

고상시료 중 다환방향족탄화수소류의 분석(II)

신선경

국립환경연구원 폐기물연구부 폐기물화학과

Analysis of Poly Aromatic Hydrocarbon in Solid Samples(II)

S. K. Shin

National Institute of Environmental Research,
Inchon 404-170, Korea

The extraction of solid samples was performed to establish the analytical method of PAHs in environmental samples. The recovery efficiency of the soxhlet, accelerated solvent and microwave extraction were surveyed 64~120%, 68~100% and 22~81%, but the highest recoveries were obtained the dichloromethane(89, 90, 75%) and dichloromethane:methanol(10:1)(96, 94, 81%) in these three methods. The extraction recoveries of soxhlet and accelerated solvent extraction methods were surveyed high recovery efficiency compared to the microwave extraction method but the microwave extraction method can be used very easily. To establish the analytical method of the PAHs in the solid samples, the samples were extracted with the dichloromethane and dichloromethane:methanol(10:1) in the soxhlet, and eluted with 100B¢ of the 10% dichloromethane:n-hexane. Two(A and B) different kinds of the methods were applied to the soil and waste samples. As the result, the internal standards recoveries were obtained 93~94%, therefore the established methods can be used to analyzed the PAHs in the environmental samples.

1. 서 론

다이옥신류(PCDDs/PCDFs), 다환방향족탄화수소류(PAHs), 폴리클로리네이티드비페닐류(PCBs) 등 환경중으로 배출되는 많은 종류의 유기오염물질들이 그들의 독성으로 인해 환경잔류성 유기오염물질(persistent organic pollutants)로 알려져 있다¹⁾. 다환방향족탄화수소류(Polycyclic Aromatic Hydrocarbons, PAHs)는 두 개 이상의 방향족고리를 포함하고 있는 유기화합물로 100종류이상의 PAHs가 대기 입자상 물질 및 석탄연소 부산물에서 확인되었으며, 수 백 여종의 개별물질이 불완전연소 혹은 유기물의 열분해로 발생되어 인체에 영향을 미치는 환경오염 물질로 알려져 있다. 또한, 이들 물질은 석탄연소 배출물, 자동차 배출가스, 자동차 폐오일, 담배연기와 같은 여러 환경매체에 함유된 PAHs가 발암잠재성이 있음이 밝혀져 이들 PAHs 중 몇몇 물질을 우선대상물질로 하여 미국 EPA(16종) 및 WHO(33종)등에서 관리하고 있다^{2,3,4)}.

본 연구에서는 PAHs의 분석법을 확립하기 위해 전처리 방법에 대한 실험을 수행하였으며, 확립된 분석법을 이용하여 실제 환경시료인 토양 및 폐기물 시료를 분석하였다.

2. 실험

고상시료 중 PAHs는 가스크로마토그래프/질량분석계(GC/MSD, Varian 3400CX)를 이용하여 분석하였다⁵⁾.

3. 결과 및 고찰

3.1. 용매 종류에 따른 추출효율

고상시료 중 PAHs의 분석법을 확립하고자 속실험 추출법(soxhlet extraction), 가속용매추출법(accelated solvent extraction, ASE) 및 초음파 추출법(microwave extraction)을 이용한 용매종류별 회수율 실험을 수행하였다.

현재 시료의 추출은 속실렛 추출법이 가장 널리 사용되고 있다^{6,7)}. 그러나 이 방법은 추출 효율은 높은 반면에 많은 유기용매의 사용과 추출시간이 오래 걸리는 단점이 있다. 최근에 개발된 방법으로 가속용매추출법과 초임계유체 추출법이 있는데, 이들 추출법은 속실렛 추출법에 비해 유기용매를 적게 사용하고 추출시간이 단축된다는 장점이 있는 반면 높은 추출효율을 얻기 위해 온도 및 압력 조절에 주의해야 한다. 또한 용매의 선택에 영향을 크게 받으며, 약간의 수분이 있어도 회수율이 급격히 떨어지는 단점이 있는 것으로 알려져 있다. 초음파 추출법은 속실렛 추출법과 회수율의 차이는 별로 없으나, 추출시간이 가속 용매 추출법이나 초임계 유체 추출법 보다는 길지만, 속실렛 추출법 보다는 짧다.

초음파 추출법은 약간의 수분이 있더라도 회수율에는 영향이 적고, 복잡한 추출조건 없이 쉽게 추출을 할 수 있는 장점이 있는 것으로 알려져 있다.

본 연구에서 선정된 추출용매는 PAHs의 물리·화학적 특성 및 기존의 문헌 자료^{8~14)}를 토대로 디클로로메탄, n-헥산, 시클로헥산, 디클로로메탄:아세톤(1:1), 디클로로메탄:아세톤(10:1), n-헥산:아세톤(1:1) 및 디클로로메탄:메탄올(10:1)을 선정하여 실험을 수행하였다.

3.1.1 속실렛 추출법

속실렛 추출은 고상 시료를 풍건한 후 16시간 이상 (5cycle/hr) 추출하였으며, 용매별 추출효율은 다음의 Table 1과 같다. 용매별 추출효율은 64~120%의 범위로 이 중 톨루엔이 가장 높은 회수율을 나타내었으며, 톨루엔을 이용한 시료 추출결과를 GC/MSD 분석법인 EPA 8270에서 제시된 각 성분들의 회수율과 비교해 보면 fluorene, phenanthrene, pyrene 및 benzo(a)anthracene 등이 범위를 벗어나고, GC(FID)를 이용한 EPA 8310과 비교하면, benzo(a)anthracene, indeno(1,2,3-cd)pyrene, benzo(g,h,i)perylene 및 dibenzo(a,h)anthracene등이 회수율 범위를 벗어나는 것으로 나타나, 추출용매로 톨루엔을 이용한 분석법은 적합하지 않은 것으로 판단된다. 또한, 디클로로메탄은 89%로 나타났으며, 16종류의 각 성분들이 모두 75~94%의 범위로 비교적 높은 회수율을 나타내었다.

