

잔류성유기오염물질 공정시험기준
 액상 폐기물 시료 중 비의도적
 잔류성유기오염물질(UPOP)s) 동시
 시험기준-HRGC/HRMS

ES 10909.1a

2018

(Official Method of Unintentionally Produced Persistent
 Organic Pollutants (UPOP)s) in Liquid Waste by HRGC/HRMS)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준의 목적은 액상 폐기물 중 비의도적 잔류성유기오염물질 (UPOP)s, unintentionally produced persistent organic pollutants)을 동시 시험·검사함에 있어, 시료채취, 추출, 정제 그리고 기기분석 등 제반 절차의 정확과 통일을 기하는 데 있다.

1.2 적용범위

1.2.1 액상 폐기물 시료 중 다이옥신 및 퓨란 (PCDDs/PCDFs, polychlorinated dibenzo-p-dioxins/polychlorinated dibenzofurans) 17종, 코플라나폴리클로리네이티드바이페닐 (Co-PCBs, coplanar polychlorinated biphenyls) 12종 또는 폴리클로리네이티드바이페닐 동질체 (PCB congeners, polychlorinated biphenyl congeners) 209종, 헥사클로로벤젠 (HCB, hexachlorobenzene) 등을 기체크로마토그래프/고분해능 질량분석기 (HRGC/HRMS, high resolution gas chromatograph/high resolution mass spectrometer)로 분석하는 방법에 적용한다.

1.2.2 다이옥신 및 퓨란, 코플라나폴리클로리네이티드바이페닐 또는 폴리클로리네이티드바이페닐 동질체의 회수율은 50 % ~ 120 %, 헥사클로로벤젠의 회수율은 40 % ~ 130 %의 범위를 만족하고, 석방검출한계는 다이옥신 및 퓨란 0.1 pg/g, 코플라나폴리클로리네이티드바이페닐 0.1 pg/g, 폴리클로리네이티드바이페닐 동질체 1 pg/g, 헥사클

로로벤젠 0.1 ng/g을 각각 만족하여야 한다.

1.3 간섭물질

1.3.1 분석결과에 오류를 가져올 수 있는 주요 오염원으로는 용매, 시약, 유리 기구 및 그 외 분석과정 중에 사용하는 모든 기구 등 이다. 이들은 크로마토그램상의 바탕선을 상승시키는 등 시료분석 과정에 영향을 줄 수 있으며, 분석자료의 질을 저하시킬 수 있다. 따라서 모든 시약은 순도 및 불순물의 종류와 함량을 고려하여 엄선하고 필요한 경우 용매나 시약은 증류 및 정제하여 사용한다. 각 실험실에서는 실험실 정제수 바탕시료 (laboratory reagent blank)의 측정을 통해 이들 오염원으로 인한 영향 유무와 수준을 평가해야 한다.

1.3.2 잘못 세척된 유리 기구류는 분석과정 중 시료를 오염시킬 수 있으며 유리표면에 분석물질이 흡착될 경우 손실의 우려가 있으므로 유리 기구류는 적절한 세척이 매우 중요하다.

1.3.2.1 유리 기구류는 마지막 사용 용매로 한번 행구어 준 후, 바로 세제로 씻는다. 세제용액에 유리 기구를 넣고 약 30 분간 초음파 세척한다.

1.3.2.2 세제로 세척한 후, 수돗물, 정제수 순으로 행군다. 열에 안정한 물질의 경우 증류수 세척만으로는 잘 제거되지 않기 때문에 다시 아세톤, 노말-헥세인의 용매 순으로 행군 후, 105 °C 오븐에서 1 시간 이상 건조하여 사용한다.

1.3.3 분석에 사용되는 모든 물질은 오염원으로 인한 간섭이 없음을 시료 분석 이전과 시료군마다 (최대 20 개) 확인하여야 한다.

1.3.4 방법바탕시료 (method blank sample)는 실제시료의 매질과 가능하면 같아야 하고, 검출하고자 하는 물질의 농도는 방법검출한계 값 이하로 검출되어야 한다.

1.3.5 고농도의 시료 측정 후, 바로 다음 시료 측정시 고농도의 시료에 의한 오염 영향 (cross-contamination)으로 다음의 시료에서 잘못된 결과를 얻을 수 있다. 따라서 고농도의 시료 측정 후에는 마지막에 사용되는 유기용매를 2 번 ~ 3 번 측정한 후, 다음 시료를 분석한다.

1.3.6 시약이나 용매는 잔류농약 분석급 또는 특급 이상의 것을 사용하고, 필요한 경우 증류나 정제 과정을 통해 불순물의 방해로 인한 문제를 최소화 하도록 한다.

1.3.7 시료와 작업용 표준용액 (working solution)은 전처리시 동일한 용매를 사용하고 같은 과정을 거친다.

2.0 용어정의

2.1 표준원액 (stock standard solution) 및 혼합표준원액

표준원액은 분석대상물질, 대체표준물질 및 대체표준물질의 고농도 용액으로, 고상 또는 액상의 순수 표준물질 (pure reference materials)을 일정 용매에 용해시켜 제조하거나 시판되는 표준원액을 구입하여 사용가능하다. 혼합표준원액은 여러 분석대상물질의 표준물질들을 일정 용매에 용해시키거나, 시판되는 혼합표준원액을 구입하여 사용가능하다.

2.2 표준용액 (primary dilution standard solution) 및 혼합표준용액

표준용액은 표준원액을 일정 용매로 희석하여 제조하며, 혼합표준용액은 분석대상물질들의 표준원액을 혼합, 희석한 용액으로 검정곡선 작성을 위한 작업용액 (working solution)을 만들기 위해 제조한다.

2.3 내부표준용액 (internal standard solution) 및 혼합내부표준용액

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

2.4 동위원소 치환 내부표준물질

^{13}C , ^{37}Cl 등 동위원소로 치환된 물질로 만들어진 표준물질로 내부표준법에 의한 분석방

법에 사용된다.

2.4.1 시료채취용 내부표준물질

시료채취용 내부표준물질은 분석하고자 하는 물질과 유사한 화학적 구조나 화학적 성질을 가지며 시료 매질 중에서는 발견되지 않는 유기화합물로 채취방법의 신뢰성을 알아보기 위해 시료채취 이전에 첨가하여 사용한다.

2.4.2 정제용 내부표준물질

정제용 내부표준물질은 분석하고자 하는 물질과 유사한 화학적 구조나 화학적 성질을 가지며 시료 매질 중에서는 발견되지 않는 유기화합물로 분석방법의 신뢰성을 알아보기 위해 시료처리시 추출이나 정제단계에 첨가하여 사용한다.

2.4.3 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.

2.5 액상 폐기물

고형물의 함량이 5 % 미만인 폐기물을 말한다.

3.0 분석기기 및 기구

3.1 추출장치

3.1.1 속슬레 추출장치

속슬레 추출장치 (soxhlet extraction device)는 유리재 여과조 (thimble), 냉각장치, 추출 플라스크 및 가열장치 등으로 구성되어야 한다.

3.1.2 액체-액체 추출장치

액체-액체 추출장치 (liquid-liquid extraction device)는 수직 진탕기와 분별깔때기로 이루어져 있으며, 수직 진탕기는 여러 개의 분별깔때기를 한꺼번에 수직으로 진탕할 수 있는 것으로 진탕속도 및 시간 조절이 가능한 것을 사용 한다.

3.2 추출장치

3.2.1 회전증발 농축기

회전증발 농축기는 증류플라스크, 농축수기, 물중탕기 ($\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 이내로 조절 가능한 것), 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 수기의 연결부분을 아세톤 및 노말-헥세인으로 3 회 이상 세척하여 교차오염 등을 예방한다.

3.2.2 질소 농축기

질소 농축기는 질소가스가 연결될 수 있는 미세관과 테플론 (PTFE, polytetrafluoroethylene)으로 코팅된 바늘, 기체의 유량조절이 가능한 유량계, 시료용기를 고정할 수 있는 장치로 구성되어야 한다. 시료의 농축에 앞서 농축기의 바늘부분은 아세톤 및 노말-헥세인으로 3 회 이상 세척하여 교차오염 등을 방지하고, 농축 시 질소가스의 빠른 유속에 의해 시료가 시료용기 외부로 유출되지 않게 항상 주의한다.

3.3 정제용 컬럼

3.3.1 실리카겔 컬럼

3.3.1.1 활성 실리카겔 컬럼

0.063 mm ~ 0.200 mm (70 mesh ~ 230 mesh)의 실리카겔을 130 $^{\circ}\text{C}$ 에서 18 시간 이

상 건조 후, 데시케이터 안에서 약 30 분간 방치하여 냉각한 후 바로 사용하며, 정제용 컬럼은 하단에 유리섬유를 채운 후, 무수황산나트륨 2 g, 활성화된 실리카겔 5 g, 무수황산나트륨 2 g을 순차적으로 노말-헥세인과 함께 습식으로 충전하여 사용한다.

3.3.1.2 산성 실리카겔 (22 % H_2SO_4) 컬럼

활성 실리카겔 사용량의 무게비로 22 %가 되도록 황산을 첨가하여 혼합한 후, 바로 사용한다. 정제용 컬럼은 하단에 유리섬유를 채운 후 무수황산나트륨 1 g, 산성 실리카겔 2 g, 무수황산나트륨 1 g을 순차적으로 충전하여 사용한다. 또는 활성 실리카겔 100 g에 대하여 황산 28.2 g (22 %)을 넣어 혼합 후, 바로 사용한다. 단, 바로 사용하지 않는 경우에는 밀폐 후 데시케이터에 보관하여 사용한다.

3.3.1.3 산성 실리카겔 (44 % H_2SO_4) 컬럼

활성 실리카겔 사용량의 무게비로 44 %가 되도록 황산을 첨가하여 혼합한 후, 바로 사용한다. 정제용 컬럼은 하단에 유리섬유를 채운 후 무수황산나트륨 1 g, 산성 실리카겔 2 g, 무수황산나트륨 1 g을 순차적으로 충전하여 사용한다. 또는 활성 실리카겔 100 g에 대하여 황산 78.9 g (44 %)을 넣어 혼합 후, 바로 사용한다. 단, 바로 사용하지 않는 경우에는 밀폐 후 데시케이터에 보관하여 사용한다.

3.3.1.4 염기성 실리카겔 (2 % KOH) 컬럼

활성 실리카겔 100 g에 대하여 50 g/L 수산화칼륨 용액 40 mL를 넣어 혼합 후, 50 °C에서 감압, 농축, 건조 후, 바로 사용한다. 단, 바로 사용하지 않는 경우에는 밀폐 후 데시케이터에 보관하여 사용한다.

