻지 않고, 상단의 무수황산소듐이 흘러지지 않도록 조심스럽게 주입한다.

7.2.1.5 노말헥산 2 mL씩으로 플라스크 및 컬럼의 내벽을 2회 ~ 3회 씻어서 넣고 컬럼의 상부에 노말헥산 250 mL를 넣은 분액깔때기를 연결하여 컬럼과 분액깔때기의 콕을 열고 매초 한 방울의 속도로 유출시킨다.

7.2.1.6 유출액은 회전증발농축기 또는 질소 농축기로 약 2 mL ~ 3 mL로 농축한 다음 노란 1 mL를 주입한다. 질소농축기를 이용하여 최종 액량을 1 mL가 되도록 농축한 후 실린지 내부표준물질 적당량을 주입한 것을 기기분석용 시료로 한다.

7.2.2 다층 실리카젤

7.2.2.1 안지름 15 mm, 길이 300 mm의 유리관 하부에 콕을 부착한 것으로 밑바닥에 탈지면 또는 유리섬유를 깔고 노말헥산을 컬럼 상단 부까지 채운 후 무수황산소듐 약 1 g, 활성화된 실리카젤 4 g, 산성실리카젤(44 % H_2SO_4) 8 g, 활성화된 실리카젤 4 g, 무수황산소듐 1 g을 순차적으로 습식 충전한다.

[주 8] 다량의 다른 유기 화합물이 함유된 시료의 경우 실리카젤 용량을 늘릴 수 있으며, 황화합물 방해 가능성이 있는 시료의 경우 10 % 질산은 (AgNO_3) 실리카젤 층을 추가할 수 있다.

7.2.2.2 노말헥산을 40 mL를 넣고 하단의 콕을 열어 액면이 무수황산소듐의 상단에 이르면 콕을 잠근다.

7.2.2.3 추출 과정을 통해 얻은 추출액을 피펫을 이용하여 컬럼 기벽에 묻지 않고, 상단의 무수황산소듐이 흩어지지 않도록 조심스럽게 주입한다.

7.2.2.4 노말헥산 2 mL씩으로 플라스크 및 컬럼의 내벽을 수 회 씻어서 넣고 컬럼의 상부에 노말헥산 250 mL를 넣은 분액깔때기를 연결하여 컬럼과 분액깔때기의 콕을 열고 매초 한 방울의 속도로 유출시킨다.

7.2.2.5 유출액은 회전증발농축기 또는 질소 농축기로 약 2 mL ~ 3 mL로 농축한 다음 노란 1 mL를 주입한다. 질소농축기를 이용하여 최종 액량을 1 mL가 되도록 농축한 후 실린지 내부표준물질 적당량을 주입한 것을 기기분석용 시료로 한다.

7.3 검정곡선 작성

7.3.1 검정곡선의 작성을 위해 시료와 동일한 양의 정제용 내부표준물질과 실린지 첨가용 내부표준물질이 첨가된 검정곡선 작성용 표준용액을 조제한다. 내부표준물질의 농도는 검정곡선의 중간 농도 단계에 맞추도록 한다.

7.3.2 5 단계 이상의 검정곡선 표준용액 (CS1 ~ CS5)을 분석하여 각 선택이온에 대한 크로마토그램을 작성하여 각 표준물질 (native)의 면적과 이에 대응하는 동위원소 치환 내부표준물질의 피크 면적으로부터 상대감응계수 (RRF)를 구한다. 아래 식에 의해 상대감응계수 (RRF)를 얻을 수 있다.

$$\text{상대감응계수 (RRF)} = \frac{(A_n)}{(A_I)} \times \frac{(C_I)}{(C_n)} \quad (\text{식 1})$$

여기서, A_n : 표준물질의 측정된 정량이온의 피크 면적

A_I : 표준물질에 첨가된 정제용 내부표준물질의 측정된 정량이온의 피크 면적

C_I : 표준물질에 첨가된 정제용 내부표준물질의 양 (ng)

C_n : 표준물질의 양 (ng)

위의 식에 의해 농도별 상대감응계수 (RRF) 값을 구한 다음, 평균 상대감응계수 ($RRF_{avg.}$)와 상대표준편차 (RSD)를 계산한다.

$$RRF_{avg.} = \frac{\sum_{i=1}^n RRF_i}{n}, \quad SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (RRF_i - RRF_{avg.})^2}{n-1}}, \quad RSD = \frac{SD}{RRF_{avg.}} \times 100 \quad (\text{식 2})$$

농도별 상대감응계수 값에 대한 상대표준편차가 25 % 이하인 경우는 평균 상대감응계수를 사용하여 시료를 정량하고, 25 %를 초과하면 모든 검정곡선 표준용액을 다시 측정하여 새로운 평균 상대감응계수를 구하여야 한다.

