

하천수/호소수 시료 중 과불화화합물 (PFAS)

2021

시험기준-LC/MS/MS

(Official Method of Per- and Polyfluoroalkyl Substances
(PFAS) in water by LC/MS/MS)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 하천수/호소수 중 잔류성유기오염물질 (POPs, persistent organic pollutants)인 과불화화합물 (PFAS, per- and polyfluoroalkyl substances)을 시험·검사함에 있어, 시료 채취·추출·정제, 기기분석 등 제반 절차의 정확과 통일을 기하는 데 있다.

1.2 적용범위

1.2.1 하천수/호소수 시료 중 과불화화합물 (PFAS, per- and polyfluoroalkyl substances, 부록 표1)을 액체크로마토그래프/탠덤 질량분석기 (LC/MS/MS, liquid chromatograph/tandem mass spectrometer)로 분석하는 방법에 적용한다.

1.2.2 분석대상 과불화화합물 중 PFOA (perfluorooctanoic acid), PFOS (perfluorooctane sulfonic acid)의 회수율은 70 % ~ 125 %, PFBA (perfluorobutanoic acid), PFPeA (perfluoropentanoic acid), PFHxA (perfluorohexanoic acid), PFHpA (perfluoroheptanoic acid), PFNA (perfluorononanoic acid), PFDA (perfluorodecanoic acid), PFUnDA (perfluoroundecanoic acid), PFDoDA (perfluorododecanoic acid), PFTrDA (perfluorotridecanoic acid), PFTeDA (perfluorotetradecanoic acid), PFHxDA (perfluorohexadecanoic acid), PFOcDA (perfluorooctadecanoic acid), PFBS (perfluorobutane sulfonic acid), PFPeS (perfluoropentane sulfonic acid), PFHxS (perfluorohexane sulfonic acid), PFHpS (perfluoroheptane sulfonic acid), PFNS (perfluorononane sulfonic acid), PFDS (perfluorodecane sulfonic acid), ADONA

(3H-Perfluoro-3-(3-methoxy-propoxy) propanoic acid), 9Cl-PF3ONS (9-chlorohexadecafluoro-3-oxanonane-1-sulfonic acid), 11Cl-PF3OUdS (11-chloroeicosafluoro-3-oxaundecane-1-sulfonic acid)의 회수율은 60 % ~ 130 %, FOSA (perfluorooctane sulfonamide), N-MeFOSAA (N-methyl perfluorooctane sulfonamido acetic acid), N-EtFOSAA (N-ethyl perfluorooctane sulfonamido acetic acid), 8:2 FTUCA (8:2 fluorinated telomer unsaturated acid)의 회수율은 30 % ~ 130 %의 범위를 만족하여야 한다. 방법검출한계 (MDL, method detection limit)는 각각 5 ng/L를 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 등이다. 이들은 크로마토그램상의 바탕선을 상승시키는 등 시료분석과정에 영향을 줄 수 있으며, 분석 자료의 질을 저하시킬 수 있다. 이 방법에 의한 분석대상물질은 일반적인 실험실 용품이나 장비, 예를 들면, 폴리테트라플루오로에틸렌 (PTFE, polytetrafluoro ethylene) 제품, 액체크로마토그래프 (LC) 용매 라인, 메탄올, 알루미늄 호일, 고체상추출 (SPE, solid phase extraction) 시료 이송 라인 등에서도 발견될 수 있다. 이와같이 오염 가능성이 있는 모든 용기나 기구는 정기적으로 검사하여 방해물질이 실험실 바탕시료 수준 이하로 존재하도록 하여야 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. 유리 기구류는 마지막 사용 용매로 한번 행구어 준 후 바로 세제로 씻는다. 세제 용액에 유리 기구를 넣고 30 분간 초음파 세척한다. 세제로 세척한 후, 뜨거운 물, 수돗물, 정제수 순으로 행군다. 열에 안정한 물질의 경우 정제수 세척만으로는 잘 제거되지 않기 때문에 다시 아세톤, 노말-헥세인, 다이클로로메테인의 용매 순으로 각각 3 회 행군 후 105 °C 오븐에서 1 시간 이상 건조하여 사용한다.

1.3.3 과불화화합물이 알루미늄 호일에서 유리기구로 전달될 수 있으므로 보관할 때 알루미늄 호일로 싸지 말아야 한다. 분석대상물질이 유리 표면에 흡착될 수 있으므로 과불화화합물 표준물질, 추출액과 시료 등은 유리재질의 용기나 피펫 등을 이용하지 말아야 한다. 구입한 표준용액이나 내부표준용액 등이 담겨 있는 유리용기 (앰플)는 허용되지만 희석할 때에는 폴리프로필렌 재질의 용기를 이용하여야 한다. 고체상추출 용기도 방해물질의 원인이 될 수 있다. 바탕시료를 분석하면 이러한 방해물질의 존재 여부를 검

사할 수 있다. 사용하는 고체상추출 용기의 제조사와 제조번호에 따라라도 달라질 수 있으므로 확인하는 것이 좋다.

1.3.4 모든 시약은 순도 및 불순물의 종류와 함량을 고려하여 엄선하고, 일반적으로 잔류농약분석급 이상의 시약이나 용매를 사용한다. 필요한 경우 용매나 시약은 증류 및 정제하여 불순물들의 방해로 인한 문제를 최소화하도록 한다.

1.3.5 실험실에서는 실험실 정제수 바탕시료 (laboratory reagent blank)의 측정을 통해 정제수, 시약 또는 용매 등의 오염 영향 유무와 수준을 평가해야 한다.

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

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

1.3.8 고농도의 시료 측정 후, 바로 다음 시료 측정 시 고농도의 시료에 의한 오염 영향 (carryover)으로 잘못된 결과를 얻을 수 있다. 따라서 고농도의 시료 측정 후, 마지막에 사용된 유기용매를 2 번 ~ 3 번 측정한 후 다음 시료를 분석한다.

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 조제하거나 소급성이 있는 표준원액을 구입하여 사용가능하다. 혼합표준원액은 여러 분석대상물질의 표준물질들을 일정 용매에 용해시키거나, 소급성이 있는 혼합표준원액을 구입하여 사용가능하다.

