

Non-ortho, Mono-ortho 및 Poly-ortho Polychlorinated Biphenyls의 분리 정량

이영훈 · 이종호 · 흥태기*

한서대학교 화학과

Separation and Determination of Non-ortho, Mono-ortho and Poly-ortho Polychlorinated Biphenyls

Young-Hoon Lee, Jong-Ho Lee and Tae-Kee Hong*

Department of Chemistry, Hanseo University
Seosan, Chungnam, 352-820, Korea

The activated carbon/Celite 545-AW column was used in combination with a sample preparation procedure for pre-cleaning of PCB congeners. The method was optimized using standard solutions of 24 PCB congeners and marine sediment samples. The influence of traces of remaining matrix on the elution profile of PCB congeners on activated carbon/Celite 545-AW column was observed. Quantitation was carried out by GC/ECD with fused silica capillary column of different polarity. By application of a chromatographic column filled with Activated carbon/Celite 545-AW and elution with three solvents(n-hexane, n-hexane/toluene(98:2), toluene) of different polarity three PCB fractions were obtained. Fraction A contained poly-ortho PCBs, Fraction B mono-ortho PCBs and Fraction C non-ortho PCBs. But PCB 8 and PCB 28 of the mono-ortho PCB congeners was found at Fraction A. Polychlorinated biphenyls in sediments from industrial complex coastal and clean coastal area were determined. Polychlorinated biphenyls were not detected in all samples.

Key words: non-, mono- and poly-ortho PCBs, Activated carbon/Celite 545-AW column.

1. 서 론

PCBs는 1881년 독일의 Schmidt와 Schutz에 의해 최초로 합성된 이래 1929년 Aroclors(미국), clophens(독일), kanechlors(일본) 등의 이름으로 생산되어 전 세계에서 공업적으로 이용되었는데 PCBs는 전기 절연성이 좋고 열에 매우 안정하여 변압기 및 콘덴서등 화재가 발생하기 쉬운 전기 관련 제품의 절연유로서 널리 사용되어 왔으며 냉각성, 화학안정성 및 침투성이 좋고 물에 잘 녹지 않아 화학, 기계, 플라스틱 공업 및 도료공업 등의 열매체, 유탄류, 가스제 및 도료의 첨가제 등으로써 광범위하게 사용되어 왔다¹⁻²⁾. PCBs는 옥탄올-물(octanol-water partition coefficient; K_{ow})분배상수³⁻⁴⁾가 높은 소수성(lipophilic)화합물로서 먹이 사슬을 통해 체내 침투했을 때 쉽게 체외로 배출되거나 독

성이 낮은 다른 화합물로도 충분하게 대사되지 않아 몸속에 축적되어 건강 장애를 일으키는 것으로 알려져 있다.

PCBs가 심각한 환경호르몬으로 대두됨에 따라 미국 일본등 선진국에서는 1970년대부터 PCBs의 공업적 생산을 전면 금지하였다. 그러나 PCBs는 생산 중단 된지 20-30년이 지난 최근에도 비록 그 잔류농도는 감소하고 있으나 전 세계 다양한 환경시료 및 여러 생물체내에서 지속적으로 검출되고 있는데 이는 과거 생산된 변압기 등 PCBs 관련 제품들이 전 세계에서 여전히 사용 유통되고 있기 때문으로 추정된다. 종래 PCBs를 전량 수입하며 사용하던 우리나라도 1983년부터 PCBs의 수입을 전면 금지하였다. 따라서 현재 국내에서 순수하게 PCBs 유통되는 것은 없으나 단지 사용 금지 이전에 제작, 설치된 변압기나 콘덴서 등 전기 관련제품에

*To whom correspondence should be addressed.

함유되어 있을 것으로 추정된다. 그러나 1973~1980년 사이에 약 28만 Kg 가량 되었고 PCBs중 상당량은 그동안 사용, 유통 및 폐기과정을 통해 자연 환경 중 배출되어 환경을 오염시키고 생태계에 잔류해 있을 것으로 추정된다.

