

잔류성유기오염물질 공정시험기준

ES 10910.1

혈액 시료 중 잔류성유기오염물질 동시
시험기준-HRGC/HRMS

2017

(Official Method of Persistent Organic Pollutants (POPs) in
Blood-HRGC/HRMS in Blood-HRGC/HRMS)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준의 목적은 혈액 시료 중 잔류성유기오염물질 (POPs, persistent organic pollutants)을 동시 분석함에 있어, 시료채취, 추출, 정제 그리고 기기분석 등 제반 절차의 정확과 통일을 기하는 데 있다.

1.2 적용범위

1.2.1 혈액 시료 중 다이옥신 및 퓨란 (PCDDs/PCDFs, polychlorinated dibenzo-p-dioxins/polychlorinated dibenzofurans) 17종, 코플라나폴리클로리네이티드바이페닐 (Co-PCBs, coplanar polychlorinated biphenyls) 12종, 유기염소계 농약(OCPs, organochlorine pesticides)류 8종 및 이성질체를 포함한 총 18종을 기체크로마토그래프/고분해능 질량분석계 (HRGC/HRMS, gas chromatograph/high resolution mass spectrometer)로 분석하는 방법에 적용한다.

1.2.2 다이옥신 및 퓨란, 폴리클로리네이티드바이페닐 동족체의 회수율은 50 % ~ 120 %, 유기염소계 농약류의 회수율은 50 % ~ 120 %의 범위를 만족하고, 분석방법검출한계는 다이옥신 및 퓨란 0.05 pg/g ~ 0.30 pg/g, 코플라나폴리클로리네이티드바이페닐 0.10 pg/g ~ 0.15 pg/g, 유기염소계 농약류 0.03 ng/g ~ 0.25 ng/g을 만족해야 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 오염원으로 인한 영향 유무와 수준에 대해 실험실 바탕시료(laboratory reagent blank)의 측정을 통한 평가가 필요하다.

1.3.2 유리 기구류는 적절한 세척이 매우 중요하다. 잘못 세척된 유리 기구류는 분석과정 중 시료를 오염시킬 수 있으며 유리표면에 분석물질이 흡착될 경우 목적성분의 손실 우려가 있으므로 유리 기구류의 적합한 세척방법은 매우 중요하다.

1.3.2.1 유리 기구류는 마지막 사용 용매로 한번 행구어 준 후, 바로 세제로 씻는다. 세제용액과 용매를 이용하여 30분간 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, 헥세인의 용매 순으로 행군 후, 105 °C 오븐에서 1시간 이상 건조하여 사용한다.

1.3.3 분석에 사용되는 모든 물질은 처음과 각 시료군에 대해 실험실 바탕시료의 측정을 통해 오염원으로 인한 간섭이 없음을 최대 20개의 시료마다 확인한다.

1.3.4 실험실 바탕시료(laboratory reagent blank)는 실제시료의 매질과 가능하면 같아야 하고 이 기준매질에는 검출하고자 하는 물질이 검출한계 값보다 낮게 함유되어야 한다.

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

1.3.6 시약이나 용매는 잔류농약분석급 또는 특급 이상을 사용하고, 필요한 경우 증류

나 정제 과정을 통해 불순물의 방해로 인한 문제를 최소화 하도록 한다.

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

1.3.8 기체크로마토그래프 주입구의 라이너는 20개 이상의 시료를 분석한 후 바꿔주어야 한다. 또한 라이너의 극성을 비활성화 시키기 위하여 MSTFA(*N*-methyl-*N*-(trimethylsilyl)trifluoroacetamide)를 15 μ L 정도 넣어준 후 주입구, 오븐, 인터페이스를 300 $^{\circ}$ C에서 약 30분간 유지하여 잔량의 MSTFA를 빼낸다. 분석 항목인 엔드린(endrin)의 경우 라이너의 유리화 강하게 흡착되어 분석의 재현성이 떨어지므로 비활성화 과정을 시행하는 것이 좋다.

2.0 용어정의

2.1 표준원액

표준원액(stock standard solution)은 순수 표준시약(pure reference materials)으로 단일 또는 몇 가지 물질을 일정 용매에 용해시킨 고농도의 표준물질을 의미한다.

2.2 표준용액

표준용액(standard solution)은 검정곡선 표준용액과 내부표준용액을 만들기 위한 혼합용액을 말하며 분석대상 물질과 내부표준 물질을 혼합, 희석하여 조제한다.

2.3 검정곡선 표준용액

동위원소 희석법에 의한 검정곡선 표준용액(calibration standard solution)은 분석대상 물질을 농도별로 조제한 용액에 동위원소 치환 내부표준물질이 일정농도가 되도록 혼합 조제한 것(CS1 ~ CS5)이며, 절대검량선법에 의한 검정곡선 표준용액은 표준원액을 가지고 필요한 농도 범위로 희석하여 조제한 것으로, 2가지 모두 분석대상물질에 대한 기기의 감응도 평가를 위한 검정곡선 작성에 이용한다.

2.4 동위원소 치환 내부표준물질

동위원소 치환 내부표준물질(^2H -, ^{13}C - 또는 ^{37}Cl -labelled internal standard)은 동위원소로 치환된 물질로 만들어진 표준물질로 내부표준법에 의한 분석방법에 사용된다.

2.4.1 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.

2.4.2 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 시료전처리 후 기기분석 이전에 첨가하여 사용한다.

3.0 분석기기 및 기구

3.1 추출장치

3.1.1 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 사용한다.

3.1.2 고체상 추출장치

고체상 추출장치 (SPE, solid phase extraction)는 진공장치, 진공펌프, 교반기, 시험관과 유리관 등으로 구성되어야 한다. 진공장치는 진공과 유속을 조절할 수 있는 것을 사용하며, 진공펌프는 진공을 조정 및 확인할 수 있는 것을 사용한다. 교반기는 속도

조절이 가능한 것을 사용하며, 시험관은 테플론 재질의 뚜껑이 있는 것을 사용한다.

3.2 농축장치

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 수기 연결부분은 아세톤 및 노말-헥세인으로 3회 이상 세척하여 교차오염 등을 예방한다.

3.2.2 질소 농축기

질소 농축기는 질소가스가 연결될 수 있는 미세관과 테플론으로 코팅된 바늘, 기체의 유량조절이 가능한 유량계, 시료용기를 고정할 수 있는 장치로 구성되어야 한다. 시료의 농축에 앞서 농축기의 바늘부분은 아세톤 및 노말-헥세인으로 3회 이상 세척하여 교차오염 등을 예방하고, 농축 시 질소가스의 세기에 의해 시료가 시료용기의 외부로 유출되지 않게 항상 주의한다.

3.3 정제용 컬럼장치

3.3.1 실리카겔 컬럼

3.3.1.1 활성 실리카겔

0.063 mm ~ 0.200 mm (70 mesh ~ 230 mesh)의 것을 사용한다. 사용에 앞서 130 $^{\circ}\text{C}$ 에서 18시간 이상 활성화 후, 데시케이터 안에서 약 30분간 방랭하여 바로 사용한다.

3.3.1.2 산성 실리카겔(44 % H_2SO_4)

활성실리카겔 100 g에 대하여 황산(H_2SO_4) 78.9 g(44 %)를 넣어 혼합 후, 바로 사용한다. 단, 바로 사용하지 않는 경우에는 밀폐하여 데시케이터에 보관하며 사용하되, 1주일 경과된 것은 사용하지 않는다.

3.3.1.3 염기성 실리카겔(30 % NaOH)

활성실리카겔 100 g에 대하여 1 N 수산화나트륨(NaOH)용액 42.9 g을 넣어 혼합 후 바로 사용한다. 단, 바로 사용하지 않는 경우에는 밀폐하여 데시케이터에 보관하며 사용하되, 1주일 경과된 것은 사용하지 않는다.

3.3.2 알루미늄 컬럼

3.3.2.1 산성 알루미늄

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

3.3.2.2 염기성/중성 알루미늄

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

3.3.3 겔 침투 크로마토그래프

겔 침투 크로마토그래프 (GPC, gel permeation chromatograph)는 Bio Beads S-X3 (200 mesh ~ 400 mesh) 또는 동등 이상의 성능을 가지고 있는 것을 사용한다. 사용에 앞서 500 mL 비이커에 비즈(beads) 70 g을 넣은 후 다이클로로메테인 : 헥세인 (1:1/v: v) 비율로 혼합된 용매를 비즈가 잠길 정도를 붓고 12시간 이상 방치하여 용매가 비즈의 공극사이로 스며들도록 하고 길이 55 cm, 직경 3.5 cm의 유리컬럼에 비즈를 충전하여 사용한다.