2.2 표준용액 (primary dilution standard solution) 및 혼합표준용액

표준용액은 표준원액을 일정 용매로 희석하여 조제하며, 혼합표준용액은 분석대상물질

들의 표준원액을 혼합하여 희석·조제하거나 또는 혼합표준원액을 희석하여 사용한다.

2.3 내부표준용액 (internal standard solution) 및 혼합내부표준용액

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

2.4 동위원소 치환 내부표준물질

D, ^{13}C -, ^{18}O - 등의 동위원소로 치환된 물질로 만들어진 표준물질로, 상대검정곡선법 또는 동위원소희석법에 의한 분석방법의 내부표준물질로 주로 사용된다.

2.4.1 시료채취용 내부표준물질

시료채취용 내부표준물질은 분석하고자 하는 물질과 유사한 화학적 구조나 화학적 성질을 가지며 시료 매질 중에서는 발견되지 않는 유기화합물로 시료채취방법의 신뢰성을 알기 위해 시료채취 직전에 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 시료 처리 시 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 시료전처리 후 기기분석 이전에 첨가하여 사용한다.

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 고체상 추출장치

고체상 추출장치 (SPE, solid phase extraction)는 진공장치, 진공펌프, 시험관 등으로 구성되어야 한다. 진공장치는 진공과 유속을 조절할 수 있는 것을 사용하며, 진공펌프는 진공을 조정 및 확인할 수 있는 것을 사용한다. 고정상으로 사용되는 고체상 흡착제는 분자 간 상호작용에 따라 극성, 비극성, 이온성 등으로 구분되며 주로 주사기형 카트리지 또는 평면형 디스크로 상용화되어 있으며, 각 시험기준에 명시되어 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 3 회 이상 세척하여 교차오염 등을 방지한다.

3.2.2 질소 농축기

질소 농축기는 질소가스가 연결될 수 있는 미세관과 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 카트리지

3.3.1 고체상 추출 카트리지

고체상 추출 카트리지는 폴리머 또는 코폴리머 재질의 WAX (150 mg/6 cc) 카트리지 또는 이와 동등한 성능을 가진 카트리지[주 1]를 사용한다.

[주 1] 고체상 추출 카트리지의 종류 및 규격, 활성 조건, 용출조건 등은 표준물질 등으로 분획 실험하여 정도관리 목표를 만족하는 경우 변경하여 사용할 수 있다.

3.4 시료용기

시료용기[주 2]는 폴리프로필렌 재질의 스크류뚜껑이 있는 폴리프로필렌 일회용 용기, 원심분리관, 또는 폴리프로필렌 재질의 스크류뚜껑이 있는 폴리프로필렌 자동시료주입기 용기를 사용한다.

[주 2] 일반적으로 액체크로마토그래프용 바이알 뚜껑에 있는 폴리테트라플루오로에틸렌 (PTFE, polytetrafluoro ethylene) 재질은 오염의 원인이 될 수 있다.

3.5 부피플라스크

폴리프로필렌 재질의 부피플라스크를 이용한다.

3.6 분석용 저울

0.0001 g까지 정확하게 칭량할 수 있는 저울을 사용한다.

3.7 미량주사기

1 μ L ~ 500 μ L 용량의 미량주사기 (microsyringe)를 사용한다.

3.8 액체크로마토그래프/탠덤 질량분석기

3.8.1 액체크로마토그래프

일반적으로 5 μ L ~ 10 μ L 용량의 시료를 반복적으로 주입할 수 있어야 하며, 농도 기울기 조절이 가능하고 분석 유속 (0.2 mL/min)을 일정하게 유지할 수 있는 이성분 (binary) 펌프가 있는 시스템이 요구된다. 액체크로마토그래프 시스템은 오염의 원인이 될 수 있는 기포 제거장치 (degasser)가 없어도 용매를 일정하게 조절할 수 있어야 한다.

3.8.2 권장 컬럼

적절한 분해능, 피크 모양, 정확도 및 정밀도를 가지는 역상 C₁₈ 액체크로마토그래프 컬럼 (2.1 mm, $\times$ 100 mm, 5 μ m 또는 동급 이상)을 사용한다.

3.8.3 탠덤 질량분석기

탠덤 질량분석기 (MS/MS, tandem mass spectrometer)는 액체크로마토그래프 (LC)에서 사용하는 유량에서 음이온 전자 분무 이온화 (ESI, electrospray ionization)가 가능한 장비이어야 한다. 적절한 정밀도를 유지하기 위해서 크로마토그램 상의 피크당 10 번 이상의 스캔을 할 수 있어야 한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 정제수

HPLC급 이상을 이용하여야 한다. 분석대상물질의 피크가 검출한계의 1/3 이상 발견되지 않아야 한다. 실험실에서 제조된 3차 정제수의 경우 제조 시 18 M Ω 이상의 저항값을 유지하도록 관리해야 하며, 바탕시료 및 시료의 전처리 및 분석에 이용하기 전에 고체상 추출용 카트리지를 통과시켜야 한다.

4.1.2 메탄올 (methanol, CH_3OH , 분자량 : 32.04) : 고순도를 사용하여야 하며, 사용하기 전에 방해물질이 없음을 확인하여야 한다.

4.1.3 암모늄아세테이트 (Ammonium acetate, $\text{C}_2\text{H}_7\text{NO}_2$, 분자량 : 77.08) : 고순도를 사용하여야 하며, 사용하기 전에 방해물질이 없음을 확인하여야 한다.

4.1.4 수산화암모늄 (Ammonium hydroxide, NH_4OH , 분자량 : 35.05) : 고순도를 사용하여야 하며, 사용하기 전에 방해물질이 없음을 확인하여야 한다.

4.2 표준용액

4.2.1 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.

4.2.2 내부표준용액 및 혼합내부표준용액

정제용 내부표준물질 및 실린지 첨가용 내부표준물질은 ^{13}C , 중수소 D, ^{18}O 로 치환된 과불화화합물 내부표준용액을 사용한다. 주로 개별항목의 용액상태 앰플로 구입되어 냉동보관하며, 사용 직전 개봉한다.

정제용 및 실린지 첨가용 내부표준물질은 실험 직전에 작업 농도범위에 맞게 용매로 혼합·희석하여 필요한 양의 혼합내부표준용액을 만들어 사용한다.