7.4 측정법

7.4.1 GC/MS로 PCBs 이성질체를 분석하기 위해서는 대상 물질 전체의 체류시간을 확인하여야 한다. 이를 위해서 각 동족체에서 제일 처음과 끝에 검출되는 이성질체를 함유한 물질을 주입하여 확인할 수 있다.

7.4.2 GC/MS의 SIM 모드로 검출되는 피크의 면적을 검정곡선 작성용 표준용액에 포함된 동족체별 내부표준물질 1종의 이성질체의 면적에 비례하여 측정한다.

7.4.3 기기분석용 시료 일정량(1 μ L)을 미량주사기로 기체크로마토그래프에 주입하여 작성한 크로마토그램으로부터 각 PCBs에 해당되는 체류시간 (retention time)에 대하여 피크의 면적과 내부표준물질의 피크의 면적을 구한다.

7.4.4 시료 추출물에서 각 분석물질들을 검출하기 위하여 기체크로마토그래프의 피크에 대한 신호 대 잡신호 (S/N, signal to noise)의 비는 3보다 커야 하며, 각 PCBs의 정량이온과 확인이온에 대한 자연 존재비 (isotope ratio)와 비교하여 ± 20 % 이내에 있는 것으로 한다.

8.0 결과보고

8.1 정량 분석

8.1.1 정량은 검출된 분석물질과 동위원소 치환 내부표준물질의 상대비율로 정량하는 내부표준법으로 상대감응계수 (RRF, relative response factor)법에 의해 정량한다. 농도계산 방법은 아래와 같다.

$$C = \frac{(A_s)}{(A_i)} \times \frac{(I_i)}{(RRF_{avg})} \times \frac{1}{W} \quad (\text{식 3})$$

여기서, C : 시료 중 농도 (ng/g)

A_s : 시료에 함유된 분석물질의 측정된 정량이온의 피크 면적

A_i : A_s 에 대응하는 시료에 첨가된 정제용 내부표준물질의 측정된 정량이온의 피크 면적

I_i : 시료에 첨가된 정제용 내부표준물질의 양 (ng)

RRF_{avg} : 평균 상대감응계수

W : 시료량 (g)

8.2 내부표준물질의 회수율

8.2.1 내부표준물질의 회수율이라 함은 시료 정제용 내부표준물질의 회수율을 말하며 시료분석결과에 대한 신뢰성 검토를 위해 시료분석결과와 함께 제시한다.

8.2.2 검정곡선 작성용 표준용액을 분석하여 얻은 각 시료 정제용 내부표준물질과 실린지 내부표준물질간의 상대감응계수 (RRF)를 이용하여 시료에서의 내부표준물질의 회수율을 아래와 같이 계산하며 50 % ~ 125 % 범위를 만족하여야 한다.

8.2.3 검정곡선 자료를 이용하여 정제용 내부표준물질의 각각의 상대감응계수 (RRF_{IS})를 계산한다.

$$RRF_{IS} = \frac{A_{IS}}{A_{RS}} \times \frac{C_{RS}}{C_{IS}} \quad (\text{식 4})$$

여기서, A_{IS} : 검정곡선 표준용액에 첨가된 정제용 내부표준물질의 측정된 정량이온 피크 면적

A_{RS} : 검정곡선 표준용액에 첨가된 실린지 첨가용 내부표준물질의 측정된 정량이온 피크 면적

C_{RS} : 검정곡선 표준용액에 첨가된 실린지 첨가용 내부표준물질의 양 (ng)

C_{IS} : 검정곡선 표준용액에 첨가된 정제용 내부표준물질의 양 (ng)

8.2.4 정제용 내부표준물질의 각각의 계산된 RRF_{IS} 값과 시료분석 자료를 이용하여 정제용 내부표준물질의 각각의 회수율을 계산한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{(A'_{IS})}{(A'_{RS})} \times \frac{1}{RRF_{IS}} \times \frac{(C'_{RS})}{(C'_{IS})} \times 100 \quad (\text{식 5})$$

여기서, A'_{IS} : 시료에 첨가된 정제용 내부표준물질의 측정된 정량이온의 피크 면적
 A'_{RS} : 시료에 첨가된 실린지 첨가용 내부표준물질의 측정된 정량이온의 피크 면적
 C'_{RS} : 시료에 첨가된 실린지 첨가용 내부표준물질의 양 (ng)
 C'_{IS} : 시료에 첨가된 정제용 내부표준물질의 양 (ng)
 RRF_{IS} : 검정곡선의 정제용 내부표준물질 상대감응계수

8.3 시료채취 관련 자료

시료목록, 시료번호, 시료채취 일자, 시료채취 장소, 시료채취 방법, 시료채취 양, 시료의 운반과 보관 방법 등을 기록, 보관한다.

8.4 분석방법 자료

분석일자, 시료량, 추출과정, 농축과정, 농축량, 분석기기 및 조건, 사용한 표준원액 등에 대한 자료를 기록, 보관한다.

8.5 결과 보고 양식

8.5.1 시료 분석결과 실측농도는 $\mu\text{g/kg}$ 로 표기하며, 정량한계와 같은 자릿수 또는 물환경 측정망 운영계획에 규정된 자릿수까지 보고한다.