3.3.4 카트리지 정제

3.3.4.1 C₁₈ 카트리지

C₁₈(octadecyl)이 500 mg 충전된 6 mL 용량의 카트리지를 사용한다.

3.3.4.2 실리카겔 카트리지

실리카겔이 500 mg ~ 1000 mg 충전된 6 mL 용량의 카트리지를 사용한다.

3.3.4.3 플로리실 카트리지

플로리실이 500 mg ~ 1000 mg 충전된 카트리지로 다른 카트리지와 연결할 수 있는 것을 사용한다.

3.3.4.4 황산나트륨 카트리지

황산나트륨이 2 g 충전된 카트리지로 다른 카트리지와 연결할 수 있는 것을 사용한다.

3.4 분석용 저울

0.0001 g까지 정확하게 무게를 측정할 수 있는 저울을 사용한다.

3.5 미량주사기

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

3.6 기체크로마토그래프/고분해능 질량분석계

3.6.1 기체크로마토그래프

기체크로마토그래프 (GC, gas chromatograph)는 모세관 컬럼(capillary column)이 장착된 분할(split) 또는 비분할(splitless)과 컬럼 내(on-column) 주입 그리고 일정온도의 유지 및 설정 기능이 내제된 것을 사용하여야 한다.

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) 17종을 포함한 전 동질체의 분리가 양호하고, 각 동질체의 크로마토그램상 용출순위를 판명할 수 있는 극성 컬럼의 사용을 원칙으로 한다. 단, 다른 컬럼을 사용하는 경우에는 그 분리효율을 입증할 수 있는 자료를 시료분석결과와 함께 제시하여야 한다.

3.6.2.2 폴리클로리네이티드바이페닐 및 유기염소계 농약류 분석은 코플라나폴리클로리네이티드바이페닐 12종을 포함한 전 동질체의 분리가 양호하고, 각 동질체의 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 질량분석기 (HRMS, high resolution mass spectrometer)는 원칙적으로 이중집중형(double focusing type)으로 분해능 10,000 이상(10 % 계곡(valley) 기준) 또는 동등 이상의 성능을 갖춘 것을 사용하여야 한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 증류수

노말-헥세인으로 세정한 증류수를 사용한다.

4.1.2 노말-헥세인($n\text{-C}_6\text{H}_{14}$)

잔류농약 분석급 이상을 사용한다.

4.1.3 아세톤($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$)

잔류농약 분석급 이상을 사용한다.

4.1.4 다이클로로메테인(CH_2Cl_2)

잔류농약 분석급 이상을 사용한다.

4.1.5 톨루엔(C_7H_8)

잔류농약 분석급 이상을 사용한다.

4.1.6 황산(H_2SO_4)

유해중금속 분석급 이상을 사용한다.

4.1.7 수산화나트륨(NaOH)

특급 이상을 사용한다.

4.1.8 무수황산나트륨(Na_2SO_4)

잔류농약 분석급 이상을 사용한다.

4.1.9 노난(C_9H_{20})

GC 분석용의 것을 사용한다.

4.1.10 옥살산나트륨($\text{C}_2\text{Na}_2\text{O}_4$)

특급 이상을 사용한다.

4.1.11 포름산(CH_2O_2)

특급 이상을 사용한다.

4.2 표준용액

4.2.1 퍼플루오로케로센

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

4.2.2 표준원액

순수한 물질 또는 고농도로 용매에 녹여 있는 것을 구입하여 사용하며, 표준원액의 종류로는 시료채취용 내부표준물질, 정제용 내부표준물질 및 실린지 첨가용 내부표준물질이 필요하고 실험에 사용하는 모든 혼합표준용액은 적합한 작업 농도범위로 희석하여 사용한다.

4.2.3 표준용액

표준용액은 표준원액을 노말-헥세인 또는 노난 등을 이용하여 1,000 mg/L의 표준용액으로 조제하여 사용하고 -20 °C 이하에서 보관한다. 동위원소 치환체 내부표준용액은 5 mg/L 또는 1 mg/L의 표준혼합용액상태의 앰플로 구입하여 냉동보관하며 사용한다.

4.2.4 검정곡선 표준용액

분석물질에 대한 기기의 감응도 평가를 위한 농도별 검정곡선 작성에 이용한다. 순수한 물질이 없는 경우는 저장용 표준용액 및 내부표준용액을 혼합 및 희석하여 분석물질에 대한 기기의 감응도 평가를 위한 농도별 검정곡선 작성 및 작업용액 조제에 이용한다.

5.0 시료채취 및 관리

ES 10105 생체시료의 시료채취 및 보존 방법에 따른다.

6.0 정도보증/정도관리(QA/QC)

6.1 방법검출한계 및 정량한계 확인

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

6.2 정밀도 및 정확도 확인

6.2.1 정밀도 및 정확도는 ES 10001 정도보증/정도관리에 따라 측정한다.

6.2.2 정확도는 정제용 내부표준물질의 회수율로 나타내며, 시료분석결과에 대한 신뢰성 검토를 위해 시료분석결과와 함께 제시한다. 각 물질에 대한 회수율은 50 % ~ 120 % 범위를 만족하여야 하며, 회수율이 50 % ~ 120 % 범위를 벗어나면 재시험하여야 한다.

6.2.3 회수율

6.2.3.1 다이옥신 및 퓨란

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

② 검정곡선 자료를 이용하여 실린지 첨가용 내부표준물질인 ^{13}C -1,2,3,4-TeCDD와 ^{13}C -1,2,3,7,8,9-HxCDD에 대한 동위원소치환체 내부표준물질의 상대감응계수(RRF)를 다음과 같이 계산한다.

$$RRF = \frac{(AI_n + A2_n)}{(AI_l + A2_l)} \times \frac{(C_l)}{(C_n)} \quad (\text{식 1})$$

여기서, $A1_n, A2_n$: 정량용 표준물질의 1, 2차 선택이온의 피크 면적

$A1_l, A2_l$: 실린지 첨가용 내부표준물질에 1, 2차 선택이온의 피크 면적

C_l : 실린지 첨가용 내부표준물질의 농도

C_n : 정량용 표준물질의 농도

③ 계산된 RRF값과 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.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{(A1_n + A2_n)}{(A1_l + A2_l)} \times \frac{1}{RRF} \times \frac{(C_l)}{(C_n)} \times 100 \quad (\text{식 } 2)$$

여기서, $A1_n, A2_n$: 정제용 표준물질의 1, 2차 선택이온의 피크 면적

$A1_l, A2_l$: 실린지 첨가용 내부표준물질에 1, 2차 선택이온의 피크 면적

C_l : 실린지 첨가용 내부표준물질의 농도

C_n : 정량용 표준물질의 농도

RRF : 상대감응계수

6.2.3.2 코플라나폴리클로리네이티드 바이페닐

① 내부표준물질 12종에 대한 회수율은 실린지 첨가용 내부표준물질로 사용되는 ^{13}C -2,3',4',5-TetraCB, ^{13}C -2,3,3',5,5'-PentaCB, ^{13}C -2,2',3,4,4',5-HexaCB, ^{13}C -2,2',3,3',4,4',5-HpCB를 가지고 구한다.

② 검정곡선 자료를 이용하여 실린지 첨가용 내부표준물질에 대한 동위원소치환체 내부표준물질의 상대감응계수(RRF)를 다이옥신 및 퓨란의 식에 따라 계산한다.

③ 계산된 RRF값과 시료분석 자료를 이용하여 정제용 내부표준물질 중 4염화물은 ^{13}C -2,3',4',5-TetraCB, 5염화물은 ^{13}C -2,3,3',5,5'-PentaCB, 6염화물은 ^{13}C -2,2',3,4,4',5-HexaCB, 7염화물은 ^{13}C -2,2',3,3',4,4',5-HpCB를 가지고 다이옥신 및 퓨란의 회수율 식에 따라 계산한다.