3.3.1.5 질산은 실리카겔 (10 % AgNO_3) 컬럼

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

3.3.2 알루미나 컬럼

3.3.2.1 산성 알루미나 컬럼

0.063 mm ~ 0.200 mm (70 mesh ~ 230 mesh)의 알루미나를 사용한다. 사용에 앞서 130 °C에서 12 시간 이상 가열 후, 데시케이터 안에서 약 30 분간 방치하여 냉각한 후 바로 사용한다.

3.3.2.2 염기성/중성 알루미나 컬럼

0.063 mm ~ 0.200 mm (70 mesh ~ 230 mesh)의 알루미나를 사용한다. 사용에 앞서 600 °C에서 24 시간 이상 가열 후, 데시케이터 안에서 약 30 분간 방치하여 냉각한 후 바로 사용한다.

3.4 분석용 저울

0.0001 g까지 정확하게 칭량할 수 있는 저울을 사용한다.

3.5 미량주사기

1 µL ~ 500 µL 용량의 미량주사기 (micro syringe)를 사용한다.

3.6 기체크로마토그래프/고분해능 질량분석기

3.6.1 기체크로마토그래프

기체크로마토그래프 (GC, gas chromatograph)는 모세관 컬럼 (capillary column)으로 분할 (split) 또는 비분할 (splitless)이 가능하고, 또한 컬럼 내 (on-column) 주입이 가능하며 일정온도의 유지 및 승온 조작을 통해 온도 설정이 가능한 것을 사용한다.

3.6.2 모세관 컬럼

3.6.2.1 다이옥신 및 퓨란의 분석은 2,3,7,8-치환 동질체 (2,3,7,8-substituted congeners) 17 종을 포함한 전 동질체의 분리가 양호하고, 각 동질체의 크로마토그램상 용출순위를 판명할 수 있는 컬럼 또는 컬럼들을 사용하되, 그 분리효율을 입증할 수 있는 자료를 시료분석결과와 함께 제시하여야 한다.

3.6.2.2 폴리클로리네이티드바이페닐 및 헥사클로로벤젠의 분석은 코플라나폴리클로리네이티드바이페닐 12 종을 포함한 전 동질체의 분리가 양호하고, 각 동질체 및 헥사클로로벤젠의 크로마토그램상 용출순위를 판명할 수 있는 비극성 컬럼의 사용을 원칙으로 한다. 단, 다른 컬럼을 사용하는 경우에는 그 분리효율을 입증할 수 있는 자료를 시료분석결과와 함께 제시하여야 한다.

3.6.3 고분해능 질량분석기

고분해능 질량분석기는 이중 집속형 (double focusing type)으로 분해능 10,000 이상 (10 % 계곡 (valley) 기준)을 가지는 것을 사용한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 증류수 : 노말-헥세인으로 세정한 증류수를 사용한다.

4.1.2 아세톤 (acetone, C_3H_6O , 분자량 : 58.08) : 잔류농약 분석급 이상을 사용한다.

4.1.3 데칸 (decane, $C_{10}H_{22}$, 분자량 : 142.29) : 잔류농약 분석급 이상의 것을 사용한다.

4.1.4 톨루엔 (toluene, C_7H_8 , 분자량 : 92.14) : 잔류농약 분석급 이상의 것을 사용한다.

4.1.5 노말-헥세인 (n-hexane, C_6H_{14} , 분자량 : 86.17) : 잔류농약 분석급 이상의 것을 사용한다.

4.1.6 다이클로로메테인 (dichloromethane, CH_2Cl_2 , 분자량 : 84.9) : 잔류농약 분석급 이상의 것을 사용한다.

4.1.7 황산 (sulfuric acid, H_2SO_4 , 분자량 : 98.1) : 유해중금속 분석급 이상의 것을 사용한다.

4.1.8 질산은 (silver nitrate, AgNO_3 , 분자량 : 169.8) : 특급 이상의 것을 사용한다.

4.1.9 수산화칼륨 (potassium hydroxide, KOH , 분자량 : 56.1) : 특급 이상의 것을 사용한다.

4.1.10 무수황산나트륨 (sodium sulfate anhydrous, Na_2SO_4 , 분자량 : 142.04) : 유해중금속 분석급 이상의 것을 사용한다.

4.1.11 노난 (nonane, C_9H_{20} , 분자량 : 128.3) : 잔류농약 분석급 이상의 노말-노난 또는 노난을 사용한다.

4.2 표준용액

4.2.1 퍼플루오로케로센

퍼플루오로케로센 (PFK, perfluorokerosene)은 질량분석용으로 끓는점이 높은 것을 사용한다.

4.2.2 표준용액 및 혼합표준용액

표준물질은 분석물질이 함유된 순수한 물질로써, 표준원액 또는 표준용액은 용매에 녹아 고농도로 제조된 것을 구입하여 사용한다. 분석대상물질이 모두 혼합되어 있는 혼합표준용액을 구입하여 사용하거나, 개별항목의 표준용액을 혼합하여 사용한다.

4.2.3 내부표준용액 및 혼합내부표준용액

시료채취용 내부표준물질은 다이옥신 및 퓨란의 경우 ^{37}Cl 으로 치환된 내부표준물질을 사용하며, 코플라나폴리클로리네이티드바이페닐 또는 폴리클로리네이티드바이페닐 동질체, 헥사클로로벤젠의 경우에는 ^{13}C 로 치환된 내부표준용액을 사용한다. 시료채취용 내부표준물질은 단일용액 또는 혼합용액 상태의 앰플로 구입하여 냉동보관하며, 사용 직전 개봉한다.

정제용 내부표준물질 및 실린지 첨가용 내부표준물질은 ^{13}C 로 치환된 고분해능질량분석기용 내부표준용액을 사용한다. 정제용 내부표준물질 및 실린지 첨가용 내부표준물질은 단일용액 또는 혼합용액 상태의 앰플로 구입하여 냉동보관하며, 사용 직전 개봉한다.

시료채취용 내부표준물질, 정제용 내부표준물질 및 실린지 첨가용 내부표준물질은 실험 직전에 작업 농도범위에 맞게 노말-헥세인 또는 노난으로 혼합·희석하여 필요한 양의 혼합내부표준용액을 만들어 사용한다.

4.2.4 검정곡선 표준용액

검정곡선 표준용액은 분석물질에 대한 기기의 감응도 평가를 위하여 변질과 오염이 없는 표준용액 및 내부표준용액을 혼합 및 희석하여 농도별로 제조한다.

동위원소 희석법에 의한 검정곡선 표준용액 (calibration standard solution)은 농도별로 조제한 혼합표준용액에 혼합내부표준용액이 일정 농도가 되도록 혼합한 용액으로 5개 이상의 농도 (CS1 ~ CS5)로 조제한다. 절대검정곡선법에 의한 검정곡선 표준용액은 표준원액을 가지고 필요한 농도 범위로 희석하여 조제한 것으로, 2 가지 모두 분석 대상물질에 대한 기기의 감응도 평가를 위한 검정곡선 작성에 이용한다.

5.0 시료채취 및 관리

ES 10104 폐기물의 시료채취 및 보존 방법에 따른다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

6.1 방법검출한계 및 정량한계 확인

방법검출한계 및 정량한계는 ES 10001.a 정도보증/정도관리에 따라 측정한다. 측정된 방법검출한계는 시험기준에서 제시한 값 이하이어야 한다.

6.2 방법바탕시료의 측정

액상 폐기물시료 분석을 위한 방법바탕시료는 시료와 유사한 매질을 사용한다. 실제시료와 동일한 방법으로 전처리·분석되어야 하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다. 시료군마다 1 개의 방법바탕시료를 측정한다.

6.3 정확도 및 정밀도 확인

정확도 및 정밀도는 ES 10001.a 정도보증/정도관리에 따라 측정한다. 정확도는 인증표준 물질을 4 회 이상 분석하거나 또는 바탕시료에 표준물질을 첨가한 4 개 이상의 첨가시료를 분석하여 첨가된 양에 대한 측정값들의 평균 %회수율로부터 도출하며, 정밀도는 그 측정평균값과 표준편차로부터 계산된 상대표준편차로부터 산출한다.

6.4 검정곡선의 작성 및 검증

검정곡선은 정량범위 내 5 개의 농도 (CS1 ~ CS5)로 시료군마다 작성하고, CS1 ~ CS5의 상대감응계수 (RRF, relative response factors)의 상대표준편차 (RSD)는 $\pm 15\%$ 이내로 하며 그 허용범위를 벗어나면 재작성한다. 분석 종료 후, 검정곡선의 중간농도 (CS3)에 해당하는 표준용액을 비교 측정하여 당초 중간농도 검정곡선 상대감응계수의 상대표준편차가 $\pm 20\%$ 를 벗어나면 재시험한다.

6.5 기체크로마토그래프/고분해능 질량분석기 정도관리

6.5.1 기체크로마토그래프/고분해능 질량분석기의 분해능은 10 % 계곡에서 10,000 이상을 유지해야한다.

6.5.2 선택이온에 대한 크로마토그램의 피크와 체류시간이 같은 2 개 선택이온의 피크

면적비를 염소 원자수에 의한 동위원소 치환체 피크의 자연 존재비 (isotope ratio)와 비교하여 $\pm 20\%$ 이내에 있으면 정량하고, $\pm 20\%$ 를 넘으면 선택이온과 동일한 시간대의 피크면적이 방법검출한계의 3 배 이상인 경우에만 재정제하여 정량하며, 다시 $\pm 20\%$ 를 넘는 경우에는 정량하지 아니한다.

6.5.3 각 그룹에 대한 잠금질량 (lock mass)이 초기 값에서 $\pm 20\%$ 이상 불안정성이 나타나면, 시료를 재정제하는 등의 간섭물질 영향을 제거하는 절차를 수행하고 재분석한다.

6.5.4 기체크로마토그래프의 주입구는 항상 청결하게 유지되어야 하며 기체가 새는 것을 방지해야 한다. 따라서 격막은 너무 느슨하게 조여 쥐서는 안 되며, 반대로 너무 강하게 조여 주사기를 주입시키기 어렵다. 격막의 교체 시기는 컬럼 교체시나 라이너 교체시 항상 같이 갈아 주는 것이 바람직하다. 라이너의 경우 시료분석이 20 개 ~ 30 개 정도 (1 batch) 분석 후에는 교체하는 것이 바람직하다. 이때 교체 후에는 노말-메틸-노말-(트리메틸시릴)트리플루오로아세트아미드 (N-methyl-N-(trimethylsilyl)trifluoroacetamide) 등으로 10 μL ~ 15 μL 정도 주입하여 라이너의 유리내벽을 비활성화 시켜 주거나 비활성 처리된 라이너를 사용한다.