4.2.3 검정곡선 표준용액

검정곡선 표준용액은 분석물질에 대한 기기의 감응도 평가를 위하여 변질과 오염이 없는 표준용액 및 내부표준용액을 혼합 및 희석하여 농도별로 조제하며, 분석대상물질에 대한 기기의 감응도 평가를 위한 검정곡선 작성에 이용한다.

상대검정곡선법 (또는 내부표준법, internal standard method)에 의한 검정곡선 표준용

액 (calibration standard solution)은 농도별로 조제한 혼합표준용액에 혼합내부표준용액이 일정 농도가 되도록 혼합한 용액으로 5 개 이상의 농도 (CS1 ~ CS5)로 조제한 다.

5.0 시료채취 및 관리

ES 10102.a 수질의 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. 측정 한 방법검출한계는 시험기준에서 제시한 값 이하이어야 한다.

6.2 방법바탕시료의 측정

수질시료 분석을 위한 방법바탕시료는 주로 정제수를 사용한다. 방법바탕시료는 실제 시료와 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 인증표준물질을 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 검증

6.4.1 검정곡선은 정량범위 내 5 개의 농도 (CS1 ~ CS5)로 시료군마다 작성하고, 결정계수 또는 식 (1)에 따라 상대감응계수 (RRF, relative response factor)를 구한다.

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

여기서, A_n : 표준물질의 피크 면적[주 3]

A_{IS} : 표준물질에 첨가된 정제용 내부표준물질[주 4]의 피크 면적

C_{IS} : 표준물질에 첨가된 정제용 내부표준물질의 농도

C_n : 표준물질의 농도

[주 3] 크로마토그램의 피크 높이 등을 사용할 수도 있다.

[주 4] 정제용 내부표준물질을 사용하지 않을 경우 실린지 첨가용 내부표준물질 혹은 시료채취용 내부표준물질을 적용하여 계산한다.

6.4.2 얻어진 검정곡선의 결정계수 (R^2)가 0.98 이상 또는 상대감응계수의 상대표준편차가 20 % 이하이어야 하며, 검정곡선 각 농도의 정확도는 $\pm 20\%$ (80 % ~ 120 %) 이내에 있어야 한다. 허용범위를 벗어나면 재작성하도록 한다.

6.4.3 검정곡선의 직선성을 검증하기 위하여 분석 종료 후, 검정곡선의 중간농도 (CS3)에 해당하는 표준용액을 비교 측정한다. 선택한 표준용액의 측정값은 검정곡선 작성 시 해당 값과 20 % 이내에서 일치하여야 한다. 만약 이 범위를 넘는 경우, 검정곡선을 재작성하여 분석해야 한다.

6.5 실험실 내부정도관리

잔류성유기오염물질을 시험·검사하는 실험실에서는 방법검출한계, 정밀도 및 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 시료의 준비

7.1.1 하천수/호소수 시료는 채취 지점별로 1회 채취한다.

7.1.2 시료는 분석 전까지 냉동보관 (-20°C)한다.

7.1.3 각 (채취 지점별)시료는 잘 섞어 균일하게 만들고, 원심분리 또는 여과 (예: Glass fiber filter)하여 부유물을 분리한다. 분리된 여과액의 250 mL는 고체상추출법을 통해 추출한다.

7.2 고체상 추출 방법

7.2.1 부유물을 제거한 각각의 시료에 회수율을 확인하기 위하여 정제용 내부표준물질 혼합액 일정량을 주입 후 충분히 혼합한다. 이때 내부표준물질의 첨가 조작은 실험자의 안전을 위하여 글러브박스 (glove box) 안에서 하는 것을 원칙으로 한다.

7.2.2 카트리지의 정제 및 활성화를 위해 카트리지를 0.1 % 암모니아 용액이 포함된 메탄올 4 mL, 메탄올 4 mL, 정제수 4 mL를 차례로 통과시켜 컨디셔닝을 한다.

7.2.3 7.2.1에서 준비된 시료를 활성화된 카트리지 벽면에 묻지 않도록 주의하여 분당 10 mL ~ 15 mL의 속도로 부하 (loading)하여 카트리지에 포집한다.

7.2.4 시료가 부하된 카트리지 내의 불순물 제거를 위하여 0.025 M 아세트이트 버퍼용액 ($\text{pH} = 4$) 4mL를 통과시켜 세척한 후, 진공상태를 유지하여 카트리지 내의 수분을 제거한다.

7.2.5 카트리지 아래 추출용액을 담은 15 mL 폴리프로필렌 재질의 원심분리관을 넣고 분석대상 물질 중 FOSA를 용출하기 위해 카트리지에 메탄올 4 mL를 부하하여 분석대상물질을 용출시킨다.

7.2.6 새롭게 준비한 15 mL 폴리프로필렌 재질의 원심분리관을 카트리지 아래에 넣고 나머지 분석대상 물질을 용출하기 위해 메탄올 (0.1 % 암모니아 포함) 용액 8 mL를 부하하여 다시 용출시킨다.

7.2.7 각각의 용출액은 실온에서 질소농축기를 이용하여 농축한 후 실린지 첨가용 내부표준물질을 첨가하여 최종 부피가 1 mL가 되도록 한 후, 0.2 μ m 나일론 필터로 여과하여 기기분석을 위한 시험용액으로 사용한다.

7.3 기기분석

기기분석은 액체크로마토그래프/탠덤 질량분석기의 전자 분무 이온화방식 (ESI)을 사용하며, 각 분석대상물질별로 전구 이온 (Q1, precursor ion)과 생성 이온 (Q3, product ion)을 결정하고 적절한 질량분석조건을 확립한 후 다중반응 모니터링 (MRM, multiple reaction monitoring) 방법으로 분석한다. 정량 이온의 머무름 시간과 면적 비를 검사하여 각 물질들을 확인한 후 상대검정곡선법으로 정량한다.

7.3.1 액체크로마토그래프 분석조건

7.3.1.1 화합물의 분리가 잘되고 감도가 최적화되도록 액체크로마토그래프 분석조건을 결정하고, 최적의 조건을 사용하여 분석에 사용하는 모든 시료 (표준용액, 바탕시료, 실제시료)에 대해 동일하게 적용해서 사용한다.