6.2.3.3 유기염소계 농약류

- ① 시료채취용 내부표준물질 17종에 대한 회수율은 실린지 첨가용 내부표준물질로 사용되는 ^{13}C -4,4'-DiCB와 ^{13}C -2,3',4',5-TeCB를 가지고 구한다.
- ② 검정곡선 자료를 이용하여 실린지 첨가용 내부표준물질인 ^{13}C -4,4'-DiCB와 ^{13}C -2,3',4',5-TeCB에 대한 동위원소치환체 내부표준물의 상대감응계수(RRF)를 다이옥신 및 퓨란의 식에 따라 계산한다.
- ③ 계산된 RRF값과 시료분석 자료를 이용하여 정제용 내부표준물질 중 HCB, heptachlor, aldrin은 ^{13}C -4,4'-DiCB를 사용하고, chlordane, dieldrin, endrin, DDT, mirex는 ^{13}C -2,3',4',5-TeCB를 가지고 다이옥신 및 퓨란의 회수율 식에 계산한다.

6.3 검정곡선의 작성 및 검증

검정곡선은 정량범위 내 5개의 농도(CS1 ~ CS5)로 시료군 마다 작성하고, 직선성 결정계수 (R^2 , 상관계수의 제곱값)는 0.99 이상이어야 하고, CS1 ~ CS5의 상대감응계수(RRF)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 검정곡선의 상대감응계수와 상대표준편차가 $\pm 20\%$ 를 벗어나면 재시험한다.

6.4 방법바탕시료의 측정

방법바탕시료(method blank)는 실제시료와 동일한 방법으로 전처리·분석되어야 하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다. 시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다.

6.5 실험실 내부정도관리

잔류성유기오염물질을 측정분석하는 실험실에서는 분석방법검출한계와 정밀도/정확도를 연 1회 이상 실시하는 것을 원칙으로 하며, 분석장비의 주요부품 수리·교체, 분석자 변경 등 내부정도관리가 필요한 경우 수시로 실시하고 그 결과를 정도관리기록부에 보관하여야 한다.

7.0 분석절차

7.1 전처리

채취한 혈액(약 50 mL)의 무게를 정확히 칭량하여 기록하고, 혈액 전량을 50 mL 원심 분리관에 나누어 취한 후, 1,500 rpm에서 30분 이상 원심분리하여 혈청을 분리한다. 상층의 혈청은 맑은 노란색을 나타내며, 50 mL 전혈에서 분리되는 혈청은 20 mL ~ 25 mL 정도이다.

7.1.1 추출 (액체-액체 추출)

7.1.1.1 혈청시료 약 20 mL를 사용하며, 추출을 시작하기 전에 미리 혈청시료가 담긴 용기의 무게를 측정해야 한다.

7.1.1.2 무게 측정이 끝난 혈청시료를 잘 흔들어서 분별깔때기에 옮긴다. 시료가 담겼던 용기는 1회용 파스퇴르 피펫을 이용하여 증류수와 추출용매로 각각 3회씩 씻어 분별 깔때기에 합친다. 남아 있는 용기의 무게를 측정하여 시료의 무게를 계산한다.

7.1.1.3 시료와 헹굼액을 모두 옮긴 후, 분별깔때기에 시료채취용 내부표준물질을 넣는다.

7.1.1.4 아세톤 : 헥세인(2:1/ V:V) 혼합 추출용매 약 200 mL를 분별깔때기에 넣어 충분히 흔들면서 발생하는 기체를 제거한 후, 층 분리가 이루어질 때까지 방치한다. 이때 시료는 3개의 층으로 분리가 되는데, 맨 위층(헥세인 + 염), 중간층(아세톤 + 물 + 염), 아래층(물 + 염)으로 분리된다.

7.1.1.5 처음 추출할 경우 아세톤층과 물층이 명확하게 분리되지 않고 헥세인층과 아세톤층 사이에 염층이 생기기도 하는데, 이와 같은 경우에는 증류수 50 mL를 첨가한다. 염층이 잘 가라앉지 않는 경우, 분별깔때기를 수평으로 약하게 흔들어 주면 조금씩 가라앉는다. 첫 번째 추출 시에는 18시간 정도 방치한다.

7.1.1.6 층 분리가 이루어진 시료의 맨 위층(헥세인 + 염)을 남기고 중간 및 아래 두 층을 500 mL 플라스크(1)에 받는다. 분별깔때기에 남아 있는 맨 위층은 염을 제거하기 위해 무수황산나트륨을 이용하여 여과하면서 500 mL 플라스크(2)에 받는다.

7.1.1.7 플라스크(1)에 받아 놓은 아세톤층과 물층을 다시 분별깔때기에 넣고 추출용매 200 mL를 넣어서 두 번째 추출을 시작한다. 3 시간 ~ 4 시간 방치하여 층 분리가 완전히 이루어지면 첫 번째 추출의 경우와 같이 아래 두 층은 플라스크(1)에 받고, 맨 위 헥세인층은 무수황산나트륨을 이용하여 여과하면서 플라스크(2)에 받는다.

7.1.1.8 혼합 추출용매 100 mL를 넣어서 7.1.1.7과 같은 과정을 반복하여 추출을 하되, 시료 상태나 층 분리가 이루어지는 정도를 고려하여 추출 횟수를 조절한다.

7.1.1.9 액체-액체 추출을 모두 끝낸 후, 플라스크(2)에 모아 놓은 헥세인층을 다시 분별깔때기에 담고 옥살산나트륨 과포화 용액 100 mL를 첨가하여 충분히 흔들어 주면서 발생하는 기체를 제거한 후, 두 개의 층으로 완전히 분리될 때까지 방치한다. 아래층을 제거한 후, 다시 옥살산나트륨 과포화 용액 100 mL를 첨가하여 이와 같은 지질단백질 제거 과정을 반복한다. 아래층을 제거할 때 시료가 손실되지 않도록 주의한다.

7.1.1.10 옥살산나트륨 과포화 용액이 남아 있어서 헥세인 층이 뿌옇게 보이는 경우에는 헥세인 세정 수 100 mL를 첨가하여 헥세인층을 세척해 준다. 층 분리가 완전히 이루어지면 아래층(물)을 제거한 후, 분별깔때기에 남아 있는 헥세인층을 무수황산나트륨을 이용하여 수분과 염을 제거하면서 500 mL 플라스크(3)에 받는다.

7.1.1.11 플라스크(3)에 받아 놓은 헥세인층을 회전증발농축기를 이용하여 약 1 mL로 농축한 후, 지방을 정량한다.

7.1.2 지방정량

7.1.2.1 추출 과정에서 넘어 온 시료에 수분이나 염이 포함되어 있을 경우에는 무수황산나트륨을 이용한 여과 과정을 거쳐 방해물질을 제거한다. 깔때기에 거름종이를 깔고 무수황산나트륨을 채운 후 헥세인으로 한 번 행군 다음, 250 mL 플라스크를 깔때기 아래에 둔다. 농축된 추출시료를 1회용 파스퇴르 피펫을 이용하여 무수황산나트륨을 통과하도록 넣어준다. 시료가 담겨있던 플라스크에 3 mL ~ 4 mL의 헥세인을 넣어 플라스크

를 행군 후 이 행굼액을 넣는다. 이 과정을 두 차례 더 반복한 후 헥세인으로 무수황산나트륨이나 거름종이에 묻어 있는 노란색의 시료가 완전히 없어질 때까지 씻어 준다. 이때 무수황산나트륨이 시료에 혼입되지 않도록 주의한다. 여과가 끝난 250 mL 플라스크에 담겨 있는 시료를 다시 회전증발농축기를 이용하여 약 1 mL로 농축시킨 후 지방정량을 시작한다.

7.1.2.2 유리 재질의 원심분리관(15 mL)을 아세톤-톨루엔-헥세인의 순서대로 넣어서 1시간씩 초음파세척기로 세척한다. 완전히 건조시킨 원심분리관의 무게를 측정하여 기록한다.

7.1.2.3 약 1 mL로 농축한 시료를 파스퇴르 피펫을 이용하여 무게(W1)를 미리 잰 원심분리관(15 mL)에 옮긴다. 시료를 옮길 때는 원심분리관 벽에 파스퇴르 피펫이 닿지 않도록 주의한다. 시료를 담았던 플라스크를 헥세인을 이용하여 전체 양이 12 mL 이하가 되도록 2 mL ~ 3 mL씩 3회 이상 행구어 원심분리관에 합한다.

7.1.2.4 시료를 다 옮긴 후, 원심분리관을 질소농축기에 넣어 시료 위층의 흔들림이 보이지 않도록 약하게 농축한다. 약 2 mL 정도로 농축시킨 후 원심분리관을 옆으로 비스듬히 놓아서 후드 내에서 용매만 증발하도록 자연 건조시킨다. 이때 후드 내에서 다른 작업을 하지 않도록 한다.