6.5.5 표준물질들의 분해, 주입구 오염, 컬럼과 크로마토그래프 시스템의 활성 저하 등이 기기의 감도를 변화시킬 수 있다. 격막 (septum), 트랩, 주사기, 필라멘트 등을 교환했을 경우, 반드시 검정곡선을 다시 작성할 필요는 없지만 컬럼의 교환이나 길이의 변화, 질량분석기 이온원의 세척, 전자증배관 검출기 (electron multiplier detector)의 교환, 주입구 교환을 했을 경우, 기기의 감도에 영향을 줄 수 있으므로 반드시 검정곡선을 다시 작성해야 한다.

6.6 실험실 내부정도관리

잔류성 유기오염물질을 시험·검사하는 실험실에서는 방법검출한계와 정밀도/정확도를 연 1 회 이상 실시하는 것을 원칙으로 하며, 분석 장비의 주요부품 수리·교체, 분석자 변경 등 내부정도관리가 필요한 경우 수시로 실시하고 그 결과를 정도관리기록부에 보관하여야 한다.

7.0 분석절차

7.1 전처리

7.1.1 추출

시료 10 g 이상을 뷰흐너깔때기 (buchner funnel)로 여과한 후, 여액은 다이클로로메테인으로 추출하고 고형분은 풍건 후, 속슬레 유리재 여과조에 정제용 내부표준물질과 함께 넣고 다이클로로메테인^{주1)}으로 매초 1 방울의 속도로 16 시간 이상 속슬레 추출을 한다. 이때 내부표준물질의 조제 첨가조작은 실험자의 안전을 위하여 글러브박스 (glove box) 안에서 하는 것을 원칙으로 한다.

시료로부터 추출된 용액은 무수황산나트륨으로 탈수하고 회전증발 농축기를 이용하여 1 mL 정도로 농축한다. 분석용 시료는 노말-헥세인 2 mL로 용매를 전환하여 5 mL ~ 15 mL 시험관에 옮기고, 질소 농축기로 정제용 시료로 약 1 mL가 되게 농축한다.

[주 1] 속슬레 추출 용매로 톨루엔을 사용할 수 있다.

7.2 정제방법

7.2.1 플라나폴리클로리네이티드바이페닐 및 폴리클로리네이티드바이페닐 동질체, 헥사클로로벤젠

7.2.1.1 실리카겔 정제

① 용매로 세정한 안지름 15 mm, 길이 300 mm의 유리컬럼에 활성실리카겔 0.9 g, 염기성 실리카겔 3 g, 활성실리카겔 0.9 g, 44 % 산성실리카겔 4.5 g, 22 % 산성실리카겔 6 g, 활성실리카겔 0.9 g, 10 % 질산은실리카겔 3 g, 무수황산나트륨 6 g을 순차적으로 충전한다. 이때 충전 부분이 다소 변색된 경우는 사용하지 않는다.

② 농축된 시료를 컬럼 기벽에 묻지 않고, 상단의 무수황산나트륨이 흩어지지 않도록 조심스럽게 부하한 후, 노말-헥세인 150 mL^{주2)}로 매초 1 방울 속도로 용출시킨다. 이때 충전 부분이 많이 변색되었을 경우는 재정제한다.

[주 2] 정제과정에서 사용하는 용매의 종류 및 양은 표준물질 등으로 분획실험하여 미리 정한 것으로 한다.

③ 용출액을 회전증발 농축기로 약 1 mL까지 농축한 다음 질소 농축기로 약 100 μ L까지 농축한 후, 노말-헥세인^{주3)} 0.5 mL을 넣어 용매를 전환하여 최종액으로 사용한다.

[주 3] 노난 또는 데칸으로 대신해도 좋다.

7.2.2 다이옥신 및 퓨란

7.2.2.1 실리카겔 정제

① 용매로 세정한 안지름 15 mm, 길이 300 mm의 정제용 컬럼에 활성실리카겔 0.9 g, 염기성 실리카겔 3 g, 활성실리카겔 0.9 g, 44 % 산성실리카겔 4.5 g, 22 % 산성실리카겔 6 g, 활성실리카겔 0.9 g, 10 % 질산은실리카겔 3 g, 무수황산나트륨 6 g을 순차적으로 충전한다. 이때 충전 부분이 다소 변색된 경우는 사용하지 않는다.

② 농축된 시료를 컬럼 기벽에 묻지 않고, 상단의 무수황산나트륨이 흩어지지 않도록 조심스럽게 주입한 후, 노말-헥세인 용액 150 mL^{주2)}로 매초 1 방울 속도로 용출시킨다. 이때 충전 부분이 많이 변색되었을 경우는 재정제한다.

③ 용출액을 회전증발 농축기로 약 5 mL까지 농축한 다음 질소 농축기로 약 1 mL까지 농축하여 알루미나 정제용 시료로 한다.

7.2.2.2 알루미나 정제

① 용매로 세정한 안지름 15 mm 길이 300 mm의 정제용 컬럼에 무수황산나트륨 2 g, 활성알루미나를 6 g, 무수황산나트륨 2 g을 순차적으로 충전한다. 이때 충전 부분이 다소 변색된 경우는 사용하지 않는다.

② 농축된 시료를 컬럼 기벽에 묻지 않고, 상단의 무수황산나트륨이 흩어지지 않도록

조심스럽게 주입한 후, 2 % 다이클로로메테인 함유 노말-헥세인 100 mL로 매초 1 방울 속도로 용출하고 이 용출액은 버린다.

③ 이어서 50 % 다이클로로메테인 함유 노말-헥세인 150 mL^{주2)}을 매초 1 방울 속도로 용출시킨다.

④ 용출액을 회전증발 농축기로 약 1 mL까지 농축한 다음 질소 농축기로 약 100 μ L까지 농축한 후, 노말-헥세인^{주3)} 0.5 mL을 넣어 용매를 전환한다. 알루미나 정제과정은 다이옥신 및 퓨란의 분석시에만 사용되며, 다이옥신 및 퓨란의 분석용 시료는 알루미나 정제 용액을 최종액으로 사용한다.

7.2.3 실린지 첨가용 내부표준물질의 첨가

모든 정제 및 농축과정을 거친 시료를 질소 농축기로 완전히 농축시키고, 실린지 첨가용 내부표준물질을 첨가한 후 노란으로 최종 시료 양을 시료의 종류와 예상되는 농도에 따라 20 μ L ~ 100 μ L로 조절한다.

7.3 기기분석방법

분석은 기체크로마토그래프/고분해능 질량분석기의 전자충격 이온화방식 방법을 사용하며, 정성분석은 각 동족체의 2 개 이온을 선택이온검출법 (SIM, selected ion monitoring)과 선택이온 머무름 시간으로 하고 정량분석은 그 선택이온의 면적비를 계산한 상대감응계수 (RRF, relative response factors)법 또는 내부표준법으로 한다.

7.3.1 기체크로마토그래프 분석조건

화합물의 분리가 잘되고 감도가 최적화되도록 기체크로마토그래프의 조건을 설정하고 이 최적의 조건을 사용하여 분석에 사용되는 모든 시료 (검정곡선 표준용액, 바탕시료, 내부정도관리용 시료 및 실제시료 등)에 대해 동일하게 적용한다.

7.3.2 고분해능 질량분석기 분석조건

7.3.2.1 질량설정

고분해능 질량분석기는 분해능 10,000 (10 % 계곡 (valley) 기준) 이상의 상태를 유지해야 하며 선택이온법으로 각 동족체마다 2 개 이상의 선택이온, 즉 분자질량이온 (M^+) 및 감도가 높은 질량 $((M+2)^+$ 또는 $(M+4)^+$)을 소수점 넷째 자리까지 이용한다.

7.3.2.2 질량검정

기체크로마토그래프/고분해능 질량분석기는 시료분석조건과 동일한 조건에서 분해능 10,000 이상으로 질량 조정 (mass tuning)한 다음, 염화물의 수에 따라 최소 그룹으로 나누어 마그네트 전환방식 (magnet switching)으로 PFK (perfluorokerosene)에 대한 질량검정을 하여야 한다. 각 그룹별 PFK 질량검정 결과는 시료 분석결과에 대한 신뢰성 검토를 위해 시료 분석결과와 함께 제시한다.

7.3.2.3 검정곡선 작성

시료를 분석하기 전에 5 단계 이상의 검정곡선 작성용 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.

$$\text{상대감응계수 (RRF)} = \frac{(A_{1n} + A_{2n})}{(A_{1IS} + A_{2IS})} \times \frac{(C_{IS})}{(C_n)} \quad (\text{식 1})$$

여기서, A_{1n} , A_{2n} : 정량용 표준물질의 1, 2차 선택이온의 피크 면적

A_{1IS} , A_{2IS} : 정량용 표준물질에 첨가된 내부표준물질의 1, 2차 선택이온의 피크 면적

C_{IS} : 정량용 표준물질에 첨가된 내부표준물질의 농도

C_n : 정량용 표준물질의 농도

상대감응계수 (RRF)값을 구한 다음, 아래 식 (2)와 같이 평균 상대감응계수 ($RRF_{avg.}$)를 구하고, 이로부터 표준편차 및 상대표준편차 (RSD)를 계산한다.

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

CS1 ~ CS5의 농도별 상대감응계수 값에 대한 상대표준편차 (RSD)가 $\pm 15\%$ 이내 인 경우는 평균 상대감응계수를 사용하여 시료를 정량하고, $\pm 15\%$ 를 초과하면 모든 검정곡선 표준용액을 다시 측정하여 새로운 평균 상대감응계수를 구하여야 한다. 분석 종료 후, 검정곡선의 중간농도 (CS3)에 해당하는 표준용액을 비교 측정하여 당초 중간 농도 검정곡선 상대감도계수의 상대표준편차가 $\pm 20\%$ 를 벗어나면 재시험한다.

7.4 시료분석

7.4.1 7.3.1 항과 7.3.2 항의 방법에 따라 분석기기의 조건을 설정한다.