7.3.1.2 이동상[주 5]은 화합물의 분리에 적절하도록 선택한다. 이동상 A는 2 mM 암모늄아세트레이트가 포함된 정제수, 이동상 B는 메탄올을 이용하여 분리하고 방해물질과 분석대상물질의 피크가 최대한 겹치지 않는 기울기 용리법 (gradient elution method)을 이용한다. 또한 이동상의 유량은 컬럼의 분리효율이 최대로 되는 0.4 mL/min으로 하고 시료 주입량은 10 μ L로 한다.

[주 5] 이동상 조건은 기기 제조사와 분석조건에 따라 이성질체의 분리에 적절하도록 변경하여 사용할 수 있다.

7.3.2 질량분석기 분석조건

각 물질의 질량분석기 조건을 최적화하기 위하여 미량주사기를 이용하여 메탄올에 표준물질이 10 ng/mL ~ 50 ng/mL로 들어있는 용액을 10 μ L/min의 유속으로 주입 (infusion)하는 방법을 이용한다. Manual tuning mode에서 분석대상물질의 정량분석을

위한 최적화 과정을 수행하여 전구 이온 (Q1, precursor ion) 및 생성 이온 (Q3, product ion)을 확인하고 분석대상 물질별 DP (declustering potential, V), EP (entrance potential, V), CE (collision energy, eV), CXP (collision cell exit potential) 등을 확정한다.

7.3.3 검정곡선 작성

7.3.3.1 상대검정곡선법을 이용한 검정곡선의 작성을 위해 시료와 동일한 양의 내부표준물질이 첨가된 검정곡선 작성용 표준용액을 조제한다. 내부표준물질의 농도는 분석대상 성분의 피크 면적 (또는 피크 높이)과 비슷한 수준이 되도록 한다.

7.3.3.2 시료와 검정곡선 작성용 표준용액에 대해 분석대상물질과 내부표준물질의 피크 면적 (또는 피크 높이)을 각각 구한다.

7.3.3.3 표준용액의 분석대상물질 농도 (C_n)와 내부표준물질 농도 (C_{IS})의 비를 가로축 (x 축)에, 표준용액의 분석대상물질 피크 면적 (A_n)과 내부표준물질 피크 면적 (A_{IS})의 비 (A_n/A_{IS})를 세로축 (y 축)에 취하여 그림 1과 같이 검정곡선을 작성한다.

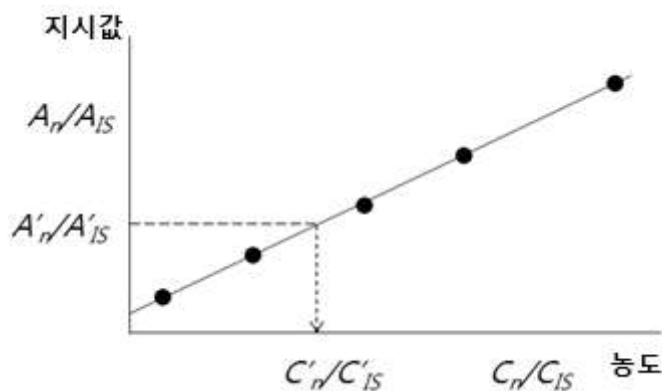


그림 1. 상대검정곡선법에 의한 검정곡선 작성

7.4 시료분석

7.4.1 7.3.1과 7.3.2의 방법에 따라 분석기기의 조건을 설정한다.

7.4.2 바탕시료에 표준물질을 첨가하여 7.1과 7.2에 따라 수행한 추출 및 정제 효율성

실험을 통해 얻어진 각 시료 매질별 최적 전처리 조건에 따라 실제시료를 처리한다. 이때 각 시료에 내부표준물질을 일정 농도로 첨가하고, 바탕시료와 동일한 실험과정을 통해 처리된 시료를 액체크로마토그래프에 주입한다.

7.5 시료 분석결과

7.5.1 정성분석

7.5.1.1 정성분석을 위해 각 분석대상물질별로 결정된 정량 이온 ($Q1 \rightarrow Q3$)이 표준용액의 피크 머무름 시간에서 나타나야 한다. 다중으로 선정된 생성 이온 ($Q3$) 중 분석대상 물질에 대한 방해물질이 적고, 감도가 큰 이온을 정량 이온으로 선정하고 다른 이온을 확인 이온으로 선정하여 두 이온의 피크 면적비가 표준물질에서 나타난 값과 유사할 경우 분석대상물질로 확정할 수 있다. 방해물질이 적은 일반적인 시료 분석에서는 문제가 되지 않으나 방해물질을 많이 포함한 시료의 경우에는 개별 크로마토그램을 확인한 후 정량하여야 한다.

7.5.1.2 시료 추출물에서 각 분석물질들을 검출하기 위해서 크로마토그램 피크에 대한 신호 대 잡음 비 (S/N , signal/noise ratio)는 2.5 보다 커야한다.

7.5.2 정량분석

7.5.2.1 상대검정곡선법에 의한 정량은 시료를 분석하여 얻은 분석대상물질 피크 면적 (A'_n)과 내부표준물질 피크 면적 (A'_{IS})의 비 (A'_n/A'_{IS})를 구한 후, 검정곡선에 대입하여 분석대상물질 농도 (C'_n)와 내부표준물질 농도 (C'_{IS})와의 비 (C'_n/C'_{IS})를 구한다.

7.5.2.2 분석대상물질 농도 (C'_n)와 내부표준물질 농도 (C'_{IS})와의 비 (C'_n/C'_{IS})에 첨가한 내부표준물질 농도 (C'_{IS})를 곱하여 상대검정곡선법에 의한 시료 중의 분석대상물질 농도 (C'_n)를 구한다.