PCBs의 분석법으로는 1) dechlorination method 2) perchlorination method 3) pattern-comparison method 4) congener-specific analysis 의 4가지 방법이 있다. 앞의 3가지 방법은 모두 PCBs를 total PCBs로 정량 분석 하는 방법이고 네 번째 방법은 PCBs를 각 congener별로 분리 정량하는 방법이다. Dechlorination 법은 LiAlH_4 등의 유도체화 시약을 사용하여 PCBs congeners들을 biphenyl의 단일 유도체로 전환시켜 분석하는 방법이며 perchlorination법은 SbCl_5 , $\text{SbCl}_5\text{-I}_2$ 혹은 $\text{SbCl}_5+\text{AlCl}_3$ 의 혼합물 등을 유도체 시약으로 사용하여 PCBs congeners들을 decachlorobiphenyl (DCB)로 전환시켜 분석하는 방법인데 이들 방법은 perchlorination법의 경우 GC/ECD를 사용하여 PCBs를 정량할 수 있어 그 동안 주로 이용되어온 방법이다. 그러나 이들 방법으로 PCBs를 정량 하게 되면 유도체를 만드는 과정에서 유기염소계 농약이나 Polychlorinated naphthalenes 등 염소계 화합물도 PCBs와 함께 biphenyl 혹은 DCB의 유도체로 되어 실제 PCBs의 농도 보다 2-30배 까지 높은 값을 줄 수도 있다. Pattern과 PCBs 표준물의 chromatogram pattern을 비교하여 표준물의 종류를 확인한 뒤 주된 봉우리의 높이나 면적을 분석 기준으로 삼아 정량 분석하는 방법이다. 이 방법은 dechlorination 혹은 perchlorination 법에 비해 비록 감도는 떨어지나 유기염소계 화합물의 간섭 없이 PCBs를 정확하게 분석 할 수 있는 장점이 있어 최근 환경시료 중 PCBs의 잔류농도 분석에 가장 많이 이용되고 있다. 환경 중 배출된 PCBs는 con-

gener의 구조적 특성에 따라 분해 혹은 대사속도에 차이가 있는 것으로 알려져 있는데, 일반적으로 biphenyl에 치환된 염소의 수가 증가할수록 수질에서 퇴적물, 토양 그리고 물고기나 가축 등 생물체내로의 생물농축이 잘 되는 것으로 알려져 있다. 따라서 이와 같이 congener 별로 분해속도나 생체 전이속도 등 environmental impact가 다르기 때문에 환경시료 중 검출되는 PCBs의 pattern은 PCBs 단일 표준물 대신 혼합 표준물과의 pattern-comparison을 통하여 PCBs의 총량을 정량하고 있다.

congener-specific analysis는 최근 PCBs의 독성에 관한 연구가 활발히 진행되면서 새로이 그 방법상의 중요성이 더해가고 있다. 이론적으로 가능한 PCBs congener들은 209종이며 이중 실제로 환경시료 중 검출되고 있는 congener는 약 100여 종인데 congener별 독성은 구조적 특성에 따라 차이가 있는 것으로 알려져 있다. PCBs 독성에 대한 구조-활성 관계 (structure-activity relationships: SARs)연구결과에 의하면 PCBs의 생화학적 반응 및 독성 반응은 염소치환 (chlorine substitution) pattern에 따라 큰 차이가 있는 것으로 나타났다⁵⁻⁶⁾. coplanar PCBs에 대한 2,3,7,8-TCDD(tetrachlorodibenzodioxine) toxicity equivalency factors(TEFs)값은 독성실험결과 큰 차이를 보이고 있다⁶⁻⁸⁾.

환경시료 중 PCBs 잔류에 대한 최근 연구 결과에 의하면 이들 고독성 congener들은 다른 congener들 보다 훨씬 더 생물농축이 잘되며 따라서 PCBs 잔류분의 total toxic potency가 먹이연쇄에 의해 증가되는 것으로 알려져 있다⁹⁻¹⁰⁾. 이들 독성이 강한 PCBs를 Supelclean ENVI-Carb/Celite로 충전된 크로마토그래피 컬럼과 서로 다른 세 가지 용매를 사용하면 극성인 서로 다른 세 종류의 PCBs(poly-ortho, mono-ortho, 및

Table 1. WHO Interim TEFs for Human Intake of Dioxin-like PCBs

Non-ortho	TEFs	Mono-ortho	TEFs	Di-ortho	TEFs
77 : 3,3',4,4'-	0.0005	105 : 2,3,3',4,4'-	0.0001	170 : 2,2',3,3',4,4',5'-	0.0001
126 : 3,3',4,4',5'-	0.1	114 : 2,3,4,4',5'-	0.0005	180 : 2,2',3,4,4',5,5'-	0.00001
169 : 3,3',4,4',5,5'-	0.01	118 : 2,3',4,4',5-	0.0001		
		123 : 2',3,4,4',5-	0.0001		
		156 : 2,3,3',4,4',5-	0.0005		
		157 : 2,3,3',4,4',5-	0.0005		
		169 : 3,3',4,4',5,5'-	0.00001		
		189 : 2,3,3',4,4',5,5'-	0.0001		

Source: Adapted from Ahlborg et al.(1994)

non-ortho PCBs)를 분리하여 정량 할 수 있다¹¹⁻¹³⁾.