7.4.2 바탕시료에 정제용 내부표준물질을 첨가하여 7.1 항과 7.2 항에 따라 수행한 추출 및 정제 효율성 실험을 통해 얻어진 각 시료 매질별 최적 전처리 조건에 따라 실제시료를 처리한다. 이때 각 시료에 실린지 첨가용 내부표준물질을 일정 농도로 첨가하여 바탕시료와 동일한 실험과정을 통해 처리된 시료를 기체크로마토그래프에 주입한다.

7.5 시료분석결과

7.5.1 정성분석

7.5.1.1 분석하기 위해 질량수 및 질량형태를 구분하고 선택한 각 분석물질별 두 개의 m/z 이온이 정해진 머무름 시간에서 나타나야 한다.

7.5.1.2 시료 추출물에서 각 분석물질들을 검출하기 위하여 기체크로마토그래프의 피크에 대한 신호 대 잡신호 비 (S/N)는 2.5 보다 커야 한다.

7.5.2 정량분석

정량은 검출된 분석물질과 동위원소 치환 내부표준물질의 상대비율로 정량하는 동위원소희석법으로 한다. 농도계산 방법은 다음 식과 같다.

$$C = \frac{(A1_s + A2_s)}{(A1_{IS} + A2_{IS})} \times \frac{(I_{IS})}{(RRF_{avg.})} \times \frac{1}{V} \quad (\text{식 } 3)$$

여기서, C : 시료 중 농도 (pg/g 또는 ng/g)

A1_s, A2_s : 시료에 함유된 이성체의 1, 2차 선택이온의 피크 면적

A1_{IS}, A2_{IS} : A1_s와 A2_s에 대응하는 시료에 첨가된 내부표준물질의 1, 2차 선택이온의 피크 면적

I_{IS} : 시료에 첨가된 내부표준물질의 양 (pg 또는 ng)

RRF_{avg.} : 평균 상대감응계수

V : 시료량 (g)

7.5.3 회수율

회수율은 실린지 첨가용 표준물질에 대한 시료채취용 또는 정제용 내부표준물질의 회수율로 나타내며, 시료분석결과에 대한 신뢰성 검토를 위해 시료분석결과와 함께 제시한다. 각 물질 및 각 이성질체에 대한 회수율은 50 % ~ 120 % 범위 (단, 헥사클로로벤젠은 40 % ~ 130 %)를 만족하여야 하며, 회수율이 범위를 벗어나면 재시험하여야 한다.

7.5.3.1 다이옥신 및 퓨란

① 시료채취용 내부표준물질 ³⁷Cl-2,3,7,8-TeCDD와 정제용 내부표준물질 15종에 대한 회수율은 실린지 첨가용 내부표준물질로 사용되는 ¹³C-1,2,3,4-TeCDD와 ¹³C-1,2,3,7,8,9-HxCDD를 가지고 구한다.

② 검정곡선 자료를 이용하여 실린지 첨가용 내부표준물질인 ¹³C-1,2,3,4-TeCDD와 ¹³C-1,2,3,7,8,9-HxCDD에 대한 시료채취용 및 정제용 내부표준물질의 상대감응계수 (RRF_{IS})를 다음과 같이 계산한다.

$$RRF_{IS} = \frac{(A1_{IS} + A2_{IS})}{(A1_{RS} + A2_{RS})} \times \frac{(C_{RS})}{(C_{IS})} \quad (\text{식 } 4)$$

여기서, A1_{IS}, A2_{IS} : 시료채취용 또는 정제용 표준물질의 1, 2차 선택이온의 피크 면적

$A1_{RS}$, $A2_{RS}$: 실린지 첨가용 내부표준물질에 1, 2차 선택이온의 피크 면적

C_{RS} : 실린지 첨가용 내부표준물질의 농도

C_{IS} : 시료채취용 또는 정제용 표준물질의 농도

③ 계산된 RRF_{IS} 값과 시료분석 자료를 이용하여 시료채취용 및 정제용 내부표준물질 중 4, 5염화물에 대한 것은 ^{13}C -1,2,3,4-TeCDD에 의해, 6, 7, 8염화물에 대한 것은 ^{13}C -1,2,3,7,8,9-HxCDD를 가지고 다음과 같이 계산한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{(A1_{IS} + A2_{IS})}{(A1_{RS} + A2_{RS})} \times \frac{1}{RRF_{IS}} \times \frac{(C_{RS})}{(C_{IS})} \times 100 \quad (\text{식 5})$$

여기서, $A1_{IS}$, $A2_{IS}$: 시료채취용 또는 정제용 표준물질의 1, 2차 선택이온의 피크 면적

$A1_{RS}$, $A2_{RS}$: 실린지 첨가용 내부표준물질에 1, 2차 선택이온의 피크 면적

C_{RS} : 실린지 첨가용 내부표준물질의 농도

C_{IS} : 시료채취용 또는 정제용 표준물질의 농도

RRF_{IS} : 내부표준물질의 상대감응계수

7.5.3.2 코플라나폴리클로리네이티드 또는 폴리클로리네이티드바이페닐 동질체

① 시료채취용 내부표준물질 3종과 정제용 내부표준물질 27종에 대한 회수율은 실린지 첨가용 내부표준물질 ^{13}C -2,5-DiCB, ^{13}C -2,2',5,5'-TetraCB, ^{13}C -2,2',4,5,5'-PentaCB, ^{13}C -2,2',3,4,4',5'-HexaCB, ^{13}C -2,2',3,3',4,4',5,5'-OctaCB를 가지고 구한다.

② 검정곡선 자료를 이용하여 내부표준물질의 상대감응계수, RRF_{IS} 값을 다이옥신 및 퓨란의 식에 따라 계산한다.

③ 계산된 RRF_{IS} 값과 시료분석 자료를 이용하여 정제용 내부표준물질 중 1,2,3염화물은 ^{13}C -2,5-DiCB를, 4염화물은 ^{13}C -2,2',5,5'-TetraCB를 5염화물은 ^{13}C -2,2',4,5,5'-PentaCB를, 6,7염화물은 ^{13}C -2,2',3,4,4',5'-HexaCB를, 8,9,10염화물은 ^{13}C -2,2',3,3',4,4',5,5'-OctaCB를 가지고 다이옥신 및 퓨란의 회수율 식에 따라 계산한다.

7.5.3.3 헥사클로로벤젠

① 시료채취용 내부표준물질 ^{13}C -2,3,3',5,5'-PentaCB와 정제용 내부표준물질 ^{13}C -HCB에 대한 회수율은 실린지 첨가용 내부표준물질 ^{13}C -2,2',4,5,5'-PentaCB을 가지고 구한다.

② 검정곡선 자료를 이용하여 내부표준물질에 대한 상대감응계수, RRF_{IS} 값을 다이옥신 및 퓨란의 식에 따라 계산한다.

③ 계산된 RRF_{IS} 값과 시료분석 자료를 이용하여 정제용 내부표준물질 ^{13}C -HCB를 가지고 다이옥신 및 퓨란의 회수율 식에 따라 계산한다.

8.0 결과보고

8.1 분석결과 보고

시료의 측정·분석 후, 결과 보고 시에는 다음과 같은 목록을 보고하여야 한다.

8.1.1 시료채취관련자료

시료목록, 시료번호, 시료채취 일자 및 기상사항, 시료채취 장소, 시료채취 유량, 시료채취 방법, 시료채취 양, 시료채취 과정, 시료보관 방법 등을 보고한다.

8.1.2 분석방법자료

분석일자, 시료량, 추출과정, 농축과정, 농축량, 분석기기 및 조건, 사용한 표준물질 등에 대한 자료를 보고한다.

8.1.3 분석결과자료

8.1.3.1 검정곡선 작성, 질량검정, 표준물질 및 방법바탕시료의 크로마토그램을 분석시료의 크로마토그램과 함께 보고한다.

8.1.3.2 방법검출한계, 정량한계 및 산출근거를 보고한다.

8.1.3.3 분석결과 농도 및 회수율을 보고한다.

8.2 결과보고 양식

8.2.1 시료 분석결과 실측농도는 pg/g 또는 ng/g으로 표기한다.

8.2.2 다이옥신 및 퓨란은 국제독성등가환산계수 (I-TEF, international toxicity equivalency factor)를 사용하여 독성등가환산농도 (TEQ, toxic equivalents), 즉 실측농도에 독성등가환산계수를 곱한 값으로 pg I-TEQ/g 또는 ng I-TEQ/g으로 표기한다.

8.2.3 코플라나폴리클로리네이티드바이페닐은 세계보건기구독성등가환산계수 (WHO-TEF, World Health Organization toxicity equivalency factor)를 사용하여 독성등가환산농도 (TEQ, toxic equivalents), 즉 실측농도에 독성등가환산계수를 곱한 값으로 pg WHO-TEQ/g 또는 ng WHO-TEQ/g으로 표기한다.

8.2.4 각 동질체의 분석결과는 총 합으로 제시하되, 모든 결과에 대한 수치의 표시자릿수는 소수 셋째자리로 한다. 단, 표시자릿수 이하 다음 자리의 수치가 5 이상이면 끊어 올리고, 5 미만이면 끊어버린다.

8.2.5 모든 농도결과는 방법검출한계를 적용하여 나타내고 방법검출한계 미만은 N.D.로 표시하고 방법검출한계값을 같이 제시한다. 또한, 방법검출한계 미만 값을 독성등가환산농도로 나타낼 때는 0 으로 표시한다.

8.2.6 결과보고 양식은 부록에 제시한 양식에 따른다.