7.1.2.5 대략 24시간 이상 방치한 후 1시간 간격으로 더 이상의 무게 변화가 없을 때까지 원심분리관의 무게를 측정한다.(W2)

7.1.2.6 원심분리관 무게(W1)와 측정 무게(W2)를 이용하여 지방의 무게를 결정한다.

$$\text{지방 무게} = \text{측정 무게}(W2) - \text{원심분리관무게}(W1) \quad (\text{식 } 3)$$

$$\text{지방 함량}(\%) = \frac{\text{지방 무게}(g)}{\text{시료 무게}(g)} \times 100 \quad (\text{식 } 4)$$

7.1.2.7 무게를 잰 후, 원심분리관에 있는 시료를 약 2 mL의 헥세인으로 녹여 다음의 정제과정으로 넘어간다. 시료가 잘 녹지 않을 경우, 초음파세척기를 이용하여 초음파 처리를 하면 쉽게 녹일 수 있다.

7.1.2.8 추출한 지방 시료는 8:2의 비율로 분획하여, 80 %의 분획에는 다이옥신/퓨란 및 코플라나 폴리클로리네이티드 바이페닐 정제용 내부표준물질을 첨가하고(F1), 20 %의 분획에는 유기염소계 농약류 정제용 내부표준물질을 첨가한(F2) 후 다음의 겔 침투 크로마토그래프 절차를 별도로 나누어 수행한다.

7.2 정제

7.2.1 겔 침투 크로마토그래프 (GPC, gel permeation chromatograph)

7.2.1.1 F1과 F2 분획으로 나눈 시료는 각각의 GPC 컬럼을 제작하여 동일한 정제절차로 다음과 같이 진행한다. 한편, 본 컬럼은 시료당 0.5 g의 지질 등 고분자를 제거하는데 적합하도록 제작되어 있으므로 0.5 g 이상의 고분자를 포함하는 시료는 시료를 분할하여 정제한다.

7.2.1.2 추출액에 입자 물질이 존재할 경우 여과하여 고형 물질을 제거한다. 시료량은 약 5 mL를 컬럼에 주입하고 이 때 비즈의 표층이 흔들리지 않도록 주의한다.

7.2.1.3 시료가 있던 용기를 다이클로로메테인 : 헥세인 (1 : 1/V : V) 용매 6 mL ~ 7 mL로 3회에 걸쳐 세척하여 컬럼에 첨가한다.

7.2.1.4 컬럼 코크를 열어 시료와 헹굼액이 비즈를 완전히 통과하면 코크를 닫는다. 컬럼에 용매를 채워 비즈 위로 20 cm 높이를 유지하도록 한 후 컬럼의 코크를 다시 열고 5 mL/min의 일정한 유속으로 용출액을 플라스크로 받는다.

7.2.1.5 용출액이 160 mL가 되면 코크를 닫고 새 플라스크로 바꾸어 받는다. 먼저 받은 160 mL의 용출액 안에 GPC 컬럼을 통해 제거하고자 하는 지방이나 단백질과 같은 고분자 물질이 포함되어 있으므로 먼저 받은 160 mL는 버린다.

7.2.1.6 500 mL 플라스크에 용출액 약 350 mL 받은 후 1 mL 미만으로 농축시킨다.

7.2.1.7 사용한 컬럼은 다음 시료의 처리를 위해 약 350 mL의 다이클로로메테인 : 헥세인 (1 : 1/V : V)를 이용하여 세척해 준다.

7.2.2 다층실리카겔 정제(다이옥신/퓨란, 코플라나 폴리클로리네이티드 바이페닐)

7.2.2.1 유리 여과판이 장착되거나 또는 유리섬유를 충전한 컬럼에 50 mL ~ 100 mL 헥세인을 채운다. 컬럼 아래부터 중성 실리카겔 1 g; 염기성 실리카겔 2 g; 중성 실리카겔 1 g; 산성 실리카겔 4 g; 중성 실리카겔 1 g; 무수황산나트륨 1 g을 순서대로 충전한다. 이때에 먼저 넣은 실리카겔 층이 충분히 정돈된 후 다음 층을 넣는다. 시료의 상태에 따라 같은 비율로 양을 증가시켜 사용하기도 한다.

7.2.2.2 코크를 열어 헥세인이 무수황산나트륨 위로 0.5 cm 높이까지 되도록 헥세인을 흘려보낸다. 코크를 닫고 250 mL 플라스크를 컬럼 아래에 둔다.

7.2.2.3 F1 분획으로부터 GPC 정제과정을 거쳐 농축된 시료를 1회용 파스퇴르 피펫을 이용하여 컬럼 내벽에 묻지 않게 조심해서 무수황산나트륨층과 근접한 거리에서 넣어준다. 코크를 열어 1초에 한 방울의 속도로 용출시킨다.

7.2.2.4 시료가 있었던 용기에 6 mL ~ 7 mL 헥세인을 넣어 용기를 행군 세척액을 컬럼에 넣고 이 과정을 두 차례 더 반복한다. 컬럼에 넣을 때 각 세척액이 컬럼을 통과하면 무수황산나트륨 상층이 마르기 전에 다음 세척액을 넣는다.

7.2.2.5 130 mL(주2)의 헥세인을 시료가 있었던 용기에 넣고 잘 흔들어 준다. 사용하던 피펫은 용기 안의 헥세인으로 여러 번 세척한 후 이 세척액을 컬럼에 넣는다.

7.2.2.6 시료의 용출이 끝난 후 산성 실리카겔 층의 색이 노란색 또는 진갈색으로 전부 변하였으면(포화) 새로운 다층 실리카겔 컬럼을 만들어 정제 과정을 반복한다. 만약 이를 무시하고 실리카겔 컬럼을 다시 거치지 않으면, 기체크로마토그래프 분석에서 분리가 잘 되지 않는다. 그러나 산성 실리카겔 층의 색이 일부분만 변하면 반복하지 않아도 된다.

7.2.2.7 용출과정이 완료되면 플라스크의 시료를 회전증발농축기를 이용하여 1 mL 미만으로 농축한다.

7.2.3 알루미나 정제(다이옥신/퓨란, 폴리클로리네이티드 바이페닐)

7.2.3.1 유리 여과판이 장착되거나 또는 유리섬유를 채운 컬럼에 20 mL ~ 30 mL 헥세인을 채운다.

7.2.3.2 컬럼 안에 아래로부터 활성화시킨 알루미나 10 g과 무수황산나트륨 1 g을 넣는다.

7.2.3.3 코크를 열어 헥세인이 무수황산나트륨 위로 0.5 cm 높이까지 헥세인을 흘려보낸다. 코크를 닫고 250 mL 플라스크를 컬럼 아래에 둔다.

7.2.3.4 다층실리카겔 정제과정을 거친 농축된 시료는 1회용 파스퇴르 피펫을 이용하여 컬럼 내벽에 묻지 않게 조심해서 무수황산나트륨 층과 근접한 거리에서 넣어 준다. 코크를 열어 1초에 한 방울의 속도로 용출시킨다.

7.2.3.5 시료가 있었던 용기에 6 mL ~ 7 mL 헥세인을 넣어 용기를 행군 세척액을 컬럼에 넣고 이 과정을 두 차례 더 반복한다. 컬럼에 넣을 때 각 세척액이 컬럼을 통과하면 무수황산나트륨 상층이 마르기 전에 다음 세척액을 넣는다.

7.2.3.6 40 mL의 헥세인을 시료가 있었던 용기에 넣고 잘 흔들어 준다. 사용하던 피펫은 용기 안의 헥세인으로 여러 번 세척한 후 이 세척액을 컬럼에 넣는다.

7.2.3.7 무수황산나트륨 위로 0.5 cm 높이까지 헥세인을 용리시켜 받은 용출액은 별도 보관(w1)하고 새로운 250 mL 플라스크로 160 mL(주2)의 헥세인 : 다이클로로메테인(1:1) 용리액을 컬럼에 넣어주고 코크를 열어 1초에 한 방울씩 떨어지도록 한다(w2). 두 번째 용출액에서 다이옥신과 코플라나폴리클로리네이티드바이페닐이 함께 용출되며, 이 용출액을 회전증발농축기를 이용하여 1 mL 미만으로 농축시킨다. 다만, 다이옥신 및 폴리클로리네이티드바이페닐의 회수율이 낮을 경우 첫 번째 용출액(w1)을 농축하여 두 번째 용출액(w2) 농축액과 합쳐 분석한다.