본 연구에서는 carbon류에 속하는 Supelclean ENVI-Carb 대신에 값이 싸고 구입이 편리한 Activated carbon을 사용하여 이들 poly-ortho, mono-ortho, 및 non-ortho PCBs를 분리 정량할 수 있는지에 대하여 연구하였으며, Activated carbon을 사용하여도 충분히 분리 정량할 수 있음을 알았다.

2. 실험

2.1. 시약 및 시약의 전처리

PCBs 표준용액으로는 PCB Calibration Check Solution(C- CCSEC, AccuStandard[®] Inc)와 PCB Congener Content Evaluation Mix 2(AE-00060, AccuStandard[®] Inc) 및 CEN PCB Congener Mix 1(Cat. No. 47927, Supelco Co.)를 사용하였다. 추출 용매로는 n-hexane(J. T. Baker) 및 Toluene(J. T. Baker)을 사용하였다.

activated carbon은 Junsei Co.(특급), 그리고 Celite 545-AW는 Supelco Co로부터 구입하였으며, silica gel G 60(70~230mesh ASTM, Merk)과 플로리실(Florisil PR, Wako Pure Chemical Industries, Ltd.)은 모두 PRA(pesticide residue analysis)등급을 사용하였고, Na₂SO₄, NaOH, H₂SO₄는 Kanto Co.(특급)에서 구입하여 사용하였다.

Silica gel, Florisil 및 Na₂SO₄는 dichloromethane으로 12시간 동안 정제되었으며, silica gel과 Florisil은 150°C에서 16시간 동안, 그리고 Na₂SO₄는 120°C에서 12시간 동안 건조시켰다. 여기서 silica gel과 Florisil은 30% H₂O(w/w)을 가하고 30분 동안 shaker에서 흔들어 활성화시킨 후 사용하였다. Activated carbon은 toluene으로 씻은 후 다시 acetone으로 씻고 사용하기 전에 150°C에서 2시간 동안 건조시켰다. Celite 545-AW는 dichloromethane에 12시간 동안 정제하고 130°C에서 6시간 건조한 후 사용하였다. H₂SO₄와 NaOH

는 더 이상 정제하지 않고 사용하였다.

앞에서 처리된 Activated carbon과 Celite 545AW를 동일한 양으로 섞은 혼합물을 4g을 취하여 glass column(내경 10 mm, 길이 250 mm)에 채우고 n-hexane으로 충분히 적신다. glass column의 양쪽 끝에는 glass wool을 사용한다. glass column을 사용하기 전에는 항상 50 mL의 n-hexane으로 씻어준다. 또한 모든 유리 기구를 씻기 위해서는 cleaning solution으로 씻은 후, 유기물을 제거하기 위하여 다시 n-hexane과 acetone을 사용하였다.

2.2. 기기

PCBs 분석을 위해서 전자포획 검출기(⁶³Ni Electron Capture Detector)가 부착된 Gas Chromato-graphy (Hewlett Packard Model 5890)를 사용하였으며 column은 HP-5MS(5% phenyl methyl siloxane)로 25 m × 0.2 mm i.d., 0.33 μm film thickness 인 capillary column을 사용하였다. injector temperature는 250°C, injection mode는 splitless이며, ECD detector temperature는 320°C이었다. Make-up gas는 질소가스를 사용하였고, carrier gas로는 helium gas를 사용하였다. 분석조건은 90°C에서 3분간 유지시키고, 20°C/min로 180°C까지 증가시키고 8분 동안 유지시킨다. 그리고 2°C/min으로 280°C까지 증가시켜 5분 동안 유지시킨다. PCBs의 정량을 위한 분석조건은 Table 2에서와 같다.

2.3. 시료 전처리

시료를 자연 건조시키고, 분쇄하여 표준체(850mesh)에 통과한 일정량의 시료(30 g)를 1M KOH-EtOH용액 100 mL로 2시간 동안 알칼리 분해시킨 후, glass membrane filter를 사용하여 여과하고, 여액을 분액 깔대기에 옮기고 일정량의 물(50mL)을 가한 다음 n-hexane 100 mL씩으로 분취하여 시료중의 유기 성분을 3번 추출한다.

분액 깔대기에 추출한 추출액을 모으고 con-H₂SO₄으

Table 2. Analytical Conditions of GC/ECD for PCBs.