7.5.2.3 상대검정곡선법에 의한 시료 중의 분석대상물질 농도 (C'_n), 최종 시료의 부피 및 시료량 등으로부터 시료 중의 분석대상물질의 농도 (C)를 산출한다.

$$C = \frac{C_n \times V_F}{1000 \times V} \quad (\text{식 2})$$

여기서, C : 시료 중 분석대상물질의 농도 (pg/L 또는 ng/L)

C_n : 내부표준법에 의한 분석대상물질의 농도 (ng/mL)

V_F : 최종 시료의 부피 (mL)

V : 시료량 (L)

7.5.2.4 만약 시료 중 분석대상물질의 농도가 검정곡선의 정량 범위를 넘어갈 경우, 시료를 희석하여 정량 범위 내에 들어오도록 다시 분석해야 한다. 또한 내부표준물질의 피크 면적이 시료군 평균보다 50 % 이상 차이를 보이면 다시 분석해야 한다.

7.5.2.5 검출된 모든 피크의 적분은 전구 이온 (precursor ion)과 생성 이온 (product ion), 머무름 시간 (RT) 및 다양한 적분을 위한 변수를 포함하는 하나의 정량방법에 의해 정량하는 것이 이상적이다. 하지만, 방해물질의 존재로 피크 모양에서 뒤틀림 등이 나타나면 정해진 변수에 의해 제대로 적분되지 않을 수 있다. 피크 모양 자체가 방해물질과 섞여서 구별할 수 없을 때에는 재분석 하고 정성분석에서 명확한 피크가 적분되지 않았을 때에는 수동으로 적분한다.

7.5.3 내부표준물질의 회수율

7.5.3.1 내부표준물질의 회수율은 정제용 내부표준물질의 정량 이온과 실린지 첨가용 내부표준물질의 정량 이온의 비로부터 구한다.

7.5.3.2 검정곡선 자료를 이용하여 정제용 내부표준물질의 상대감응계수 (RRF_{IS})를 식 (3)과 같이 계산한다.

$$RRF_{IS} = \frac{A_{IS}}{A_{RS}} \times \frac{C_{RS}}{C_{IS}} \quad (\text{식 3})$$

여기서, A_{IS} : 검정곡선 표준용액에 첨가된 정제용 내부표준물질의 정량 이온 피크 면적

A_{RS} : 검정곡선 표준용액에 첨가된 실린지 첨가용 내부표준물질의

정량 이온 피크 면적

C_{IS} : 검정곡선 표준용액에 첨가된 정제용 내부표준물질의 농도

C_{RS} : 검정곡선 표준용액에 첨가된 실린지 첨가용 내부표준물질의 농도

7.5.3.3 계산된 RRF_{IS} 값과 시료분석 자료를 이용하여 식 (4)과 같이 내부표준물질의 회수율을 계산한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{A'_{IS}}{A'_{RS}} \times \frac{1}{RRF_{IS}} \times \frac{C_{RS}}{C_{IS}} \times 100 \quad (\text{식 4})$$

여기서, A'_{IS} : 시료에 첨가된 정제용 내부표준물질의 정량 이온 피크 면적

A'_{RS} : 시료에 첨가된 실린지 첨가용 내부표준물질의 정량 이온 피크 면적

C'_{IS} : 시료에 첨가된 정제용 내부표준물질의 농도

C'_{RS} : 시료에 첨가된 실린지 첨가용 내부표준물질의 농도

RRF_{IS} : 검정곡선의 정제용 내부표준물질 상대감응계수

7.5.3.4 내부표준물질에 대한 회수율은 30 % ~ 130 %의 범위를 만족하여야 하며, 시료 분석결과에 대한 신뢰성 검토를 위해 시료 분석결과와 함께 제시한다.

8.0 결과보고

8.1 분석결과 보고

시료의 시험·검사 후, 결과 보고 시에는 다음과 같은 목록을 보고하여야 한다.

8.1.1 시료채취 관련자료

시료 목록, 시료 번호, 시료 채취 일자 및 기상 사항, 시료 채취 장소, 시료 채취 유량, 시료 채취 방법, 시료 채취량, 시료 채취 과정, 시료 보관 방법 등을 보고한다.

8.1.2 분석방법 자료

분석일자, 시료량, 추출과정, 정제과정, 농축과정, 농축량, 분석기기 및 조건, 사용한 표

준물질 등에 대한 자료를 보고한다.

8.1.3 분석결과 자료

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

8.1.3.2 방법검출한계, 정량한계 및 산출근거를 보고한다.

8.1.3.3 분석결과 농도 및 내부표준물질의 회수율을 보고한다.

8.2 결과보고 양식

8.2.1 시료 분석결과는 ng/L 또는 µg/L로 표기한다.

8.2.2 모든 농도결과는 방법검출한계를 적용하여 나타내고 방법검출한계 미만은 N.D.로 표시하고 방법검출한계 값을 같이 제시한다.

8.2.3 결과보고 양식은 부록에 제시한 양식에 따른다.

9.0 참고문헌

9.1 ISO 25101: 2009(E), “Water quality–Determination of perfluorooctanesulfonate (PFOS) and perfluorooctanoate (PFOA)–Method for unfiltered samples using solid phase extraction and liquid chromatography/mass spectrometry”, ISO, (2009)

9.2 EPA Method 537.1, “Determination of selected perfluorinated alkyl acids in drinking water by solid phase extraction and liquid chromatography/tandem mass spectrometry (LC/MSMS)”, US EPA, (2018)

9.3 FDA: Validation of analytical procedures: Methodology, recommended for implementation at step 7 of the VICH process on 22 October 1998 by the VICH steering committee(64. guidance for industry), FDA, DHHS, (1998)

9.4 NIOSH, “Guidelines for air sampling and analytical method development and evaluation(DHHS[NIOSH])” Pub. No. 95-117 .Cincinnati, OH: NIOSH, (1995)

9.5 OSHA, “Evaluation scheme for methods that use filters as collection medium” In OSHA analytical manual, 2ed ed. Salt Lake City: OSHA, (1990)