7.2.4 실리카겔/플로리실 복합카트리지 정제(유기염소계 농약류)

7.2.4.1 SPE 진공장치에 하단에 플로리실 카트리지를 장착하고 상단에 실리카겔 카트리지를 장착하여 복합 카트리지로 제작한다. SPE 진공장치 안에는 유리관을 설치한다.

7.2.4.2 복합 카트리지에 1:1 다이클로로메테인/헥세인, 헥세인 순서로 용매를 흘려 활성화 시킨다.

7.2.4.3 F2 분획으로부터 GPC 정제과정을 거쳐 농축된 시료를 복합 카트리지에 넣고 최소의 진공을 사용하여 용리시킨다.

7.2.4.4 복합카트리지에 다이클로로메테인(1) : 헥세인(1) 혼합용매 4 mL씩 3회 총 12 mL의 용매를 전개하여 용출시킨다.

7.2.4.5 복합카트리지를 통과한 용출액을 유리관에 합쳐서 모은다.

7.2.5 최종농축

7.2.5.1 다층실리카겔/알루미나 컬럼 정제과정을 거친 다이옥신/퓨란 및 코플라나 폴리클로리네이티드 바이페닐 시료(F1)과 복합카트리지 정제과정을 거친 유기염소계 농약류 시료(F2)를 1회용 파스퇴르 피펫을 이용하여 각각의 15 mL 원심분리관에 옮긴다.

7.2.5.2 시료가 있었던 용기에 6 mL ~ 7 mL 헥세인을 넣어 용기를 행구어 이 세척액을 원심분리관에 합친다. 이 과정을 두 차례 더 반복하며, 총 시료의 부피는 12 mL 이하가 되도록 조절한다.

7.2.5.3 질소 농축기의 기체 밸브를 열어 질소 양을 조절한다. 질소로 인해 헥세인 층의 흔들림이 거의 없을 정도의 세기로 맞추어 준다. 이때 헥세인 층에 기포가 생기거나 표면이 V형으로 파이면 안 된다.

7.2.5.4 시료가 담긴 원심분리관을 질소농축기에 장착하고 시료의 부피를 300 μ L ~ 400 μ L로 농축시키고 후드 안에서 완전히 자연 건조시킨다.

7.2.5.5 기기분석 전까지 최종 농축한 F1 시료와 F2 시료를 4 °C 이하에서 보관한다.

7.2.6 실린지 첨가용 내부표준물질의 첨가

모든 정제 및 농축과정을 거친 시료를 질소농축기로 완전히 농축시키고, 실린지 첨가용 내부표준물질을 첨가한 후 노란으로 최종 시료 양을 시료의 종류와 예상되는 농도에 따라 20 μL ~ 50 μL 로 조절한다.

7.3 기기분석방법

분석은 기체크로마토그래프/고분해능 질량분석계의 전자이온화방식을 사용하며, 정성 분석은 각 동족체의 2개 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 모든 시료(표준용액, 바탕시료, 실제시료)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 2개 이상의 선택이온(selected ion), 즉 분자질량(M^+) 이온 및 감도가 높은 질량($(M+2)^+$ 또는 $(M+4)^+$) 이온을 소수점 넷째 자리까지 이용한다.

7.3.2.2 검정곡선 작성

분석은 동위원소 치환 내부표준물질을 이용한 내부표준분석법으로 상대감응계수(RRF)법에 의해 정량한다. 시료를 분석하기 전에 5단계 이상의 검정곡선 작성용 표준용액(CS1 ~ CS5)을 분석하여 각 선택이온에 대한 크로마토그램을 작성하여 각 표준물질(native standards)의 면적과 이에 대응하는 동위원소 치환 내부표준물질(isotope labelled standards)의 피크 면적으로부터 상대감응계수(RRF)를 구한다. 아래 식에 의

해 상대감응계수(RRF)를 얻을 수 있다.

$$RRF = \frac{(AI_n + A2_n)}{(AI_l + A2_l)} \times \frac{(C_l)}{(C_n)} \quad (\text{식 5})$$

여기서, $A1_n, A2_n$: 표준물질의 1, 2차 선택이온의 피크 면적

$A1_l, A2_l$: 정량용 표준물질에 첨가된 내부표준물질의 1, 2차 선택이온의 피크 면적

C_l : 정량용 표준물질에 첨가된 내부표준물질의 농도

C_n : 정량용 표준물질의 농도

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

$$RRF_{avg.} = \frac{\sum_{i=1}^n RRF_i}{n}, \quad SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (RRF_i - RRF_{avg.})^2}{n-1}}, \quad RSD = \frac{SD}{RRF_{avg.}} \times 100 \quad (\text{식 6})$$

농도별 상대감응계수 값에 대한 상대표준편차가 $\pm 15\%$ 이내인 경우는 평균 상대감응계수를 사용하여 시료를 정량하고, $\pm 15\%$ 를 초과하면 모든 검정곡선 표준용액을 다시 측정하여 새로운 평균 상대감응계수를 구하여야 한다.

7.4 시료분석

7.4.1 7.3.1 항과 7.3.2 항의 방법에 따라 분석기기의 조건을 설정한다.

7.4.2 검정곡선과 시료에 대한 기기분석은 다이옥신/퓨란, 코플라나 폴리클로리네이티드 바이페닐, 유기염소계 농약류에 대한 해당 CS1 ~ CS5의 표준용액과 시료가 부합되도록 나누어 기체크로마토그래프에 주입한다. 또한, 바탕시료에 대한 분석도 동일한 실험과정을 진행하여 분석한다.

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 2.5보다 커야 한다.

7.5.2 정량분석

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

$$C = \frac{(AI_s + A2_s)}{(AI_i + A2_i)} \times \frac{(I_i)}{(RRF)} \times \frac{1}{W} \quad (\text{식 7})$$

여기서, C : 시료 중 농도(pg/g 또는 ng/g)

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

$A1_i, A2_i$: $A1_s$ 와 $A2_s$ 에 대응하는 시료에 첨가된 내부표준물질의 1, 2차 선택이온의 피크 면적

I_i : 시료에 첨가된 내부표준물질의 양(pg 또는 ng)

RRF : 상대감응계수

V : 시료량(g)

8.0 결과보고

8.1 분석결과 보고

시료의 측정분석 결과는 다음과 같이 보고한다.

8.1.1 시료채취관련자료

시료번호, 시료채취 일자, 연령, 성별, 건강상태 점검 및 병력 설문조사, 시료채취 양, 시료의 운반과 보관 방법 등을 보고한다.

8.1.2 분석방법자료

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

8.1.3 분석결과자료

8.1.3.1 검정곡선 작성, 질량 검정, 표준물질 및 바탕시료의 크로마토그램을 분석시료의 크로마토그램과 함께 보고한다.

8.1.3.2 방법검출한계 및 산출근거 등을 보고한다.

8.1.3.3 분석결과 농도 및 회수율을 보고한다.

8.2 결과보고 양식

8.2.1 시료 분석결과 실측농도는 PCDD/Fs의 경우 pg/g으로 그 외의 물질은 ng/g으로 표시한다. 또는 필요시 지질량을 표시하고 pg/g lipid, ng/g lipid로 나타낼 수 있다.

8.2.2 다이옥신 및 퓨란은 국제독성등가환산계수 (I-TEF, international toxicity equivalency factor) 또는 세계보건기구 독성등가환산계수 (WHO-TEF, world health organization toxicity equivalency factor)를 사용하여 독성등가환산농도 (TEQ, toxic equivalents), 즉 실측농도에 독성등가환산계수를 곱한 값으로 pg I-TEQ/g(또는 pg WHO-TEQ) 또는 ng I-TEQ/g lipid(또는 ng WHO-TEQ/g lipid) 등으로 목적에 맞게 표기한다.