구 분	분석조건
Column	HP-1(Crosslinked Methyl Silicon Gum) 25 m × 0.2 mm (I.D. 0.33 μm F.T.)
Injector temp.	250°C
Injection mode	Splitless
ECD detector temp.	300°C
Carrier gas	N ₂ at 1.1mL/min
Oven temp. Program	80°C(3min)→30°C/min→190°C(1min)→6°C/min→280°C(10min)

로 처리하고, 산처리한 n-hexane 용액을 Kuderna-Danish concentrator를 사용하여 3 mL로 농축하고 초고순도의 질소로 1 mL까지 농축하였다. 남아있는 지방을 제거하기 위하여, 내경 1 cm에 길이 25 cm인 glass column에 2.5 g florasil을 채운 후 그 위에 30% 물로 deactivation된 silica gel¹⁴⁾ 2.5 g을 채우고 다시 그 위에 무수황산나트륨 2 g을 차례로 채운 다음 사용 전에 50ml n-hexane으로 씻어준 다음 시료 정제에 사용하였다. 그리고 Toxic Mono- and Non-ortho PCB를 분리하기 위해 glass column에 Activated carbon/Celite 545-AW 혼합물을 4g을 채우고 사용 전에 50ml n-hexane으로 씻은 후 사용하였다. 용리액은 n-hexane 250mL로 초당 한 방울씩 용리시켰다. 용리액을 다시 Kuderna-Danish concentrator로 농축한 후 최종적으로 질소가스를 사용하여 1 mL까지 농축하여 GC-ECD로 분석하였다.

3. 결과 및 고찰

PCB congeners들의 독성의 정도를 나타내는 수치를 TEFs 값으로 나타낼 수 있으며, 일반적으로 PCBs를 non-ortho PCBs, mono-ortho PCBs 및 poly-ortho PCBs(di-, tri-, tetra-, penta-, hexa- 등)로 나누면, 독성의 크기는 non-ortho PCBs > mono-ortho PCBs > poly-ortho PCBs의 경향성을 갖는다. TEFs 값에 따르

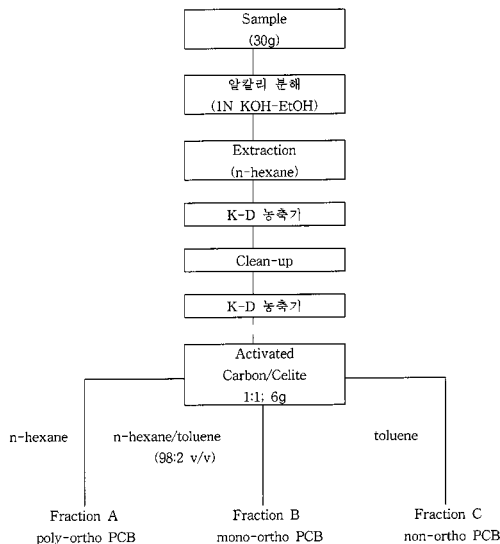


Fig. 1. Sample clean-up procedure for the determination of PCBs including on a Activated carbon/Celite 545-AW column.

면 non-ortho PCB congeners인 IUPAC No 169와 126은 mono-ortho PCB congeners보다 대략 100~1000배 정도 더 크며, poly-ortho PCB congeners보다는 10000배 이상 큰 것으로 알려져 있다. 그러므로 이들을 분리하여 정량하는 것이 매우 중요하다.

Activated carbon/Celite 545-AW column을 통하여 poly-ortho, mono-ortho와 non-ortho PCBs를 분리 정제하기 위하여 EPA에서 권장하는 PCB congeners 중 20개의 congeners와 4개의 다른 PCB congeners를 포함한 24개의 PCB congeners(IUPAC No: 8, 18, 28, 31, 44, 52, 66, 77, 101, 105, 118, 126, 128, 138, 149, 153, 169, 170, 180, 187, 194, 195, 206, 209)를 표준물질로 사용하였다. 24개의 PCBs congeners 표준물질은 16개의 poly-ortho PCBs, 5개의 mono-ortho PCBs 및 3개의 non-ortho PCBs를 포함하고 있다.

우선 24개의 PCBs 표준물질을 Activated carbon/Celite 545-AW 컬럼을 통과시키기 전 단계까지 처리한 후에 GC/ECD에 주입하여 분리한 크로마토그램은 Fig. 2에서와 같다. 이 크로마토그램으로부터 각각의 congener들에 대한 머무름 시간(Rt)를 얻었다(Table 3). Fig. 2에서는 볼 수 있듯이 22개의 봉우리만이 나타난다. 이것은 2개의 PCB congeners들이 다른 congeners들과 같은 머무름 시간에서 겹쳐 나타나고 있음을 알았다. 이러한 봉우리의 겹침은 여러 문헌에서 보고된 바 있다¹⁵⁻¹⁶⁾. 이들 봉우리들은 적절한 조건(column 충전제, 용리액 등)을 이용하면 분리할 수도 있다.