8.5.2 정량한계는 각 물질의 정량한계를 따르며 정량한계 미만은 불검출 (N.D.)로 표시하고 정량한계 값을 같이 제시한다.

9.0 참고자료

9.1 물환경종합평가방법 개발 조사연구(III) - 퇴적물조사 및 평가체계 연구, 제3절 퇴적물공정시험법(안), 국립환경과학원, 2021

9.2 하천호소퇴적물 모니터링시범사업(I), 국립환경과학원, 2008

9.3 하천호소퇴적물 모니터링시범사업(II), 국립환경과학원, 2009

9.4 US EPA Method 8081, "Organochlorine Pesticides and PCBs as Aroclors by Gas Chromatography: Capillary Column Technique", EPA, (1994)

9.5 US EPA Method 8082A, “Polychlorinated Biphenyls (PCBs) by Gas Chromatography”, EPA, (2007)

9.6 US EPA Method 1668A, “PCBs congeners in Water, Soil, Sediment and Tissue by HRGC/HRMS“, EPA, (1999)

9.7 US EPA Method 3540, Soxhlet Extraction, EPA, (1986)

9.8 US EPA Method 1628, “Polychlorinated Biphenyl (PCB) Congeners in Water, Soil, Sediment, Biosolids, and Tissue by Low-resolution GC/MS using Selected Ion Monitoring”, EPA, (2021)

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	1.00 µg/kg (건조중량)
검정곡선	결정계수 (R^2) ≥ 0.99 또는 상대감응계수 (RRF)의 상대표준편차 $\leq 25\%$
회수율	50 % ~ 125 % (정제용 내부표준물질)
정밀도	25 % 이내
정확도	50 % ~ 135 %

표 2. 가압용매추출장치 기기조건(예)

시료량	건중량 5 g ~ 10 g
추출시간 및 추출조건	pressure : 1 500 psi ~ 2 000 psi
	temperature : 140 °C
	heating time : 7 min
	static time : 5 min (after 5 min pre-heat equilibration)
	cycle : 2회
	flush volume : 60 % of the cell volume
	purge time : 120 s at 150 psi
추출용매	Acetone : Hexane = 1 : 1

표 3. PCBs의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예)

항 목	조 건
컬럼	DB-5MS (Cross-linked 5 %-Phenyl-methylpolysiloxane 60 m 길이 × 0.32 mm 내경 × 0.25 μm 필름두께)
운반기체(유속)	헬륨(1.0 mL/min)
분획비	비분할 (Splitless)
주입구온도	270 ℃
전달선 온도	280 ℃
오븐온도	초기온도 초기시간 승온속도 온도 승온속도 최종온도 최종시간 (℃) (min) (℃/min) (℃) (℃/min) (℃) (min)
	150 2 30 170 5 300 7

표 4. 대상 PCBs 및 각 물질별 선택이온(예)

대상물질		정 량이온	확인이온
동족체	이성질체 (IUPAC)		
2,4,4'-Trichlorobiphenyl	28	258	256
2,2',5,5'-Tetrachlorobiphenyl	52	292	290
3,3',4,4'-Tetrachlorobiphenyl	77		
3,4,4',5-Tetrachlorobiphenyl	81		
2,2',4,5,5'-Pentachlorobiphenyl	101	326	328
2,3,3',4,4'-Pentachlorobiphenyl	105		
2,3,4,4',5-Pentachlorobiphenyl	114		
2,3',4,4',5-Pentachlorobiphenyl	118		
2,3',4,4',5'-Pentachlorobiphenyl	123		
3,3',4,4',5-Pentachlorobiphenyl	126		
2,2',3,4,4',5'-Hexachlorobiphenyl	138	360	362
2,2',4,4',5,5'-Hexachlorobiphenyl	153		
2,3,3',4,4',5-Hexachlorobiphenyl	156		
2,3,3',4,4',5'-Hexachlorobiphenyl	157		
2,3',4,4',5,5'-Hexachlorobiphenyl	167		
3,3',4,4',5,5'-Hexachlorobiphenyl	169		
2,2',3,4,4',5,5'-Heptachlorobiphenyl	180	396	394
2,3,3',4,4',5,5'-Heptachlorobiphenyl	189		
정제용 내부표준물질			
2,4,4'-Trichloro(¹³ C ₁₂)biphenyl	28L	268	270
2,2',5,5'-Tetrachloro(¹³ C ₁₂)biphenyl	52L	304	302
2,3',4,4',5-Pentachloro(¹³ C ₁₂)biphenyl	118L	338	340
2,2',4,4',5,5'-Hexachloro(¹³ C ₁₂)biphenyl	153L	372	374
2,2',3,4,4',5,5'-Heptachloro(¹³ C ₁₂)biphenyl	180L	408	406
실린지 첨가용 내부표준물질			
3,4,4'-Trichloro(¹³ C ₁₂)biphenyl	37L	268	270
3,3',4,5'-Tetrachloro(¹³ C ₁₂)biphenyl	79L	304	302
2,3,3',4',5,5'-Hexachloro(¹³ C ₁₂)biphenyl	162L	372	374