8.2.3 코플라나폴리클로리네이트드바이페닐은 세계보건기구 독성등가환산계수 (WHO-TEF, world health organization toxicity equivalency factor)를 사용하여 독성등가환산농도 (TEQ, toxic equivalents), 즉 실측농도에 독성등가환산계수를 곱한 값으로 pg WHO-TEQ/g 또는 pg WHO-TEQ/g lipid로 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 ND로 표시하고 방법검출한계값을 같이 제시한다. 또한, 방법검출한계 미만 값을 독성등가환산 농도로 나타낼 때는 0으로 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 UNEP, “Guidance for a Global Monitoring Programme for Persistent Organic Pollutants, 1st edition”, (2004)

9.5 Environment Canada, “Reference Method for the Determination of Polychlorinated Dibenzo-para-dioxins (PCDDs) and Polychlorinated Dibenzofurans (PCDFs) in Pulp and Paper Mill Effluents”, Report EPS 1/RM/19, (1992)

9.6 US. EPA, Method 3640A, “Gel-Permeation Cleanup”

9.7 CDC Laboratory Procedure Manual Method No. 28.

10.0 부록

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

시료채취용 내부표준물질	정제용 내부표준물질	실린지첨가용 내부표준물질
$^{37}\text{Cl}_4$ -2,3,7,8-TeCDD	$^{13}\text{C}_{12}$ -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	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4-TeCDD
	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeCDF	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxCDD
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-PeCDF	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -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 측정 · 분석을 위한 동위원소 치환 내부표준물질

시료 채취용 내부표준물질	정제용 내부표준물질	실린지 첨가용 내부표준물질
	$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4'-TeCB(77)	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -3,4,4',5'-TeCB(81)	
	$^3\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4'-PeCB(105)	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,4',5'-PeCB(114)	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4,4',5'-PeCB(118)	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4',5'-TeCB(70)
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2',3,4,4',5'-PeCB(123)	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',5,5'-PeCB(111)
	$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4',5'-PeCB(126)	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,4,4',5'-HxCB(138)
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5'-HxCB(156)	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,3',4,4',5'-HpCB(170)
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5'-HxCB(157)	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4,4',5,5'-HxCB(167)	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4',5,5'-HxCB(169)	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5,5'-HpCB(189)	

() : IUPAC No.

표 3. 유기염소계 농약류 측정 · 분석을 위한 내부표준물질

시료채취용 내부표준물질	정제용 내부표준물질	실린지 첨가용 내부표준물질
	$^{13}\text{C}_6\text{-HCB}$	
	$^{13}\text{C}_{10}\text{-Heptachlor}$	
	$^{13}\text{C}_{12}\text{-Aldrin}$	
	$^{13}\text{C}_{10}\text{-Heptachlor epoxide}$	
	$^{13}\text{C}_{10}\text{-Oxychlordane}$	
	$^{13}\text{C}_{10}\text{-trans-Chlordane}$	
	$^{13}\text{C}_{12}\text{-o,p'-DDE}$	
	$^{13}\text{C}_{12}\text{-trans-Nonachlor}$	$^{13}\text{C}_{12}\text{-4,4'-DiCB(15)}$
	$^{13}\text{C}_{12}\text{-p,p'-DDE}$	$^{13}\text{C}_{12}\text{-2,3',4',5-TeCB(70)}$
	$^{13}\text{C}_{13}\text{-o,p'-DDD}$	
	$^{13}\text{C}_{12}\text{-Dieldrin}$	
	$^{13}\text{C}_{12}\text{-Endrin}$	
	$^{13}\text{C}_{13}\text{-p,p'-DDD}$	
	$^{13}\text{C}_{10}\text{-cis-Nonachlor}$	
	$^{13}\text{C}_{13}\text{-o,p'-DDT}$	
	$^{13}\text{C}_{13}\text{-p,p'-DDT}$	
	$^{13}\text{C}_{10}\text{-Mirex}$	

() : IUPAC No.

표 4. 다이옥신 및 퓨란 분석을 위한 검정곡선 표준용액 (Unit : ng/mL)

화합물명	CSL	CS0.5	CS1	CS2	CS3	CS4	CS5
2,3,7,8-TeCDD	0.1	0.25	0.5	2	10	40	200
2,3,7,8-TeCDF	0.1	0.25	0.5	2	10	40	200
1,2,3,7,8-PeCDD	0.5	1.25	2.5	10	50	200	1000
1,2,3,7,8-PeCDF	0.5	1.25	2.5	10	50	200	1000
2,3,4,7,8-PeCDF	0.5	1.25	2.5	10	50	200	1000
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.5	1.25	2.5	10	50	200	1000
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.5	1.25	2.5	10	50	200	1000
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.5	1.25	2.5	10	50	200	1000
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.5	1.25	2.5	10	50	200	1000
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.5	1.25	2.5	10	50	200	1000
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.5	1.25	2.5	10	50	200	1000
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.5	1.25	2.5	10	50	200	1000
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.5	1.25	2.5	10	50	200	1000
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.5	1.25	2.5	10	50	200	1000
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.5	1.25	2.5	10	50	200	1000
1,2,3,4,6,7,8,9-OCDD	1.0	2.5	5	20	100	400	2000
1,2,3,4,6,7,8,9-OCDF	1.0	2.5	5	20	100	400	2000
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDD	100	100	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDF	100	100	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	100	100	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	100	100	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF	100	100	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	100	100	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	100	100	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	100	100	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	100	100	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	100	100	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	100	100	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	100	100	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	100	100	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	100	100	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8,9-OCDD	200	200	200	200	200	200	200
³⁷ Cl ₄ -2,3,7,8-TeCDD	0.1	0.25	0.5	2	10	40	200
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4-TeCDD	100	100	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	100	100	100	100	100	100	100

표 5. 코플라나폴리클로리네이티드바이페닐 분석을 위한 검정곡선 표준용액

(Unit : ng/mL)

화합물명	IUPAC	CS1	CS2	CS3	CS4	CS5	CS6	CS7
3,3',4,4'-TeCB	77	0.1	0.5	2	10	40	200	800
3,4,4',5-TeCB	81	0.1	0.5	2	10	40	200	800
2,3,3',4,4'-PeCB	105	0.1	0.5	2	10	40	200	800
2,3,4,4',5-PeCB	114	0.1	0.5	2	10	40	200	800
2,3',4,4',5-PeCB	118	0.1	0.5	2	10	40	200	800
2',3,4,4',5-PeCB	123	0.1	0.5	2	10	40	200	800
3,3',4,4',5-PeCB	126	0.1	0.5	2	10	40	200	800
2,3,3',4,4',5-HxCB	156	0.1	0.5	2	10	40	200	800
2,3,3',4,4',5'-HxCB	157	0.1	0.5	2	10	40	200	800
2,3',4,4',5,5'-HxCB	167	0.1	0.5	2	10	40	200	800
3,3',4,4',5,5'-HxCB	169	0.1	0.5	2	10	40	200	800
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	189	0.1	0.5	2	10	40	200	800
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4'-TeCB	77	50	50	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -3,4,4',5-TeCB	81	50	50	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4'-PeCB	105	50	50	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -2,3,4,4',5-PeCB	114	50	50	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -2,3',4,4',5-PeCB	118	50	50	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -2',3,4,4',5-PeCB	123	50	50	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4',5-PeCB	126	50	50	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5-HxCB	156	50	50	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5'-HxCB	157	50	50	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -2,3',4,4',5,5'-HxCB	167	50	50	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4',5,5'-HxCB	169	50	50	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	189	50	50	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -2,3',4',5-TeCB	70	50	50	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -2,3,3',5,5'-PeCB	111	50	50	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -2,2',3,4,4',5-HxCB	138	50	50	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -2,2',3,3',4,4',5-HpCB	170	50	50	50	50	50	50	50

표 6. 유기염소계농약류 분석을 위한 검정곡선 표준용액 (Unit : ng/mL)

화합물명	CS1	CS2	CS3	CS4	CS5
HCB	0.4	2	10	40	200
Heptachlor	0.4	2	10	40	200
Aldrin	0.4	2	10	40	200
Heptachlor Epoxide	0.4	2	10	40	200
Oxychlordane	0.4	2	10	40	200
<i>trans</i> -Chlordane	0.4	2	10	40	200
<i>o,p'</i> -DDE	0.4	2	10	40	200
<i>cis</i> -Chlordane	0.4	2	10	40	200
<i>trans</i> -Nonachlor	0.4	2	10	40	200
<i>p,p'</i> -DDE	0.4	2	10	40	200
<i>o,p'</i> -DDD	0.4	2	10	40	200
Dieldrin	0.4	2	10	40	200
Endrin	0.4	2	10	40	200
<i>p,p'</i> -DDD	0.4	2	10	40	200
<i>cis</i> -Nonachlor	0.4	2	10	40	200
<i>o,p'</i> -DDT	0.4	2	10	40	200
<i>p,p'</i> -DDT	0.4	2	10	40	200
Mirex	0.4	2	10	40	200
¹³ C ₆ -HCB	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₀ -Heptachlor	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₂ -Aldrin	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₀ -Heptachlor Epoxide	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₀ -Oxychlordane	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₀ - <i>trans</i> -Chlordane	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₂ - <i>o,p'</i> -DDE	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₀ - <i>trans</i> -Nonachlor	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₂ - <i>p,p'</i> -DDE	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₃ - <i>o,p'</i> -DDD	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₂ -Dieldrin	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₂ -Endrin	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₃ - <i>p,p'</i> -DDD	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₀ - <i>cis</i> -Nonachlor	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₃ - <i>o,p'</i> -DDT	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₃ - <i>p,p'</i> -DDT	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₀ -Mirex	20	20	20	20	20
4,4'-DiCB- ¹³ C ₁₂ (PCB-15)	20	20	20	20	20
2,3',4',5'-TetraCB- ¹³ C ₁₇ (PCB70)	20	20	20	20	20