Activated carbon/Celite 545-AW 컬럼을 사용하여 24개의 PCB congeners 표준물질을 spike하고 n-hexane 10 mL씩 100 mL까지 용리 시켰을 때 검출되

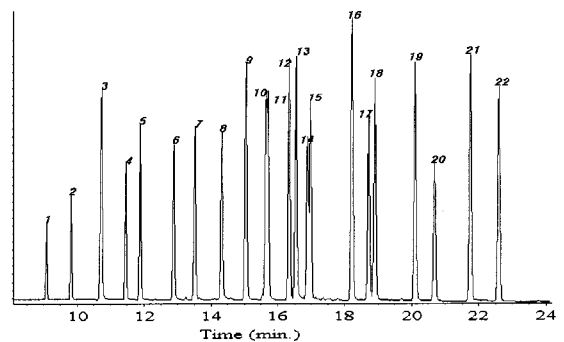


Fig. 2. Chromatogram for PCB standards(24 PCB congeners).

Table 3. PCB congeners of the peaks in Figure 2

No. of Peaks	Polychlorinated Biphenyls			
	IUPAC No.	Ret Time	Structure	M.W.
1	8	9.083	2,4'-	222.0
2	18	9.825	2,2',5-	256.0
3	31	10.731	2,4',5-	256.0
	28		2,4,4'-	256.0
4	52	11.463	2,2',5,5'-	289.9
5	44	11.893	2,2',3,5'-	289.9
6	66	12.895	2,3',4,4'-	289.9
7	101	13.530	2,2',4,5,5'-	323.9
8	77	14.336	3,3',4,4'-	289.9
	118		2,3',4,4',5-	323.9
9	149	15.065	2,2',3,4',5',6-	357.8
	105		2,3,3',4,4'-	323.9
11	153	15.722	2,2',4,4',5,5'-	357.8
12	138	16.365	2,2',3,4,4',5'-	357.8
13	126	16.569	3,3',4,4',5-	323.9
14	187	16.918	2,2',3,4',5,5',6-	391.8
15	128	17.004	2,2',3,3',4,4'-	357.8
16	180	18.251	2,2',3,4,4',5,5'-	391.8
17	169	18.756	3,3',4,4',5,5'-	357.8
18	170	18.940	2,2',3,3',4,4',5-	391.8
19	195	20.163	2,2',3,3',4,4',5,6-	425.8
20	194	20.745	2,2',3,3',4,4',5,5'-	452.8
21	206	21.807	2,2',3,3',4,4',5,5',6-	459.7
22	209	22.655	2,2',3,3',4,4',5,5',6,6'-	493.7

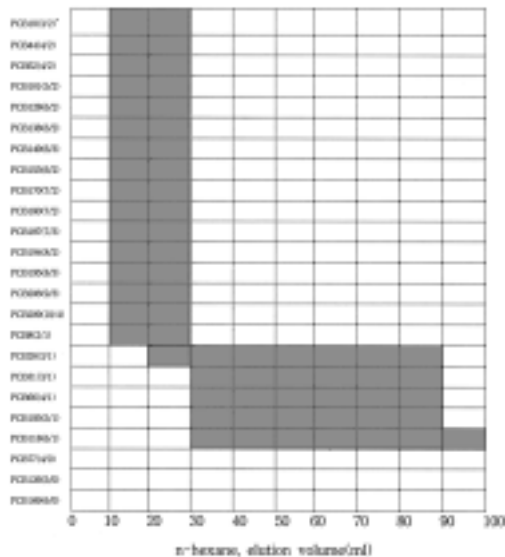


Fig. 3. Elution profile PCB congeners on activated carbon/Celite 545-AW column(0-100 ml, n-hexane). *abbreviation in brackets (a/b) lists firstly the degree of chlorination(a) and secondly the number of ortho-chloro substituents(b)¹⁷⁾

어지는 PCB congeners들의 elution profile은 Figure 3에서와 같다. Fig. 3에서 볼 수 있듯이 n-hexane 30 mL까지 용리 되었을 때 검출된 PCB congeners들은 poly-ortho PCB congeners들 모두와 2개의 mono-ortho PCB congeners(PCB 8과 PCB 28)들을 포함하고 있다. 그리고 100 mL까지 용리 되었을 때 모든 mono-ortho PCB congeners들 까지 검출되었다. 그러나 non-ortho PCB congeners들은 검출되지 않았다. 그러므로 Activated carbon/Celite 545-AW 컬럼 조건 하에서 poly-ortho PCB congeners들을 용리시키기 위해서는 n-hexane 30 mL가 필요함을 알았다. n-hexane 30 mL를 용리시켜 얻은 크로마토그램은 Fig. 4와 같다. 이 크로마토그램으로부터의 PCB congeners들은 Table 4에서와 같다.