9.0 참고문헌

9.1 US EPA Method 1613, "Tetra-through Octa-chlorinated Dioxins and Furans by Isotope Dilution HRGC/HRMS", (1994)

9.2 US EPA Method 1668, "Toxic PCBs by Isotope Dilution HRGC/HRMS", (1997)

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

9.4 JIS K0311, “Method for determination of tetra-through octa-chlorodibenzo-p-dioxins, tetra-through octa-chlorodibenzofurans and coplanar polychlorobiphenyls in stationary source emission”, (1997)

9.5 JIS K0312, “Method for determination of tetra-through octa-chlorodibenzo-p-dioxins, tetra-through octa-chlorodibenzofurans and coplanar polychlorobiphenyls in industrial water and waste water”, (1999)

10.0 부록

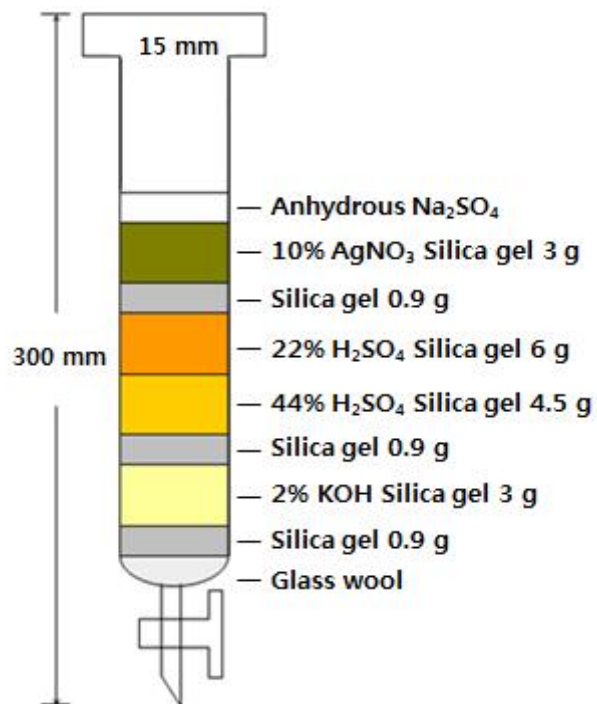


그림 1. 다층 실리카겔 정제용 컬럼

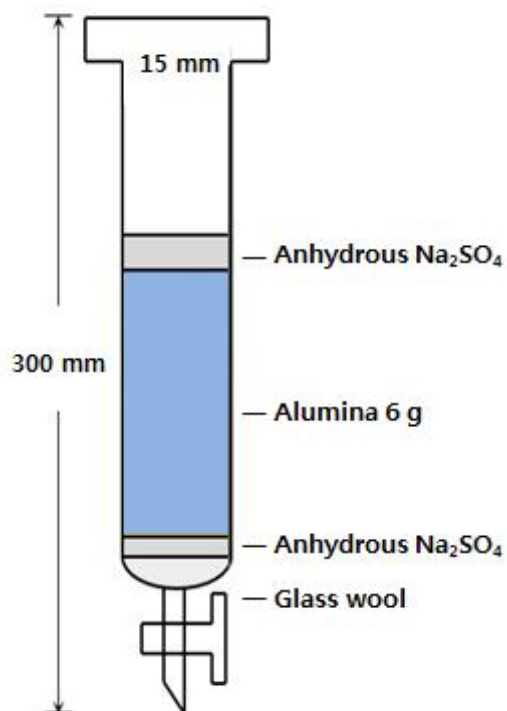


그림 2. 알루미나 정제용 컬럼

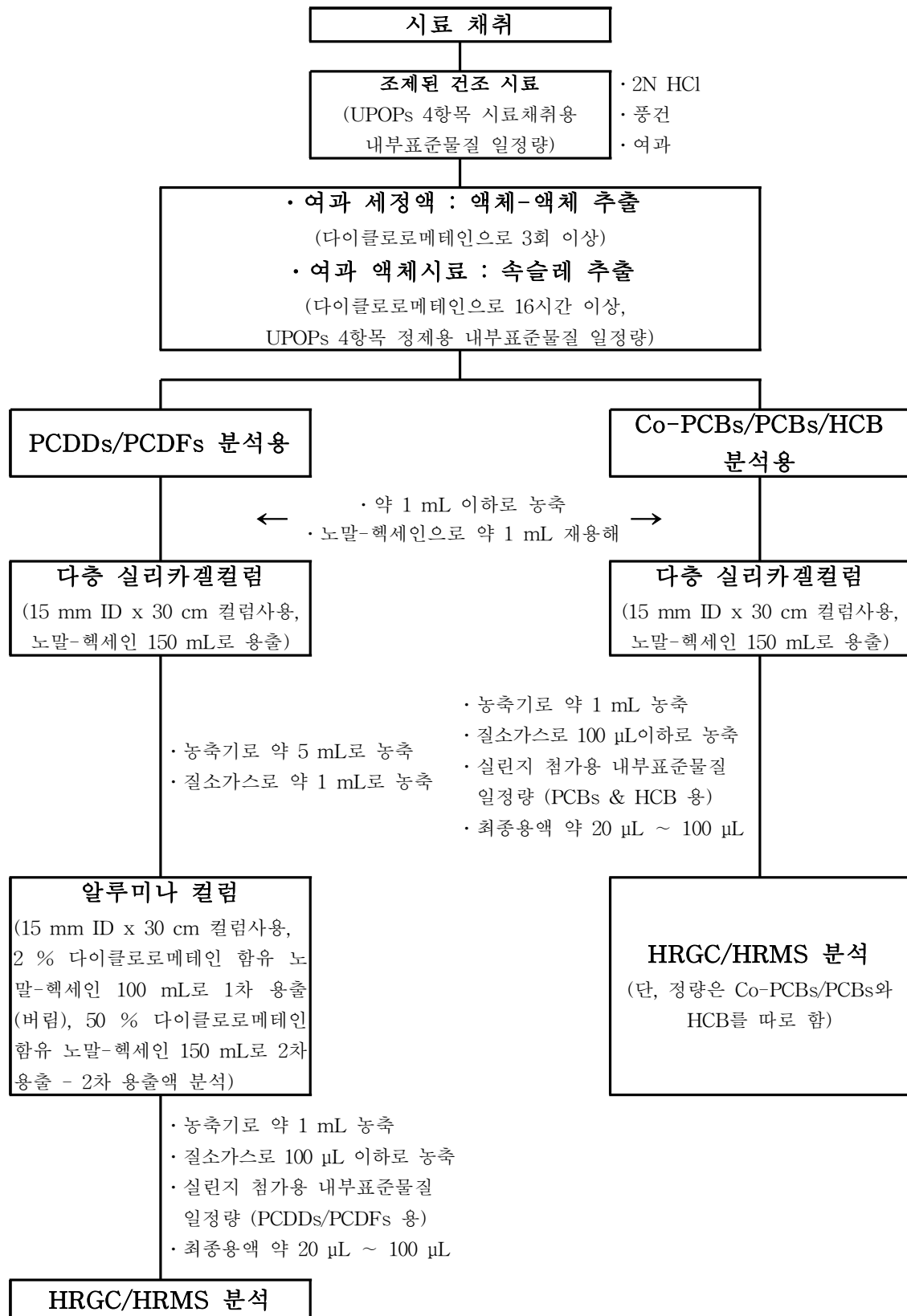


그림 3. 액상 폐기물 시료 중 비의도적 잔류성유기오염물질 전처리 흐름도

표 1. 다이옥신 및 퓨란 측정·분석을 위한 동위원소 치환 내부표준물질

시료채취용 내부표준물질	정제용 내부표준물질	실린지 첨가용 내부표준물질
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-TeCDD	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeCDD	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8,9-OCDD	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-TeCDF	
$^{37}\text{Cl}_4$ -2,3,7,8-TeCDD	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeCDF	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4-TeCDD
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-PeCDF	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxCDD
	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	

비고 : TeCDD = Tetrachlorodibenzo-*p*-dioxin / TeCDF = Tetrachlorodibenzofuran

PeCDD = Pentachlorodibenzo-*p*-dioxin / PeCDF = Pentachlorodibenzofuran

HxCDD = Hexachlorodibenzo-*p*-dioxin / HxCDF = Hexachlorodibenzofuran

HpCDD = Heptachlorodibenzo-*p*-dioxin / HpCDF = Heptachlorodibenzofuran

OCDD = Octachlorodibenzo-*p*-dioxin / OCDF = Octachlorodibenzofuran

표 2. 코플라나폴리클로리네이티드바이페닐 또는 폴리클로리네이티드바이페닐 동질체 측정·분석을 위한 동위원소 치환 내부표준물질

시료채취용 내부표준물질	정제용 내부표준물질	실린지 첨가용 내부표준물질
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2-MonoCB (1L)	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -4-MonoCB (3L)	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2'-DiCB (4L)	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -4,4'-DiCB (15L)	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',6-TriCB (19L)	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -3,4,4'-TriCB (37L)	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',6,6'-TetraCB (54L)	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4'-TetraCB (77L)*	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,5-DiCB(9L)
	$^{13}\text{C}_{12}$ -3,4,4',5-TetraCB (81L)*	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',5,5'-TetraCB (52L)
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,4,4'-TriCB (28L)	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',4,6,6'-PentaCB (104L)	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',4,5,5'-PentaCB (101L)
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',5,5'-PentaCB (111L)	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4'-PentaCB (105L)*	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,4,4',5'-HexaCB (138L)
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,3',5,5',6-HeptaCB (178L)	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,4',5-PentaCB (114L)*	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,3',4,4',5,5'-OctaCB (194L)
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4,4',5-PentaCB (118L)*	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2',3,4,4',5-PentaCB (123L)*	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4',5-PentaCB (126L)*	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',4,4',6,6'-HexaCB (155L)	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5-HexaCB (156L)*	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5'-HexaCB (157L)*	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4,4',5,5'-HexaCB (167L)*	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4',6,6'-HexaCB (169L)*	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,4',5,6,6'-HeptaCB (188L)	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5,5',6-OctaCB (205L)	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,3',4,4',5,5',6-NonaCB (206L)	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,3',4,5,5',6,6'-NonaCB (208L)	

표 3. 헥사클로로벤젠 측정·분석을 위한 동위원소 치환 내부표준물질

시료채취용 내부표준물질	정제용 내부표준물질	실린지 첨가용 내부표준물질
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',5,5'-PentaCB* (111L)	$^{13}\text{C}_{12}$ -HCB	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',4,5,5'-PentaCB* (101L)

() : IUPAC No.

* : Pentachlorobiphenyl (코플라나폴리클로리네이티드바이페닐 또는 폴리클로리네이티드바이페닐 동질체의 분석을 위해 사용되는 표준물질 중 PentaCB를 기준으로 분석하므로 동시 측정·분석시에는 별도의 시약을 사용하지 않는다.)