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
3	403.8529	M+4	$^{13}C_{12}H_2^{35}Cl_4^{37}Cl_2O_2$	$^{13}C_{12}$ -HxCDD
	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
	437.8140	M+4	$^{13}C_{12}H^{35}Cl_5^{37}Cl_2O_2$	$^{13}C_{12}$ -HpCDD

(표 계속)

구분	질량수	질량형태	원소 조성	물질명
4	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	$^{13}C_{12}^{35}Cl_6^{37}Cl_2O_2$	$^{13}C_{12}$ -OCDD

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. 유기염소계 농약류의 구분, 질량수, 질량 형태, 원소 조성

구분	질량수	질량형태	원소 조성	물질명
1	235.0081	M	$C_{13}H_9^{35}Cl_2$	DDD(-CHCl ₂)
			$C_{13}H_9^{35}Cl_2$	DDT(-CCl ₃)
	237.0053	M+2	$C_{13}H_9^{35}Cl_1^{37}Cl_1$	DDD(-CHCl ₂)
			$C_{13}H_9^{35}Cl_1^{37}Cl_1$	DDT(-CCl ₃)
	247.0483	M	$^{13}C_{12}^{12}C_1H_9^{35}Cl_2$	$^{13}C_{12}$ -DDD(-CHCl ₂)
			$^{13}C_{12}^{12}C_1H_9^{35}Cl_2$	$^{13}C_{12}$ -DDT(-CCl ₃)
			$^{13}C_{12}^{12}C_1H_9^{35}Cl_1^{37}Cl_1$	$^{13}C_{12}$ -DDD(-CHCl ₂)
	249.0454	M+2	$^{13}C_{12}^{12}C_1H_9^{35}Cl_1^{37}Cl_1$	$^{13}C_{12}$ -DDT(-CCl ₃)
	246.0003	M	$C_{14}H_8^{35}Cl_2$	DDE(-Cl ₂)
	247.9974	M+2	$C_{14}H_8^{35}Cl_1^{37}Cl_1$	DDE(-Cl ₂)
	258.0405	M	$^{13}C_{12}^{12}C_2H_8^{35}Cl_2$	$^{13}C_{12}$ -DDE(-Cl ₂)
	260.0376	M+2	$^{13}C_{12}^{12}C_2H_8^{35}Cl_1^{37}Cl_1$	$^{13}C_{12}$ -DDE(-Cl ₂)
			$C_7H_2^{35}Cl_4^{37}Cl_1$	Aldrin(-C ₅ H ₆ Cl)
	262.8570	M+2	$C_7H_2^{35}Cl_4^{37}Cl_1$	Dieldrin(-C ₅ H ₆ ClO)
			$C_7H_2^{35}Cl_4^{37}Cl_1$	Endrin(-C ₅ H ₆ ClO)
			$C_7H_2^{35}Cl_3^{37}Cl_2$	Aldrin(-C ₅ H ₆ Cl)
	264.8541	M+4	$C_7H_2^{35}Cl_3^{37}Cl_2$	Dieldrin(-C ₅ H ₆ ClO)
			$C_7H_2^{35}Cl_3^{37}Cl_2$	Endrin(-C ₅ H ₆ ClO)
			$^{13}C_7H_2^{35}Cl_4^{37}Cl_1$	$^{13}C_{12}$ -Aldrin(-C ₅ H ₆ Cl)
	269.8804	M+2	$^{13}C_7H_2^{35}Cl_4^{37}Cl_1$	$^{13}C_{12}$ -Dieldrin(-C ₅ H ₆ ClO)
			$^{13}C_7H_2^{35}Cl_4^{37}Cl_1$	$^{13}C_{12}$ -Endrin(-C ₅ H ₆ ClO)
			$C_5^{35}Cl_5^{37}Cl_1$	Mirex(-C ₅ Cl ₆)
	271.8102	M+2	$C_5^{35}Cl_5^{37}Cl_1$	Heptachlor(-C ₅ H ₅ Cl)
			$^{13}C_7H_2^{35}Cl_3^{37}Cl_2$	$^{13}C_{12}$ -Aldrin(-C ₆ H ₆ Cl)
	271.8775	M+4	$^{13}C_7H_2^{35}Cl_3^{37}Cl_2$	$^{13}C_{12}$ -Dieldrin(-C ₅ H ₆ ClO)
			$^{13}C_7H_2^{35}Cl_3^{37}Cl_2$	$^{13}C_{12}$ -Endrin(-C ₅ H ₆ ClO)
			$C_5^{35}Cl_4^{37}Cl_2$	Mirex(-C ₅ Cl ₆)
	273.8072	M+4	$C_5^{35}Cl_4^{37}Cl_2$	Heptachlor(-C ₅ H ₅ Cl)
			$^{13}C_5^{35}Cl_5^{37}Cl_1$	$^{13}C_{10}$ -Mirex(-C ₅ Cl ₆)
	276.8269	M+2	$^{13}C_5^{35}Cl_5^{37}Cl_1$	$^{13}C_{10}$ -Heptachlor(-C ₅ H ₅ Cl)
			$^{13}C_5^{35}Cl_4^{37}Cl_2$	$^{13}C_{10}$ -Mirex(-C ₅ Cl ₆)
	278.8240	M+4	$^{13}C_5^{35}Cl_4^{37}Cl_2$	$^{13}C_{10}$ -Heptachlor(-C ₅ H ₅ Cl)
	280.9824	Lock	C_6F_{11}	PFK
	283.8102	M+2	$C_6^{35}Cl_5^{37}Cl_1$	HCB
	285.8073	M+4	$C_6^{35}Cl_4^{37}Cl_2$	HCB
	289.8303	M+2	$^{13}C_6^{35}Cl_5^{37}Cl_1$	$^{13}C_6$ -HCB
	291.8273	M+4	$^{13}C_6^{35}Cl_4^{37}Cl_2$	$^{13}C_6$ -HCB

(표 계속)

구분	질량수	질량형태	원소 조성	물질명
2	352.8442	M+2	C ₁₀ H ₅ ³⁵ Cl ₅ ³⁷ Cl ₁ O	Heptachlor epoxide(-Cl)
	354.8413	M+4	C ₁₀ H ₅ ³⁵ Cl ₄ ³⁷ Cl ₂ O	Heptachlor epoxide(-Cl)
	362.8778	M+2	¹³ C ₁₀ H ₅ ³⁵ Cl ₅ ³⁷ Cl ₁ O	¹³ C ₁₀ -Heptachlor epoxide(-Cl)
	364.8748	M+4	¹³ C ₁₀ H ₅ ³⁵ Cl ₄ ³⁷ Cl ₂ O	¹³ C ₁₀ -Heptachlor epoxide(-Cl)
	372.8260	M+2	C ₁₀ H ₆ ³⁵ Cl ₆ ³⁷ Cl ₁	Chlordane(-Cl)
	374.8231	M+4	C ₁₀ H ₆ ³⁵ Cl ₅ ³⁷ Cl ₂	Chlordane(-Cl)
	380.9761	Lock	C ₈ F ₁₅	PFK
	382.8595	M+2	¹³ C ₁₀ H ₆ ³⁵ Cl ₆ ³⁷ Cl ₁	¹³ C ₁₀ -Chlordane(-Cl)
	384.8565	M+4	³ C ₁₀ H ₆ ³⁵ Cl ₅ ³⁷ Cl ₂	¹³ C ₁₀ -Chlordane(-Cl)
	386.8053	M+2	C ₁₀ H ₄ ³⁵ Cl ₆ ³⁷ Cl ₁ O	Oxychlordane(-Cl)
	388.8024	M+4	C ₁₀ H ₄ ³⁵ Cl ₅ ³⁷ Cl ₂ O	Oxychlordane(-Cl)
	396.8387	M+2	¹³ C ₁₀ H ₄ ³⁵ Cl ₆ ³⁷ Cl ₁ O	¹³ C ₁₀ -Oxychlordane(-Cl)
	398.8358	M+4	¹³ C ₁₀ H ₄ ³⁵ Cl ₅ ³⁷ Cl ₂ O	¹³ C ₁₀ -Oxychlordane(-Cl)
	406.7870	M+2	C ₁₀ H ₅ ³⁵ Cl ₇ ³⁷ Cl ₁	Nonachlor(-Cl)
	408.7841	M+4	C ₁₀ H ₅ ³⁵ Cl ₆ ³⁷ Cl ₂	Nonachlor(-Cl)
	416.8205	M+2	¹³ C ₁₀ H ₅ ³⁵ Cl ₇ ³⁷ Cl ₁	¹³ C ₁₀ -Nonachlor(-Cl)
	418.8175	M+4	¹³ C ₁₀ C ₁₀ H ₅ ³⁵ Cl ₆ ³⁷ Cl ₂	¹³ C ₁₀ -Nonachlor(-Cl)