Activated carbon/Celite 545-AW 컬럼에 다시 24개의 PCB congeners 표준물질을 spike한 후 n-hexane 30 mL로 용리시킨 후, 다시 n-hexane/toluene(98:2)으로 10 mL씩 100mL까지 용리시키면 elution profile은 Fig. 5에서와 같으며, 20 mL의 n-hexane/toluene(98:2)

Table 4. PCB congeners of the peaks in Figure 4.

No. of Peaks	polychlorinated biphenys			
	IUPAC No.	Ret. Time	Structure	M.W.
1	8	9.083	2,4'-	222.0
2	18	9.825	2,2',5'-	256.0
3	28	10.731	2,4',5'-	256.0
4	52	11.463	2,2',5,5'-	289.9
5	44	11.893	2,2',3,5'-	289.9
7	101	13.530	2,2',4,5,5'-	323.9
9	149	15.065	2,2',3,4',5',6'-	357.8
11	153	15.722	2,2',4,4',5,5'-	357.8
12	138	16.365	2,2',3,4,4',5'-	357.8
14	187	16.918	2,2',3,4',5,5',6'-	391.8
15	128	17.004	2,2',3,3',4,4'-	357.8
16	180	18.251	2,2',3,4,4',5,5'-	391.8
18	170	18.940	2,2',3,3',4,4',5'-	391.8
19	195	20.163	2,2',3,3',4,4',5,6'-	425.8
20	194	20.745	2,2',3,3',4,4',5,5'-	452.8
21	206	21.807	2,2',3,3',4,4',5,5',6'-	459.7
22	209	22.655	2,2',3,3',4,4',5,5',6,6'-	493.7

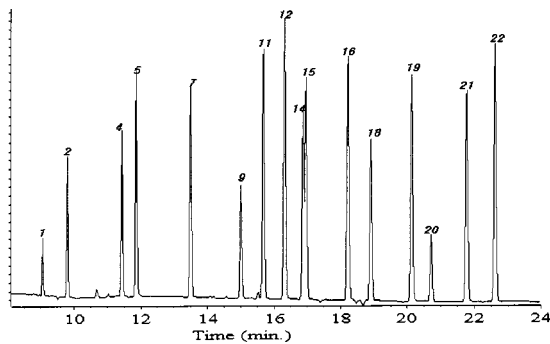


Fig. 4. Chromatogram of PCB standards eluted with 30 mL n-hexane on Activated carbon/Celite 545-AW.

용리하였을 때 mono-ortho PCB congeners들만이 검출되었다. 그러나 n-hexane/toluene(98:2) 하에서 100 mL까지 용리시켜도 non-ortho PCB congeners들은 검출되지 않았다. 그러므로 n-hexane/toluene(98:2) 20 mL까지 흘러 받아 얻은 크로마토그램은 Fig. 6에서와 같으며, 이 크로마토그램으로부터의 PCB congeners들은 Table 5에서와 같다. Fig. 6에서 보는바와 같이 4개의 봉우리만이 검출되는데 3번 봉우리는 PCB 28과 31을 분리하지 못하고 같은 머무름 시간을 갖게 된다.

Activated carbon/Celite 545-AW 컬럼에 또 다시 24개의 PCB congeners 표준물질을 spike한 후 n-hexane 30 mL로 용리시키고, 다시 n-hexane/toluene (98:2)으

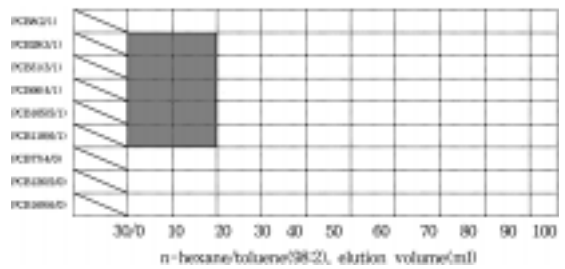


Fig. 5. Elution profile PCB congeners on activated carbon/Celite 545-AW column. (0-100 ml, n-hexane/toluene after elution of 30ml of n-hexane).