표 4. 다이옥신 및 퓨란 분석을 위한 검정곡선 표준용액

	(Unit : ng/mL)				
	CS1	CS2	CS3	CS4	CS5
2,3,7,8-TeCDD	0.5	2.0	10	40	200
2,3,7,8,-TeCDF	0.5	2.0	10	40	200
1,2,3,7,8-PeCDD	2.5	10	50	200	1000
1,2,3,7,8-PeCDF	2.5	10	50	200	1000
2,3,4,7,8-PeCDF	2.5	10	50	200	1000
1,2,3,4,7,8-HxCDD	2.5	10	50	200	1000
1,2,3,6,7,8-HxCDD	2.5	10	50	200	1000
1,2,3,7,8,9-HxCDD	2.5	10	50	200	1000
1,2,3,4,7,8-HxCDF	2.5	10	50	200	1000
1,2,3,6,7,8-HxCDF	2.5	10	50	200	1000
1,2,3,7,8,9-HxCDF	2.5	10	50	200	1000
2,3,4,6,7,8-HxCDF	2.5	10	50	200	1000
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	2.5	10	50	200	1000
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	2.5	10	50	200	1000
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	2.5	10	50	200	1000
1,2,3,4,6,7,8,9-OCDD	5.0	20	100	400	2000
1,2,3,4,6,7,8,9-OCDF	5.0	20	100	400	2000
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4-TeCDD	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDD	100	100	100	100	100
³⁷ Cl-2,3,7,8-TeCDD	0.5	2.0	10	40	200
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8,-TeCDF	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCD	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8,9-OCDD	200	200	200	200	200

표 5. 코플라나폴리클로리네이티드바이페닐 또는 폴리클로리네이티드바이페닐 동질체 분석을 위한 검정곡선 표준용액

	(Unit : ng/mL)				
	CS1	CS2	CS3	CS4	CS5
2-MonoCB (1)	1.0	5.0	50	400	2000
4-MonoCB (3)	1.0	5.0	50	400	2000
2,2'-DiCB (4)	1.0	5.0	50	400	2000
4,4'-DiCB (15)	1.0	5.0	50	400	2000
2,2',6-TriCB (19)	1.0	5.0	50	400	2000
3,4,4'-TriCB (37)	1.0	5.0	50	400	2000
2,2',6,6'-TetraCB (54)	1.0	5.0	50	400	2000
3,3',4,4'-TetraCB (77)*	1.0	5.0	50	400	2000
3,4,4',5-TetraCB (81)*	1.0	5.0	50	400	2000
2,2',4,6,6'-PentaCB (104)	1.0	5.0	50	400	2000
2,3,3',4,4'-PentaCB (105)*	1.0	5.0	50	400	2000
2,3,4,4',5-PentaCB (114)*	1.0	5.0	50	400	2000
2,3',4,4',5-PentaCB (118)*	1.0	5.0	50	400	2000
2',3,4,4',5-PentaCB (123)*	1.0	5.0	50	400	2000
3,3',4,4',5-PentaCB (126)*	1.0	5.0	50	400	2000
2,2',4,4',6,6'-HexaCB (155)	1.0	5.0	50	400	2000
2,3,3',4,4',5-HexaCB (156)*	1.0	5.0	50	400	2000
2,3,3',4,4',5'-HexaCB (157)*	1.0	5.0	50	400	2000
2,3',4,4',5,5'-HexaCB (167)*	1.0	5.0	50	400	2000
3,3',4,4',6,6'-HexaCB (169)*	1.0	5.0	50	400	2000
2,2',3,4',5,6,6'-HeptaCB (188)	1.0	5.0	50	400	2000
2,3,3',4,4',5,5'-HeptaCB (189)*	1.0	5.0	50	400	2000
2,2',3,3',5,5',6,6'-OctaCB (202)	1.0	5.0	50	400	2000
2,3,3',4,4',5,5',6-OctaCB (205)	1.0	5.0	50	400	2000
2,2',3,3',4,4',5,5',6-NonaCB (206)	1.0	5.0	50	400	2000
2,2',3,3',4,5,5',6,6'-NonaCB (208)	1.0	5.0	50	400	2000
DecaCB (209)	1.0	5.0	50	400	2000

(표 계속)

(Unit : ng/mL)

	CS1	CS2	CS3	CS4	CS5
¹³ C ₁₂ -2-MonoCB (1L)	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -4-MonoCB (3L)	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,2'-DiCB (4L)	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -4,4'-DiCB (15L)	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,2',6-TriCB (19L)	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -3,4,4'-TriCB (37L)	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,2',6,6'-TetraCB (54L)	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4'-TetraCB (77L)*	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -3,4,4',5-TetraCB (81L)*	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,2',4,6,6'-PentaCB (104L)	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4'-PentaCB (105L)*	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,3,4,4',5-PentaCB (114L)*	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,3',4,4',5-PentaCB (118L)*	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2',3,4,4',5-PentaCB (123L)*	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4',5-PentaCB (126L)*	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,2',4,4',6,6'-HexaCB (155L)	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5-HexaCB (156L)*	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5'-HexaCB (157L)*	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,3',4,4',5,5'-HexaCB (167L)*	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4',6,6'-HexaCB (169L)*	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,2',3,4',5,6,6'-HeptaCB (188L)	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5,5'-HeptaCB (189L)*	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,2',3,3',5,5',6,6'-OctaCB (202L)	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5,5',6-OctaCB (205L)	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,2',3,3',4,4',5,5',6-NonaCB (206L)	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,2',3,3',4,5,5',6,6'-NonaCB (208L)	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -DecaCB (209L)	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,4,4'-TeCB (28L)	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,3,3',5,5'-PeCB (111L)	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,2',3,3',5,5',6-HpCB (178L)	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,5-DiCB(9L)	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,2',5,5'-TetraCB (52L)	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,2',4,5,5'-PentaCB (101L)	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,2',3,4,4',5'-HexaCB (138L)	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,2',3,3',4,4',5,5'-OctaCB (194L)	100	100	100	100	100

() : IUPAC No.

* : 코플라나폴리클로리네이티드바이페닐

표 6. 헥사클로로벤젠 분석을 위한 검정곡선 표준용액

(Unit : ng/mL)

	CS1	CS2	CS3	CS4	CS5
HCB	10	50	200	1000	2000
$^{13}\text{C}_{12}$ -HCB	600	600	600	600	600
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',5,5'					
-PentaCB* (111L)	480	480	480	480	480
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',4,5,5'					
-PentaCB* (101L)	480	480	480	480	480

() : IUPAC No.

* : Pentachlorobiphenyl

표 7. 다이옥신 및 퓨란의 구분, 질량수, 질량 형태, 원소 조성

구분	질량수	질량형태	원소 조성	물질명
1	303.9016	M	$C_{12}H_4^{35}Cl_4O$	TeCDF
	305.8987	M+2	$C_{12}H_4^{35}Cl_3^{37}ClO$	TeCDF
	315.9419	M	$^{13}C_{12}H_4^{35}Cl_4O$	$^{13}C_{12}$ -TeCDF
	317.9389	M+2	$^{13}C_{12}H_4^{35}Cl_3^{37}ClO$	$^{13}C_{12}$ -TeCDF
	319.8965	M	$C_{12}H_4^{35}Cl_4O_2$	TeCDD
	321.8936	M+2	$C_{12}H_4^{35}Cl_3^{37}ClO_2$	TeCDD
	327.8847	M	$C_{12}H_4^{37}Cl_4O_2$	$^{37}Cl_4$ -TeCDD
	330.9792	LOCK	C_7F_{13}	PFK
	331.9368	M	$^{13}C_{12}H_4^{35}Cl_4O_2$	$^{13}C_{12}$ -TeCDD
	333.9338	M+2	$^{13}C_{12}H_4^{35}Cl_3^{37}ClO_2$	$^{13}C_{12}$ -TeCDD
	339.8597	M+2	$C_{12}H_3^{35}Cl_4^{37}ClO$	PeCDF
	341.8567	M+4	$C_{12}H_3^{35}Cl_3^{37}Cl_2O$	PeCDF
	351.9000	M+2	$^{13}C_{12}H_3^{35}Cl_4^{37}ClO$	PeCDF
	353.8970	M+4	$^{13}C_{12}H_3^{35}Cl_3^{37}Cl_2O$	$^{13}C_{12}$ -PeCDF
	355.8546	M+2	$C_{12}H_3^{35}Cl_4^{37}ClO_2$	PeCDD
	357.8516	M+4	$C_{12}H_3^{35}Cl_3^{37}Cl_2O_2$	PeCDD
	367.8949	M+2	$^{13}C_{12}H_3^{35}Cl_4^{37}ClO_2$	$^{13}C_{12}$ -PeCDD
	369.8919	M+4	$^{13}C_{12}H_3^{35}Cl_3^{37}Cl_2O_2$	$^{13}C_{12}$ -PeCDD
2	339.8597	M+2	$C_{12}H_3^{35}Cl_4^{37}ClO$	PeCDF
	341.8567	M+4	$C_{12}H_3^{35}Cl_3^{37}Cl_2O$	PeCDF
	351.9000	M+2	$^{13}C_{12}H_3^{35}Cl_4^{37}ClO$	PeCDF
	353.8970	M+4	$^{13}C_{12}H_3^{35}Cl_3^{37}Cl_2O$	$^{13}C_{12}$ -PeCDF
	354.9792	LOCK	C_9F_{13}	PFK
	373.8208	M+2	$C_{12}H_2^{35}Cl_5^{37}ClO$	HxCDF
	375.8178	M+4	$C_{12}H_2^{35}Cl_4^{37}Cl_2O$	HxCDF
	383.8639	M	$^{13}C_{12}H_2^{35}Cl_6O$	$^{13}C_{12}$ -HxCDF
	385.8610	M+2	$^{13}C_{12}H_2^{35}Cl_5^{37}ClO$	$^{13}C_{12}$ -HxCDF
	389.8156	M+2	$C_{12}H_2^{35}Cl_5^{37}ClO_2$	HxCDD
	391.8127	M+4	$C_{12}H_2^{35}Cl_4^{37}Cl_2O_2$	HxCDD
	401.8559	M+2	$^{13}C_{12}H_2^{35}Cl_5^{37}ClO_2$	$^{13}C_{12}$ -HxCDD
	403.8529	M+4	$^{13}C_{12}H_2^{35}Cl_4^{37}Cl_2O_2$	$^{13}C_{12}$ -HxCDD

(표 계속)