10.0 부록

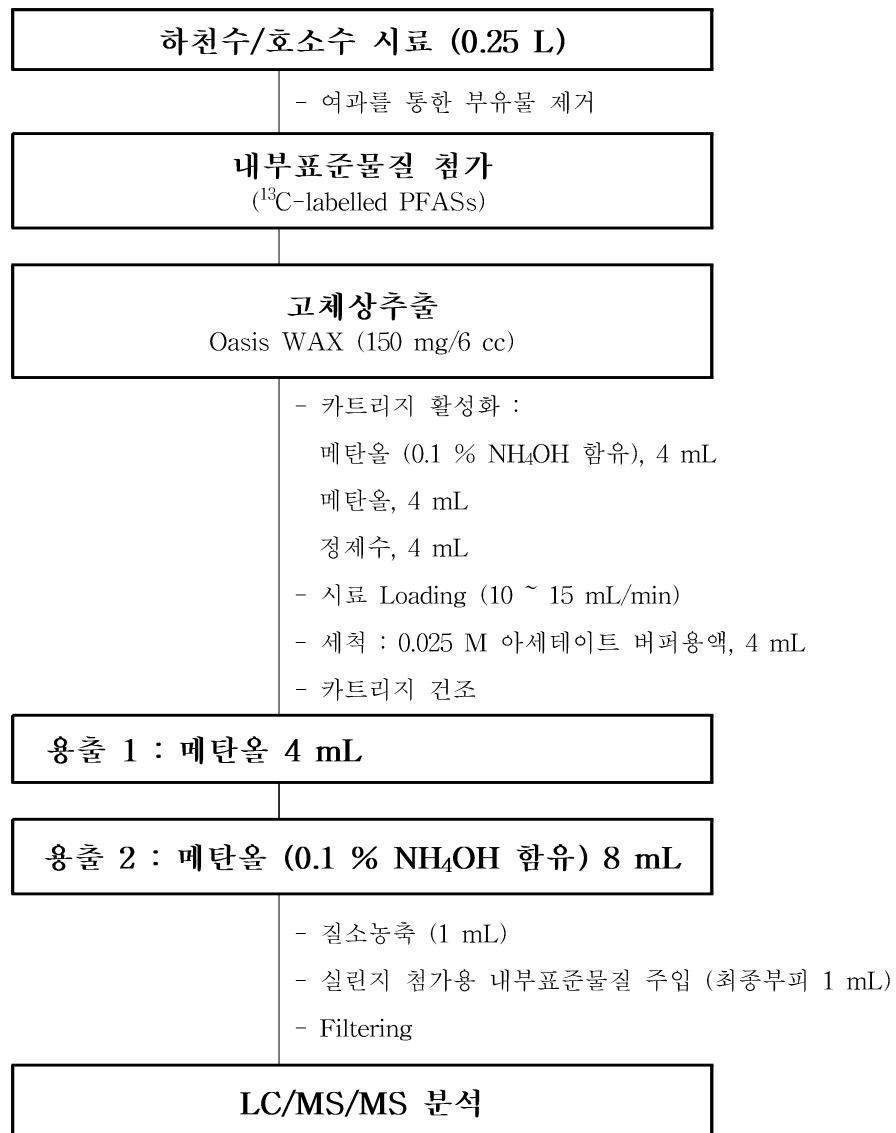


그림 2. 하천수/호소수 시료 중 과불화화합물 분석 흐름도

표 1. 과불화화합물 분석대상물질

분류	약어	화합물
Perfluoroalkyl carboxylic acids (PFCAs)	PFBA	Perfluorobutanoic acid
	PFPeA	Perfluoropentanoic acid
	PFHxA	Perfluorohexanoic acid
	PFHpA	Perfluoroheptanoic acid
	PFOA	Perfluorooctanoic acid
	PFNA	Perfluorononanoic acid
	PFDA	Perfluorodecanoic acid
	PFUnDA	Perfluoroundecanoic acid
	PFDoDA	Perfluorododecanoic acid
	PFTTrDA	Perfluorotridecanoic acid
	PFTeDA	Perfluorotetradecanoic acid
Perfluoroalkane sulfonic acids (PFSAs)	PFHxDA	Perfluorohexadecanoic acid
	PFOcDA	Perfluorooctadecanoic acid
	PFBS	Perfluorobutane sulfonic acid
	PFPeS	Perfluoropentane sulfonic acid
	PFHxS	Perfluorohexane sulfonic acid
	PFHpS	Perfluoroheptane sulfonic acid
	PFOS	Perfluorooctane sulfonic acid
Precursor/ Intermediate	PFNS	Perfluorononane sulfonic acid
	PFDS	Perfluorodecane sulfonic acid
	FOSA	Perfluorooctane sulfonamide
	N-MeFOSAA	N-methyl perfluorooctane sulfonamido acetic acid
	N-EtFOSAA	N-ethyl perfluorooctane sulfonamido acetic acid
	8:2 FTUCA (8:2 FTUA)	8:2 fluorinated telomer unsaturated acid
Alternative	ADONA	3H-Perfluoro-3-(3-methoxy-propoxy) propanoic acid
	F-53B (9Cl-PF3ONS)	Chlorinated polyfluorinated ether sulfonic acid (main of F53B, 9-chlorohexadecafluoro-3-oxanonane-1-sulfonic acid)
	F-53B (11Cl-PF3OUdS)	Chlorinated polyfluorinated ether sulfonic acid (minor of F53B, 11-chloroeicosafluoro-3-oxaundecane-1-sulfonic acid)