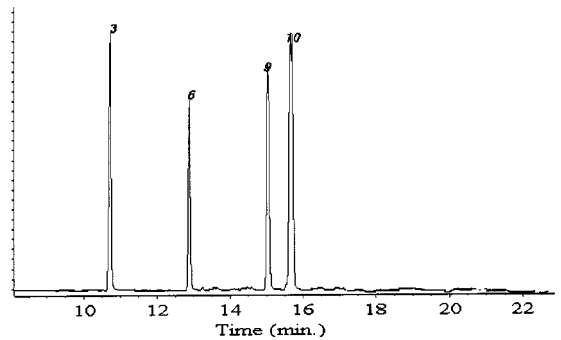


Fig. 6. Chromatogram of PCB standards eluted with 20 mL n-hexane/toluene after elution of 30 mL n-hexane on Activated carbon/Celite 545-AW.

로 20 mL을 용리시키고 난 후, toluene으로 10 mL씩 100 mL까지 용리시켰다. 이 때의 elution profile은

Table 5. PCB congeners of the peaks in Figure 6.

No. of Peaks	polychlorinated biphenyls			
	IUPAC No.	Ret. Time	Structure	M.W.
3	31	10.731	2,4',5-	256.0
	28		2,4,4'	256.0
6	66	12.895	2,3',4,4'	289.9
9	118	15.065	2,3',4,4',5-	323.9
10	105	15.671	2,3,3',4,4'	323.9

Table 6. PCB congeners of the peaks in Figure 8.

No. of Peaks	polychlorinated biphenyls			
	IUPAC No.	Ret. Time	Structure	M.W.
8	77	14.336	3,3',4,4'	289.9
13	126	16.569	3,3',4,4',5-	323.9
17	169	18.756	3,3',4,4',5,5'	357.8

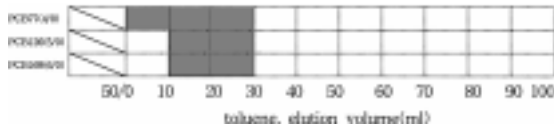


Fig. 7. Elution profile of PCB congeners on Activated carbon/Celite 545-AW column. (0-100 ml, toluene after elution of 30 ml of n-hexane and 20 ml n-hexane/toluene).

Fig. 7과 같으며, 30mL toluene으로 용리시켰을 경우 모든 non-ortho PCB congeners들은 모두 용출되었다. 그러므로 toluene을 30 mL까지 흘려 얻은 크로마토그램은 Fig. 8에서와 같으며, 이 크로마토그램으로부터의 PCB congeners들은 Table 6에서와 같다.

Sediment의 PCBs의 회수율을 측정하기 위해 sediment에 total PCBs의 표준물질(PCB Calibration check solution) 0.5 mg/kg 및 1.0 mg/kg이 되도록 첨가하여 회수율 측정용 표준용액(n=3)을 제조하여 시료 전처리 방법에 따라 처리하였다. 그 결과 얻은 회수율(mean±S.D.)은 86.9±1.9%였으며 Activated carbon/Celite 545-AW 컬럼에 PCBs(poly-ortho, mono-ortho, non-ortho)을 분리한 후 회수율은 각각 86.7±1.5%, 82.2±1.7%, 85.8±1.4%이었다.

서해안 일부(서산, 태안, 안산)의 연안 퇴적물 시료를 채취하여 상온 건조시켜 n-hexane으로 추출하고 농축하여 GC/ECD로 분리 정량하였으나 PCBs는 검출되지 않았다. 다시 GC/MSD로 확인하였으나 PCBs는 검출되지 않았다.

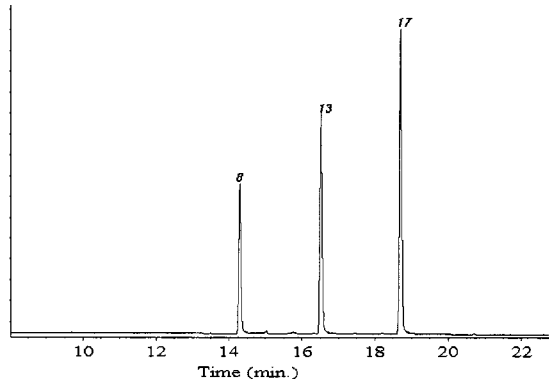


Fig. 8. Chromatogram of PCB standards eluted with 20 mL toluene after elution of 20 mL n-hexane/toluene and 30 mL n-hexane on Activated carbon/Celite 545-AW.