구분	질량수	질량형태	원소 조성	물질명
3	373.8208	M+2	$C_{12}H_2^{35}Cl_5^{37}ClO$	HxCDF
	375.8178	M+4	$C_{12}H_2^{35}Cl_4^{37}Cl_2O$	HxCDF
	383.8639	M	$^{13}C_{12}H_2^{35}Cl_6O$	$^{13}C_{12}$ -HxCDF
	385.8610	M+2	$^{13}C_{12}H_2^{35}Cl_5^{37}ClO$	$^{13}C_{12}$ -HxCDF
	407.7818	M+2	$C_{12}H^{35}Cl_6^{37}ClO$	HpCDF
	409.7789	M+4	$C_{12}H^{35}Cl_5^{37}Cl_2O$	HpCDF
	417.8250	M	$^{13}C_{12}H^{35}Cl_7O$	$^{13}C_{12}$ -HpCDF
	419.8220	M+2	$^{13}C_{12}H^{35}Cl_6^{37}ClO$	$^{13}C_{12}$ -HpCDF
	423.7767	M+2	$C_{12}H^{35}Cl_6^{37}ClO_2$	HpCDD
	425.7737	M+4	$C_{12}H^{35}Cl_5^{37}Cl_2O_2$	HpCDD
	392.9760	LOCK	C_9F_{15}	PFK
	435.8169	M+2	$^{13}C_{12}H^{35}Cl_6^{37}ClO_2$	$^{13}C_{12}$ -HpCDD
4	437.8140	M+4	$^{13}C_{12}H^{35}Cl_5^{37}Cl_2O_2$	$^{13}C_{12}$ -HpCDD
	441.7428	M+2	$C_{12}^{35}Cl_7^{37}ClO$	OCDF
	442.9728	LOCK	$C_{10}F_{17}$	PFK
	443.7399	M+4	$C_{12}^{35}Cl_6^{37}Cl_2O$	OCDF
	457.7377	M+2	$C_{12}^{35}Cl_7^{37}ClO_2$	OCDD
	459.7348	M+4	$C_{12}^{35}Cl_6^{37}Cl_2O_2$	OCDD
	469.7780	M+2	$^{13}C_{12}^{35}Cl_7^{37}ClO_2$	$^{13}C_{12}$ -OCDD
	471.7750	M+4	$^{13}C_{12}^{35}Cl_6^{37}Cl_2O_2$	OCDD(S)

표 8. 코플라나폴리클로리네이티드바이페닐의 구분, 질량수, 질량 형태, 원소 조성

구분	질량수	질량형태	원소 조성	물질명
1	289.9224	M	$C_{12}H_6^{35}Cl_4$	TetraCB
	291.9194	M+2	$C_{12}H_6^{35}Cl_3^{37}Cl$	TetraCB
	292.9825	Lock	$C_7 F_{11}$	PFK
	301.9626	M	$^{13}C_{12}H_6^{35}Cl_4$	$^{13}C_{12}$ -TetraCB
	303.9597	M+2	$^{13}C_{12}H_6^{35}Cl_3^{37}Cl$	$^{13}C_{12}$ -TetraCB
	325.8804	M+2	$C_{12}H_5^{35}Cl_4^{37}Cl$	PentaCB
	327.8775	M+4	$C_{12}H_5^{35}Cl_3^{37}Cl_2$	PentaCB
2	325.8804	M+2	$C_{12}H_5^{35}Cl_4^{37}Cl$	PentaCB
	327.8775	M+4	$C_{12}H_5^{35}Cl_3^{37}Cl_2$	PentaCB
	337.9207	M+2	$^{13}C_{12}H_5^{35}Cl_4^{37}Cl$	$^{13}C_{12}$ -PentaCB
	339.9178	M+4	$^{13}C_{12}H_5^{35}Cl_3^{37}Cl_2$	$^{13}C_{12}$ -PentaCB
	354.9892	Lock	$C_9 F_{13}$	PFK
	359.8415	M+2	$^{13}C_{12}H_4^{35}Cl_5^{37}Cl$	HexaCB
	361.8385	M+4	$^{13}C_{12}H_4^{35}Cl_4^{37}Cl_2$	HexaCB
	371.8817	M+2	$^{13}C_{12}H_4^{35}Cl_5^{37}Cl$	$^{13}C_{12}$ -HexaCB
	373.8788	M+4	$^{13}C_{12}H_4^{35}Cl_4^{37}Cl_2$	$^{13}C_{12}$ -HexaCB
	393.8025	M+2	$C_{12}H_3^{35}Cl_6^{37}Cl$	HeptaCB
	395.7996	M+4	$C_{12}H_3^{35}Cl_5^{37}Cl_2$	HeptaCB
	405.8428	M+2	$^{13}C_{12}H_3^{35}Cl_6^{37}Cl$	$^{13}C_{12}$ -HeptaCB
	407.8398	M+4	$^{13}C_{12}H_3^{35}Cl_5^{37}Cl_2$	$^{13}C_{12}$ -HeptaCB

표 9. 폴리클로리네이티드바이페닐 동질체의 구분, 질량수, 질량 형태, 원소 조성

구분	질량수	질량형태	원소 조성	물질명
1	188.0393	M	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_9^{35}\text{Cl}$	MonoCB
	190.0363	M+2	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_9^{37}\text{Cl}$	MonoCB
	200.0795	M	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_9^{35}\text{Cl}$	$^{13}\text{C}_{12}$ -MonoCB
	202.0766	M+2	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_9^{37}\text{Cl}$	$^{13}\text{C}_{12}$ -MonoCB
	218.9856	lock	C_4F_9	PFK
2	222.0003	M	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_8^{35}\text{Cl}_2$	DiCB
	223.9974	M+2	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_8^{35}\text{Cl}^{37}\text{Cl}$	DiCB
	225.9944	M+4	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_8^{37}\text{Cl}_2$	DiCB
	234.0406	M	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_8^{35}\text{Cl}_2$	$^{13}\text{C}_{12}$ -DiCB
	236.0376	M+2	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_8^{35}\text{Cl}^{37}\text{Cl}$	$^{13}\text{C}_{12}$ -DiCB
	242.9856	lock	C_6F_9	PFK
	255.9613	M	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_7^{35}\text{Cl}_3$	TriCB
	257.9584	M+2	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_7^{35}\text{Cl}_2^{37}\text{Cl}$	TriCB
3	255.9613	M	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_7^{35}\text{Cl}_3$	TriCB
	257.9584	M+2	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_7^{35}\text{Cl}_2^{37}\text{Cl}$	TriCB
	259.9554	M+4	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_7^{35}\text{Cl}^{37}\text{Cl}_2$	TriCB
	268.0016	M	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_7^{35}\text{Cl}_3$	$^{13}\text{C}_{12}$ -TriCB
	269.9986	M+2	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_7^{35}\text{Cl}_2^{37}\text{Cl}$	$^{13}\text{C}_{12}$ -TriCB
	280.9825	lock	C_6F_{11}	PFK
	289.9224	M	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_6^{35}\text{Cl}_4$	TetraCB
	291.9194	M+2	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_6^{35}\text{Cl}_3^{37}\text{Cl}$	TetraCB
	293.9165	M+4	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_6^{35}\text{Cl}_2^{37}\text{Cl}_2$	TetraCB
	301.9626	M	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_6^{35}\text{Cl}_4$	$^{13}\text{C}_{12}$ -TetraCB
	303.9597	M+2	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_6^{35}\text{Cl}_3^{37}\text{Cl}$	$^{13}\text{C}_{12}$ -TetraCB
	323.8834	M	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_5^{35}\text{Cl}_5$	PentaCB
	325.8804	M+2	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_5^{35}\text{Cl}_4^{37}\text{Cl}$	PentaCB
	327.8775	M+4	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_5^{35}\text{Cl}_3^{37}\text{Cl}_2$	PentaCB
	337.9207	M+2	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_5^{35}\text{Cl}_4^{37}\text{Cl}$	$^{13}\text{C}_{12}$ -PentaCB
	339.9178	M+4	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_5^{35}\text{Cl}_3^{37}\text{Cl}_2$	$^{13}\text{C}_{12}$ -PentaCB

(표 계속)

구분	질량수	질량형태	원소 조성	물질명
4	289.9224	M	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_6^{35}\text{Cl}_4$	TetraCB
	291.9194	M+2	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_6^{35}\text{Cl}_3^{37}\text{Cl}$	TetraCB
	293.9165	M+4	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_6^{35}\text{Cl}_2^{37}\text{Cl}_2$	TetraCB
	301.9626	M+2	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_6^{35}\text{Cl}_3^{37}\text{Cl}$	$^{13}\text{C}_{12}$ -TetraCB
	303.9597	M+4	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_6^{35}\text{Cl}_2^{37}\text{Cl}_2$	$^{13}\text{C}_{12}$ -TetraCB
	323.8834	M	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_5^{35}\text{Cl}_5$	PentaCB
	325.8804	M+2	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_5^{35}\text{Cl}_4^{37}\text{Cl}$	PentaCB
	327.8775	M+4	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_5^{35}\text{Cl}_3^{37}\text{Cl}_2$	PentaCB
	330.9792	lock	C_7F_{15}	PFK
	337.9207	M+2	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_5^{35}\text{Cl}_4^{37}\text{Cl}$	$^{13}\text{C}_{12}$ -PentaCB
	339.9178	M+4	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_5^{35}\text{Cl}_3^{37}\text{Cl}_2$	$^{13}\text{C}_{12}$ -PentaCB
	359.8415	M+2	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_4^{35}\text{Cl}_5^{37}\text{Cl}$	HexaCB
	361.8385	M+4	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_4^{35}\text{Cl}_4^{37}\text{Cl}_2$	HexaCB
	363.8356	M+6	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_4^{35}\text{Cl}_3^{37}\text{Cl}_2$	HexaCB
	371.8817	M+2	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_4^{35}\text{Cl}_5^{37}\text{Cl}$	$^{13}\text{C}_{12}$ -HexaCB
	373.8788	M+4	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_4^{35}\text{Cl}_4^{37}\text{Cl}_2$	$^{13}\text{C}_{12}$ -HexaCB
5	323.8834	M	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_5^{35}\text{Cl}_5$	PentaCB
	325.8804	M+2	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_5^{35}\text{Cl}_4^{37}\text{Cl}$	PentaCB
	327.8775	M+4	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_5^{35}\text{Cl}_3^{37}\text{Cl}_2$	PentaCB
	337.9207	M+2	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_5^{35}\text{Cl}_4^{37}\text{Cl}$	$^{13}\text{C}_{12}$ -PentaCB
	339.9178	M+4	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_5^{35}\text{Cl}_3^{37}\text{Cl}_2$	$^{13}\text{C}_{12}$ -PentaCB
	354.9792	lock	C_9F_{13}	PFK
	359.8415	M+2	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_4^{35}\text{Cl}_5^{37}\text{Cl}$	HexaCB
	361.8385	M+4	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_4^{35}\text{Cl}_4^{37}\text{Cl}_2$	HexaCB
	363.8356	M+6	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_4^{35}\text{Cl}_3^{37}\text{Cl}_3$	HexaCB
	371.8817	M+2	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_4^{35}\text{Cl}_5^{37}\text{Cl}$	$^{13}\text{C}_{12}$ -HexaCB
	373.8788	M+4	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_4^{35}\text{Cl}_4^{37}\text{Cl}_2$	$^{13}\text{C}_{12}$ -HexaCB
	393.8025	M+2	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_3^{35}\text{Cl}_6^{37}\text{Cl}$	HeptaCB
	395.7995	M+4	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_3^{35}\text{Cl}_5^{37}\text{Cl}_2$	HeptaCB
	397.7966	M+6	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_3^{35}\text{Cl}_4^{37}\text{Cl}_3$	HeptaCB
	405.8428	M+2	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_3^{35}\text{Cl}_6^{37}\text{Cl}$	$^{13}\text{C}_{12}$ -HeptaCB
	407.8398	M+4	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_3^{35}\text{Cl}_5^{37}\text{Cl}_2$	$^{13}\text{C}_{12}$ -HeptaCB
	427.7635	M+2	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_2^{35}\text{Cl}_7^{37}\text{Cl}$	OctaCB
	429.7606	M+4	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_2^{35}\text{Cl}_6^{37}\text{Cl}_2$	OctaCB
	431.7576	M+6	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_2^{35}\text{Cl}_5^{37}\text{Cl}_3$	OctaCB
	439.8038	M+2	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_2^{35}\text{Cl}_7^{37}\text{Cl}$	$^{13}\text{C}_{12}$ -OctaCB
	441.8008	M+4	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_2^{35}\text{Cl}_6^{37}\text{Cl}_2$	$^{13}\text{C}_{12}$ -OctaCB
	454.9728	QC	$\text{C}_{11}\text{F}_{17}$	PFK