표 10. 염소원자수에 의한 동위치 피이크의 자연존재비

염 소 원자수	질 량 수							
	M	M+2	M+4	M+6	M+8	M+10	M+12	M+14
4	76.5	100	48.7	10.5	0.9			
5	61.5	100	65.0	21.1	3.5	0.2		
6	51.2	100	81.2	35.2	8.5	1.1	0.06	
7	43.2	100	97.5	52.8	17.1	3.3	0.36	0.02
8	33.8	87.9	100.0	65.0	26.4	6.8	1.1	0.10
9	27.1	78.1	100.0	74.7	35.8	11.5	2.4	0.3
10	21.7	69.5	100.0	85.3	47.8	18.3	4.9	0.9
	M	M+2	M+4	M+6	M+8	M+10	M+12	M+14

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

항목		항목	HRMS
컬럼	SP-2331 (60 m × 0.32 mm × 0.20 μm) DB5-MS (60 m × 0.25 mm × 0.25 μm) 100 °C(3min) → 20 °C/min → 200 °C → 2 °C/min → 260 °C (25min)	이온화 방식	EI/SIM
오븐 온도	140 °C(4min) → 15 °C/min → 220 °C → 1.5 °C/min → 240 °C (2min) → 4 °C/min → 310 °C(6min)	이온원 온도	260 °C ~ 300 °C
주입구 온도	265 °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 12. 코플라나폴리클로리네이트드바이페닐 분석을 위한 HRGC/HRMS 조건 (예)

항목	HRGC	항목	HRMS
컬럼	DB5-MS (60 m × 0.25 mm × 0.25 μm) SPB-cctyl (30m × 0.25 mm × 0.25 μm) 100 °C(1min) → 25 °C/min → 180 °C → 1.8 °C/min → 220 °C → 10 °C/min → 300 °C (6min)	이온화 방식	EI/SIM
오븐 온도	75 °C(2min) → 15 °C/min → 150 °C → 2.5 °C/min → 290 °C(1 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 μ A ~ 600 μ A

표 13. 유기염소계 농약류 분석을 위한 HRGC/HRMS 조건 (예)

항목	HRGC	항목	HRMS
컬럼	DB5-MS (60 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25 μ m) 80 $^{\circ}$ C (5 min.) $\rightarrow$ 20 $^{\circ}$ C/min $\rightarrow$ 180 $^{\circ}$ C $\rightarrow$ 2.5 $^{\circ}$ C/min $\rightarrow$ 280 $^{\circ}$ C (10 min)	이온화 방식	EI/SIM
오븐 온도		이온원 온도	270 $^{\circ}$ C ~ 300 $^{\circ}$ C
주입구 온도	270 $^{\circ}$ C ~ 280 $^{\circ}$ C	연결부 온도	260 $^{\circ}$ C ~ 280 $^{\circ}$ 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 μ A ~ 600 μ A

표 14. 다이옥신 및 퓨란의 독성등가환산계수

2,3,7,8-PCDDs/PCDFs	국제독성등가환산계수 (I-TEF, 1994)	세계보건기구독성등가환산계수 (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

* : 상기 계수는 한 예로서 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
연령	
성별	

건강상태 점검
 시료채취량 mL
 병력 설문조사
 시료의 운반과 보관방법

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

<붙임>

1. 분석크로마토그램
2. 각 이성체별 농도 및 회수율 결과 표

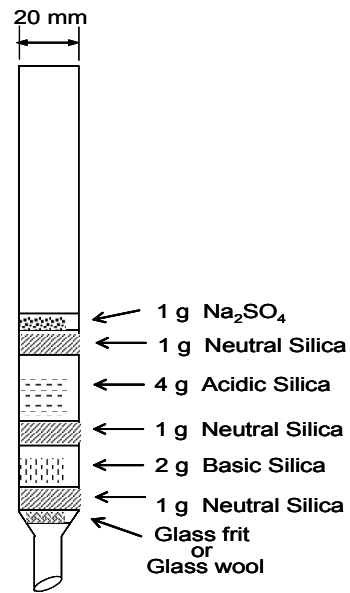


그림 1. 다층실리카 컬럼

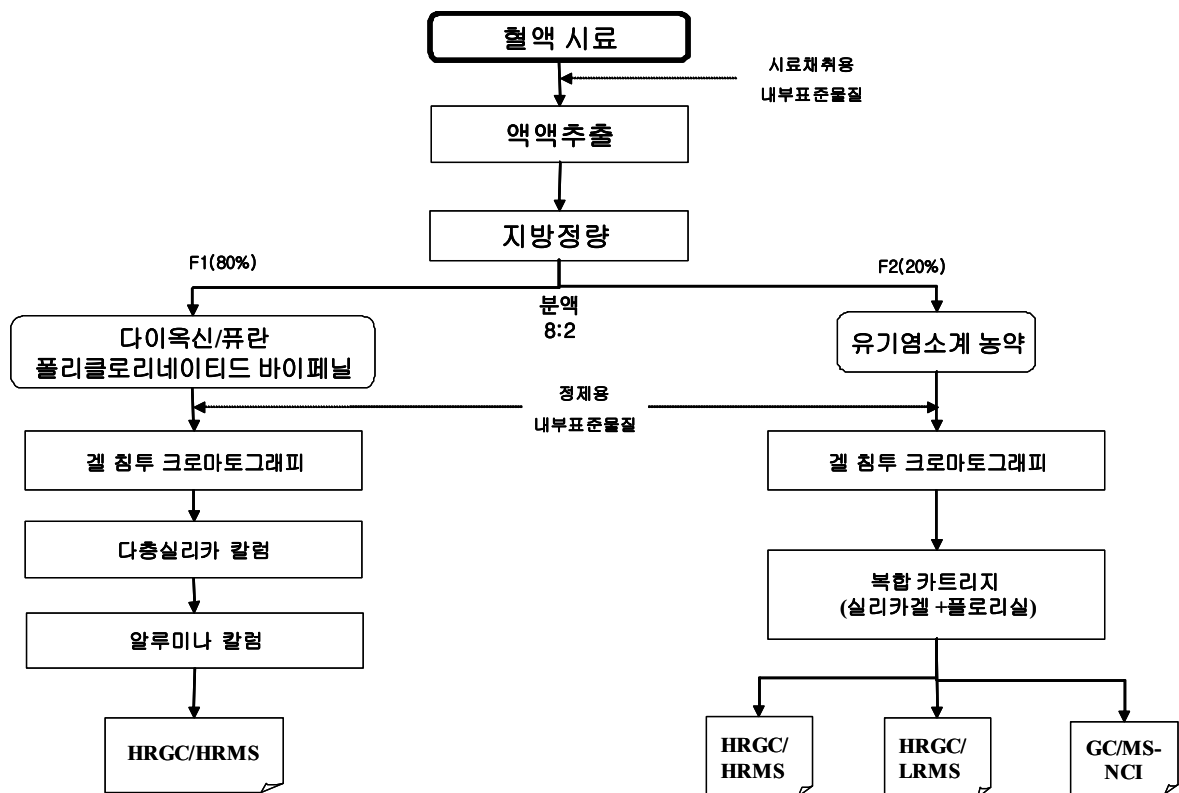


그림 2. 혈액 시료 중 잔류성 유기오염물질 동시분석 흐름도

주 해

[주 1] 시료 채취량은 검출한계를 고려하여 가감할 수 있다.

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