표 2. 과불화화합물(PFAS) 시험 · 검사를 위한 동위원소 치환 내부표준물질

분류	표준물질 ¹	정제용 내부표준물질 ²	실린지 첨가용 내부표준물질
Perfluoroalkyl carboxylic acids (PFCAs)	PFBA	¹³ C ₄ -PFBA	¹³ C ₈ -PFOA
	PFPeA	¹³ C ₂ -PFHxA ²⁻¹	¹³ C ₈ -PFOA
	PFHxA	¹³ C ₂ -PFHxA	¹³ C ₈ -PFOA
	PFHpA	¹³ C ₄ -PFOA ²⁻²	¹³ C ₈ -PFOA
	PFOA	¹³ C ₄ -PFOA	¹³ C ₈ -PFOA
	PFNA	¹³ C ₅ -PFNA	¹³ C ₈ -PFOA
	PFDA	¹³ C ₂ -PFDA	¹³ C ₈ -PFOA
	PFUnDA	¹³ C ₂ -PFUnDA	¹³ C ₇ -PFUnDA
	PFDoDA	¹³ C ₂ -PFDoDA	¹³ C ₇ -PFUnDA
	PFTrDA	¹³ C ₂ -PFDoDA	¹³ C ₇ -PFUnDA
	PFTeDA	¹³ C ₂ -PFDoDA ²⁻³	¹³ C ₇ -PFUnDA
	PFHxDA	¹³ C ₂ -PFDoDA ²⁻⁴	¹³ C ₇ -PFUnDA
Perfluoroalkane sulfonic acids (PFSAs)	PFOcDA	¹³ C ₂ -PFDoDA ²⁻⁵	¹³ C ₇ -PFUnDA
	PFBS	¹³ C ₃ -PFBS	¹³ C ₈ -PFOS
	PFPeS	¹³ C ₃ -PFBS	¹³ C ₈ -PFOS
	PFHxS	¹⁸ O ₂ -PFHxS	¹³ C ₈ -PFOS
	PFHpS	¹⁸ O ₂ -PFHxS	¹³ C ₈ -PFOS
	PFOS	¹³ C ₄ -PFOS	¹³ C ₈ -PFOS
	PFNS	¹³ C ₄ -PFOS	¹³ C ₈ -PFOS
Precursor/ Intermediate	PFDS	¹³ C ₄ -PFOS	¹³ C ₈ -PFOS
	FOSA	¹³ C ₈ -FOSA	d ₃ -N-MeFOSAA
	N-MeFOSAA	d ₅ -N-EtFOSAA ²⁻⁶	d ₃ -N-MeFOSAA
	N-EtFOSAA	d ₅ -N-EtFOSAA	d ₃ -N-MeFOSAA
Alternative	8:2 FTUCA	¹³ C ₂ -8:2 FTUCA	d ₃ -N-MeFOSAA
	ADONA	¹³ C ₂ -PFHxA	¹³ C ₈ -PFOA
	9Cl-PF3ONS	¹³ C ₄ -PFOS	¹³ C ₈ -PFOS
	11Cl-PF3OUdS	¹³ C ₄ -PFOS	¹³ C ₈ -PFOS

¹: 표준물질의 보정용 내부표준물질 (IS)은 정제용 내부표준물질로 한다.

²: 정제용 내부표준물질의 보정용 내부표준물질 (IS)은 실린지 첨가용 내부표준물질로 한다. 정제용 내부표준물질은 보정하고자 하는 표준물질의 구조와 보다 유사한 동위원소치환 내부표준물질로 변경하여 사용할 수 있다. (예, ²⁻¹: ¹³C₅-PFPeA, ²⁻²: ¹³C₄-PFHpA, ²⁻³: ¹³C₂-PFTeDA, ²⁻⁴: ¹³C₂-PFHxDA, ²⁻⁵: ¹³C₂-PFHxDA, ²⁻⁶: d₃-N-MeFOSAA)

표 3. 과불화화합물(PFAS) 시험 · 검사를 위한 검정곡선 표준용액 (예)

(Unit : ng/mL)

분류	분석항목	CS1	CS2	CS3	CS4	CS5	CS6
표준물질	PFBA	0.1	0.5	1.0	5.0	10	25
	PFPeA	0.1	0.5	1.0	5.0	10	25
	PFHxA	0.1	0.5	1.0	5.0	10	25
	PFHpA	0.1	0.5	1.0	5.0	10	25
	PFOA	0.1	0.5	1.0	5.0	10	25
	PFNA	0.1	0.5	1.0	5.0	10	25
	PFDA	0.1	0.5	1.0	5.0	10	25
	PFUnDA	0.1	0.5	1.0	5.0	10	25
	PFDoDA	0.1	0.5	1.0	5.0	10	25
	PFTTrDA	0.1	0.5	1.0	5.0	10	25
	PFTeDA	0.1	0.5	1.0	5.0	10	25
	PFHxDA	0.1	0.5	1.0	5.0	10	25
	PFOcDA	0.1	0.5	1.0	5.0	10	25
	PFBS	0.1	0.5	1.0	5.0	10	25
	PFPeS	0.1	0.5	1.0	5.0	10	25
	PFHxS	0.1	0.5	1.0	5.0	10	25
	PFHpS	0.1	0.5	1.0	5.0	10	25
	PFOS	0.1	0.5	1.0	5.0	10	25
	PFNS	0.1	0.5	1.0	5.0	10	25
	PFDS	0.1	0.5	1.0	5.0	10	25
	FOSA	0.1	0.5	1.0	5.0	10	25
	N-MeFOSAA	0.1	0.5	1.0	5.0	10	25
	N-EtFOSAA	0.1	0.5	1.0	5.0	10	25
	8:2 FTUCA	0.1	0.5	1.0	5.0	10	25
	ADONA	0.1	0.5	1.0	5.0	10	25
	9Cl-PF3ONS	0.1	0.5	1.0	5.0	10	25
	11Cl-PF3OUdS	0.1	0.5	1.0	5.0	10	25

(표 계속)

분류	분석항목	CS1	CS2	CS3	CS4	CS5	CS6
정제용 내부표준물질	$^{13}\text{C}_4\text{-PFBA}$	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
	$^{13}\text{C}_2\text{-PFHxA}$	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
	$^{13}\text{C}_4\text{-PFOA}$	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
	$^{13}\text{C}_5\text{-PFNA}$	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
	$^{13}\text{C}_2\text{-PFDA}$	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
	$^{13}\text{C}_2\text{-PFUnDA}$	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
	$^{13}\text{C}_2\text{-PFDoDA}$	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
	$^{13}\text{C}_3\text{-PFBS}$	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
	$^{18}\text{O}_2\text{-PFHxS}$	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
	$^{13}\text{C}_4\text{-PFOS}$	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
	$^{13}\text{C}_8\text{-FOSA}$	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
	$\text{d}_5\text{-N-EtFOSAA}$	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
	$^{13}\text{C}_2\text{-8:2 FTUCA}$	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
실린지 첨가용 내부표준물질	$^{13}\text{C}_8\text{-PFOA}$	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
	$^{13}\text{C}_7\text{-PFUnDA}$	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
	$^{13}\text{C}_8\text{-PFOS}$	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
	$\text{d}_3\text{-N-MeFOSAA}$	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0

표 4. 과불화화합물 시험 · 검사를 위한 LC/MS/MS 기기조건 (예)