(표 계속)

구분	질량수	질량형태	원소 조성	물질명
6	427.7635	M+2	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_2^{35}\text{Cl}_7^{37}\text{Cl}$	OctaCB
	429.7606	M+4	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_2^{35}\text{Cl}_6^{37}\text{Cl}_2$	OctaCB
	431.7576	M+6	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_2^{35}\text{Cl}_5^{37}\text{Cl}_3$	OctaCB
	439.8038	M+2	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_2^{35}\text{Cl}_7^{37}\text{Cl}$	$^{13}\text{C}_{12}$ -OctaCB
	441.8008	M+4	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_2^{35}\text{Cl}_6^{37}\text{Cl}_2$	$^{13}\text{C}_{12}$ -OctaCB
	442.9728	QC	$\text{C}_{10}\text{F}_{13}$	PFK
	454.9728	lock	$\text{C}_{11}\text{F}_{13}$	PFK
	461.7246	M+2	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_1^{35}\text{Cl}_8^{37}\text{Cl}$	NonaCB
	463.7216	M+4	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_1^{35}\text{Cl}_7^{37}\text{Cl}_2$	NonaCB
	465.7187	M+6	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_1^{35}\text{Cl}_6^{37}\text{Cl}_3$	NonaCB
	473.7648	M+2	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_1^{35}\text{Cl}_8^{37}\text{Cl}$	$^{13}\text{C}_{12}$ -NonaCB
	475.7619	M+4	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_1^{35}\text{Cl}_7^{37}\text{Cl}_2$	$^{13}\text{C}_{12}$ -NonaCB
	495.6856	M+2	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_4^{35}\text{Cl}_9^{37}\text{Cl}$	DecaCB
	499.6797	M+4	$^{12}\text{C}_{12}^{35}\text{Cl}_7^{37}\text{Cl}_3$	DecaCB
	501.6767	M+6	$^{12}\text{C}_{12}^{35}\text{Cl}_6^{37}\text{Cl}_4$	DecaCB
	507.7258	M+2	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_4^{35}\text{Cl}_9^{37}\text{Cl}$	$^{13}\text{C}_{12}$ -DecaCB
	509.7229	M+4	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_4^{35}\text{Cl}_8^{37}\text{Cl}_2$	$^{13}\text{C}_{12}$ -DecaCB
	511.7199	M+6	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_4^{35}\text{Cl}_8^{37}\text{Cl}_4$	$^{13}\text{C}_{12}$ -DecaCB

표 10. 헥사클로로벤젠의 구분, 질량수, 질량 형태, 원소 조성

구분	질량수	질량형태	원소 조성	물질명
1	283.8102	M+2	$^{12}\text{C}_6^{35}\text{Cl}_5^{37}\text{Cl}$	HCB
	285.8072	M+4	$^{12}\text{C}_6^{35}\text{Cl}_4^{37}\text{Cl}_2$	HCB
	289.8303	M+2	$^{13}\text{C}_6^{35}\text{Cl}_5^{37}\text{Cl}$	$^{13}\text{C}_{12}$ -HCB
	291.8273	M+4	$^{13}\text{C}_6^{35}\text{Cl}_4^{37}\text{Cl}_2$	$^{13}\text{C}_{12}$ -HCB
	330.9792	lock	C_7F_{15}	PFK
	337.9207	M+2	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_5^{35}\text{Cl}_4^{37}\text{Cl}$	$^{13}\text{C}_{12}$ -PentaCB
	339.9178	M+4	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_5^{35}\text{Cl}_3^{37}\text{Cl}_2$	$^{13}\text{C}_{12}$ -PentaCB

표 11. 다이옥신 및 퓨란 분석을 위한 HRGC/HRMS 조건 (예)

항 목	HRGC	항목	HRMS
컬럼	SP-2331 (60 m × 0.32 mm × 0.20 μm)	이온화 방식	EI/SIM
오븐 온도	100 °C ~ 120 °C (1 min ~ 3 min) → 20 °C/min → 180 °C ~ 220 °C → 2 °C/min ~ 4 °C/min → 260 °C ~ 270 °C (20 min)	이온원 온도	270 °C
주입구 온도	265 °C ~ 270 °C	연결부 온도	260 °C ~ 270 °C
주입구 방식	Splitless	이온화 전압	30 eV ~ 38 eV
운반기체	He (99.9999 %)	가속전압	8 kV ~ 10 kV
운반기체 유속	1 mL/min	이온화 전류	400 μA ~ 600 μA

표 12. 코플라나폴리클로리네이티드바이페닐 또는 폴리클로리네이티드바이페닐 동질체 분석을 위한 HRGC/HRMS 조건 (예)

항 목	HRGC	항목	HRMS
컬럼	DB5-MS (60 m × 0.25 mm × 0.25 μm)	이온화 방식	EI/SIM
오븐 온도	100 °C ~ 120 °C → 20 °C/min ~ 25 °C/min → 180 °C ~ 220 °C (1 min) → 1.8 °C/min → 220 °C → 10 °C/min → 260 °C ~ 300 °C (6 min ~ 10 min)	이온원 온도	260 °C ~ 300 °C
주입구 온도	270 °C ~ 300 °C	연결부 온도	260 °C ~ 300 °C
주입구 방식	Splitless	이온화 전압	30 eV ~ 38 eV
운반기체	He (99.9999 %)	가속전압	8 kV ~ 10 kV
운반기체 유속	1 mL/min	이온화 전류	400 μA ~ 600 μA

표 13. 헥사클로로벤젠 분석을 위한 HRGC/HRMS 조건 (예)

항 목	HRGC	항목	HRMS
컬럼	DB5-MS (60 m × 0.32 mm × 0.25 μm)	이온화 방식	EI/SIM
오븐 온도	50 °C ~ 120 °C (1 min ~ 3 min.) → 20 °C/min → 200 °C ~ 280 °C (10 min ~ 20 min)	이온원 온도	270 °C ~ 300 °C
주입구 온도	270 °C ~ 280 °C	연결부 온도	260 °C ~ 280 °C
주입구 방식	Splitless	이온화 전압	30 eV ~ 38 eV
운반기체	He (99.9999 %)	가속전압	8 kV ~ 10 kV
운반기체 유속	약 1 mL/min	이온화 전류	400 μA ~ 600 μA

표 14. 다이옥신 및 퓨란의 독성등가환산계수

2,3,7,8-PCDDs/PCDFs	국제독성등가환산계수 (I-TEF, 1994)	WHO 독성등가환계수 (WHO-TEF, 2005)
2,3,7,8-TeCDF	0.1	0.1
1,2,3,7,8-PeCDF	0.05	0.03
2,3,4,7,8-PeCDF	0.5	0.3
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.1	0.1
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.1	0.1
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.1	0.1
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.1	0.1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.01	0.01
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.01	0.01
OCDF	0.001	0.0003
2,3,7,8-TeCDD	1	1
1,2,3,7,8-PeCDD	0.5	1
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.1	0.1
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.1	0.1
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.1	0.1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.01	0.01
OCDD	0.001	0.0003
기타 PCDD/PCDF	0	0

* : 상기계수는 현행규정에 따른다.

표 15. 코플라나폴리클로리네이티드바이페닐의 WHO 독성등가환산계수

Coplanar-PCBs	WHO 독성등가환산계수*
3,3',4,4'-TeCB(77)	0.0001
3,4,4',5-TeCB(81)	0.0003
2,3,3',4,4'-PeCB(105)	0.00003
2,3,4,4',5-PeCB(114)	0.00003
2,3',4,4',5-PeCB(118)	0.00003
2'3,4,4',5-PeCB(123)	0.00003
3,3',4,4',5-PeCB(126)	0.1
2,3,3',4,4',5-HxCB(156)	0.00003
2,3,3',4,4',5'-HxCB(157)	0.00003
2,3',4,4',5,5'-HxCB(167)	0.00003
3,3',4,4',5,5'-HxCB(169)	0.03
2',3,3',4,4',5,5'-HpCB(189)	0.00003

() : IUPAC NO

* : 2,3,7,8-TCDD 값을 1로 기준, 상기계수는 현행규정에 따른다.

표 16. 시료 채취결과보고 양식

항목	형식 및 단위
시료번호	# 000
시료채취일자	년 월 일
시료채취장소	
시료채취방법	
시료채취량	g
채취시료성상	
시료의 운반과 보관방법	
고형분양	%
기타 특이사항	

표 17. 시료 분석결과보고 양식

항목		형식 및 단위
시료번호		# 000
시료분석일자		년 월 일
시료조제방법		000
시료추출방법		
시료추출량		mL
정제방법		
내부표준물질	채취용	ng
	정제용	ng
사용량	실린지 첨가용	ng
분석기기조건	GC	
	MS	
분석결과	회수율	%
	농도	실측농도 및 환산농도

<첨부사항>

1. 분석크로마토그램
2. 각 이성체별 농도 및 회수율 결과 표