4. 결 론

Activated carbon/Celite 545-AW 컬럼을 통하여 poly-ortho, mono-ortho와 non-ortho PCBs를 분리 정제하기 위하여 EPA에서 권장하는 PCB congeners 중 20개의 congeners와 4개의 다른 PCB congeners를 포함한 24개의 PCB congeners(IUPAC No: 8, 18, 28, 31, 44, 52, 66, 77, 101, 105, 118, 126, 128, 138, 149, 153, 169, 170, 180, 187, 194, 195, 206, 209)를 표준물질로 사용하였다.

Activated carbon/Celite 545-AW 컬럼에 다시 24개의 PCB congeners 표준물질을 spike한 후 n-hexane

30 mL로 용리시켰을 때, poly-ortho PCB congeners 모두와 2개의 mono-ortho PCB congeners (PCB 8 과 PCB 28)가 분리되었다. 다시 n-hexane/toluene (98:2) 용리액으로 용리시켰을 경우 20 mL를 용리시키면 모든 mono-ortho PCB congeners들이 분리되었다. 그러나 mono-ortho PCB congeners들 중 PCB 28과 31은 우리의 실험조건에서는 분리할 수 없었고, non-ortho PCB congeners는 검출되지 않았다. toluene 용리액으로 용리시켰을 경우 30 mL를 용리시키면 모든 non-ortho PCB congeners들이 모두 용리됨을 알 수 있었다. 그러므로 Activated carbon/Celite 545-AW 컬럼을 사용하면 2개의 mono-ortho PCB congeners (PCB 8과 PCB 28)를 제외하고는 poly-ortho PCB, mono-ortho PCB 및 non-ortho PCB congeners들을 분리 정량할 수 있다.

서해안 일부(서산, 태안, 안산)의 연안 퇴적물 시료를 채취하여 상온 건조시켜 n-hexane으로 추출하고 농축하여 GC/ECD로 분리 정량하였으나 PCBs는 검출되지 않았다. 다시 GC/MSD로 확인하였으나 PCBs는 검출되지 않았다.

참고문헌

- 1) S. H. Safe, *Critical Rev. Toxicol.*, **1994**, 24(2), 87-149.
- 2) A. D. Kok, R. B. Geerdink and R. W. Frei, *Intern. J. Environ. Anal. Chem.*, 1981, 9, 301-318.
- 3) R. A. Rapaport and S. J. Eisenreich, *Environ. Sci. Technol.*, **1986**, 18, 163-170.
- 4) M. D. Erickson, *Analytical Chemistry of PCBs*, **1992**, 10-13, J. Stein, Lewis Publishers, U.S.A.
- 5) P. D. Voogt, D. E. Wells, etc., *Int. J. Environ. Anal. Chem.* **1990**, 40, 1-46.
- 6) S. Safe and C. R. C. *Critical. Rev. Toxicol.* **1990**, 21, 51.
- 7) S. H. Safe, *Critical. Rev. Toxicol.* **1994**, 24, 1.
- 8) U. G. Ahlborg, G. C. Becking, L. S. Birnbaum, A. Brouwer, H. J. G. M Derks, M. Feeley, G. Golor, A. Hanberg, J. C. Larsen, A. K. D. Liem, S. H. Sage, Ch. Schlatter, F. Waern, M. Younes and E. Yrianheikki, *Chemosphere* **1994**, 28, 1049.
- 9) T. R. Schwartz, D. E. Tillitt, K. P. Feltz and P. H. Peterman, *Chemosphere*, **1993**, 26, 1443-1460.
- 10) M. D. Erickson, *Analytical Chemistry of PCBs*, **1992**, 45-50, J. Stein, Lewis Publishers, U.S.A.
- 11) C. Natzeck, B. Luckas, J. Buyten and G. Moskopp, *Organo-halogen Compounds*, **1993**, 11, 143.
- 12) C. Weistrand and K. Noren, *J. Chromatogr.* **1993**, 630, 179.
- 13) C. Natzeck, W. Vetter, B. Luckas, G. Moskopp and J. Buijten, *J. Chromatogr.* **1995**, 41, 9.
- 14) H. Steinwandter and H. Schluter, *Dtsch. Lebensm. Rundsch.*, **1978**, 74, 139.
- 15) J. H. Jeoung, M. E. Koo, H. J. Kim and G. H. Jeoung, *Journal of the Korea Society for Environmental Analysis*, **1999**, 2, 7.
- 16) D. L. Bedard and R. J. May, *Environ. Sci. Technol.*, **1996**, 30, 237245.
- 17) W. Vetter, B. Luckas, F. Biermans, M. Mohnke and H. Rotzsche, *J. High Resolut. Chromatogr.*, **1994**, 17, 851.