Column	C ₁₈ , 2.1 mm x 100 mm, 5 µm							
Mobile phase	A: 2 mM ammonium acetate in Water B: Methanol							
	Time (min)	0	0.75	3	15	22.5	25.5	27
Gradient mode	A (%)	95	95	30	5	5	95	95
	B (%)	5	5	70	95	95	5	5
Flow rate	400 µL/min							
Injection volume	10 µL							
Ionization mode	Electrospray negative, ESI(-)							
Gas flow	5 L/min							
Gas tempartaure	270°C							
Nubulizer	45 psi							
Sheath gas flow	11 L/min							
Sheath gas temperature	330°C							
Capilary	-4500 V							
Nozzle voltage	500 V							

표 5. 과불화화합물 시험·검사를 위한 표준물질의 질량분석기 조건

분석물질	Q1	Q3 ¹	Q1	Q3	Collision Energy (eV)
	Precursor ion (m/z)	Product ion (m/z)	Precursor ion (m/z)	Product ion (m/z)	
PFBA	213.0	169.0	–	–	5
PFPeA	262.9	218.9	–	–	4
PFHxA	312.9	268.9	–	–	4
PFHpA	362.9	318.9	–	–	4
PFOA	412.9	368.9	412.9	168.8	8/16
PFNA	462.8	418.9	462.8	218.8	8/16
PFDA	513.0	469.0	513.0	269.0	8/20
PFUnDA	563.0	518.8	563.0	269.0	8/16
PFDoDA	613.0	569.0	613.0	269.0	8
PFTTrDA	663.0	618.8	663.0	268.9	8/23
PFTeDA	712.9	668.8	712.9	368.5	12/20
PFHxDA	812.9	768.8	–	–	12
PFOcDA	912.9	868.8	912.9	369.0	12/28
PFBS	298.9	99.9	298.9	79.9	36
PFPeS	349.0	79.9	349.0	98.9	32/29
PFHxS	398.9	80.0	398.9	99.0	48/40
PFHpS	449.0	79.9	449.0	98.9	35
PFOS	498.9	79.9	498.9	99.0	60/48
PFNS	549.0	79.9	549.0	98.9	44
PFDS	598.9	80.0	598.9	99.0	60/66
FOSA	498.1	78.0	498.1	48.1	40/80
N-MeFOSAA	570.1	419.0	570.1	482.9	18/16
N-EtFOSAA	584.2	419.0	584.2	526.0	20/20
8:2 FTUCA	457.0	393.0	457.0	342.9	8/48
ADONA	377.0	251.1	–	–	8
9Cl-PF3ONS	530.9	350.9	530.9	35.2	44/28
11Cl-PF3OUdS	631.0	82.9	631.0	451.1	30

¹: 정량 이온이며, 그 외 Q3은 정성 이온으로 사용된다. 각 생성 이온 (product ion)에 대한 탠덤 질량분석기의 기기분석 조건은 사용기기의 최적값으로 변경하여 사용할 수 있으며, 제시된 이온 외의 생성 이온도 정량 이온 또는 정성 이온으로 적용할 수 있다.

표 6. 과불화화합물(PFAS) 분석을 위한 내부표준물질의 질량분석기 조건

분류	분석물질	Q1	Q3 ¹	Q1	Q3	Collision
		Precursor ion (m/z)	Product ion (m/z)	Precursor ion (m/z)	Product ion (m/z)	Energy (eV)
정제용 내부표준물질	¹³ C ₄ -PFBA	216.8	171.8	-		5
	¹³ C ₂ -PFHxA	314.7	269.9	-		4
	¹³ C ₄ -PFOA	416.9	371.9	416.9	168.8	8/16
	¹³ C ₅ -PFNA	467.8	422.9	467.8	219.0	8/16
	¹³ C ₂ -PFDA	514.9	469.9	514.9	219.0	8/16
	¹³ C ₂ -PFUnDA	564.9	519.9	564.9	269.0	8/16
	¹³ C ₂ -PFDoDA	614.9	569.9	614.9	269.0	8/20
	¹³ C ₃ -PFBS	301.9	79.7	-		62
	¹⁸ O ₂ -PFHxS	402.9	83.7	402.9	102.8	60/50
	¹³ C ₄ -PFOS	502.9	79.9	502.9	98.7	100/50
	¹³ C ₈ -FOSA	506.0	78.0	506.0	48.1	36/80
	d ₅ -N-EtFOSAA	589.0	531.0	589.0	419.0	20/20
	¹³ C ₂ -8:2 FTUCA	459.0	394.0	459.0	344.1	8/48
	¹³ C ₈ -PFOA	420.0	375.0	-		8
실린지 첨가용 내부표준물질	¹³ C ₇ -PFUnDA	569.9	525.1	569.9	218.9	8/16
	¹³ C ₈ -PFOS	507.0	99.0	507.0	80.0	52/48
	d ₃ -N-MeFOSAA	573.0	419.0	573.0	483.0	20/12

¹: 정량 이온이며, 그 외 Q3은 정성 이온으로 사용된다. 각 생성 이온 (product ion)에 대한 탠덤 질량분석기의 기기분석 조건은 사용기기의 최적값으로 변경하여 사용할 수 있으며, 제시된 이온 외의 생성 이온도 정량 이온 또는 정성 이온으로 적용할 수 있다.

표 7. 시료 채취결과보고 양식

항목	형식 및 단위
시료 번호	
시료 채취일자	년 월 일
기상 사항	
시료 채취장소	
시료 채취방법	
시료 채취시간	h
시료 채취량	L
시료의 운반과 보관방법	
기타 특이사항	

표 8. 시료 분석결과보고 양식

항목		형식 및 단위
시료 번호		년 월 일
시료 분석일자		
시료 조제방법		
시료 추출방법		
시료 부피		
정제방법		mL or L
내부표준물질 사용량	시료채취용	ng
	정제용	ng
	실린지 첨가용	ng
기기 분석조건	LC	
	MS/MS	
분석결과	회수율	%
	농도	실측농도 및 환산농도

< 붙임 >

1. 분석크로마토그램
2. 각 물질별 농도 및 회수율 결과 표(방법검출한계 등 산출근거 함께 제시)