디클로로메탄:아세톤, n-헥산:아세톤, 톨루엔:메탄올 및 디클로로메탄:메탄올등의 혼합 용매의 평균 회수율은 약 60~98%로 나타났으며, 이 중 디클로로메탄:아세톤(1:1)이 가장 높은 평균 회수율을 나타내었다. 그러나, 디클로로메탄:아세톤 혼합용매의 경우 fluorene (136%, EPA 59~121%) 및 phenanthrene (137%, EPA 54~120%) 평균 회수율이 EPA 8270에서 정한 회수율 범위를 벗어나, 디클로로메탄:메탄올(10:1)의 혼합 용매만이 EPA의 회수율 범위를 모두 만족하는 결과를 보

Table 1. Recovery of soxhlet extraction using various solvents(%)

Compound	A	B	C	D	E	F	G	H
Naphthalene	87.82	63.70	55.27	90.91	93.05	73.12	55.04	58.27
Acenaphthylene	75.10	59.28	58.78	90.16	92.70	76.43	63.47	60.78
Acenaphthene	86.35	67.47	68.09	120.13	106.86	98.24	72.12	58.80
Fluorene	85.43	68.43	71.88	138.32	107.29	136.03	52.08	72.81
Phenanthrene	92.62	74.44	82.04	142.77	107.29	137.21	66.93	66.49
Anthracene	87.75	80.32	86.37	108.52	109.03	104.42	57.50	51.97
Fluorancene	93.21	81.97	85.21	134.30	101.00	131.43	79.66	56.48
Pyrene	93.53	83.91	84.87	121.44	97.69	118.81	77.20	55.84
Benzo(a)anthracene	92.64	92.98	81.08	140.63	87.89	129.10	101.93	69.52
Chrysene	93.64	91.10	81.33	137.41	87.76	125.35	90.03	59.72
Benzo(b)fluorancene	93.82	86.71	75.82	136.64	100.84	119.15	98.06	62.96
Benzo(k)fluorancene	92.66	96.69	74.45	136.05	99.41	118.71	109.84	63.53
Benzo(a)pyrene	88.73	88.46	70.64	90.89	95.47	75.97	89.92	61.88
Indeno(1,2,3-cd)pyrene	88.41	76.07	60.94	120.36	76.71	97.87	102.89	69.06
Benzo(g,h,i)perylene	91.50	90.09	68.35	98.20	84.05	83.21	101.63	71.50
Dibenzo(a,h)anthracene	85.63	77.47	65.55	117.48	91.33	90.36	101.23	72.87
Average	89.30	79.94	73.17	120.67	96.15	106.89	82.16	63.50

A; Dichloromethane, B; n-Hexane, C; Cyclohexane, D; Toluene, E; Dichloromethane:Methanol(10:1), F; Dichloromethane:Acetone(1:1), G; n-Hexane:Acetone(1:1), I; Toluene:Methanol(1:1)

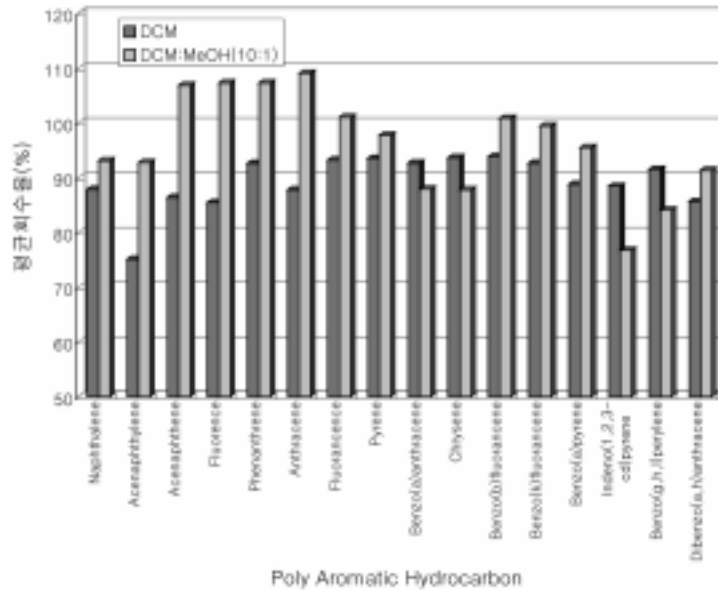


Fig. 1. The recoveries of dichloromethane and dichloromethane:methanol(10:1) in soxhlet extraction.

였다. 본 연구에서는 디클로로메탄과 디클로로메탄:메탄올을 이용한 속실렛 추출법으로 분석법을 선정하였으며, 본 방법을 토양 및 폐기물 시료에 적용하였다.

다음의 Fig. 1은 디클로로메탄과 디클로로메탄:메탄올 혼합 용매에 대한 각 성분별 회수율을 나타낸 것으로, 그림에서 보는바와 같이 naphthalene에서 pyrene의 8종과 benzo(b)fluorancnen, benzo(k)fluorancene, 및 dibenzo(a,h)anthracene 등의 회수율이 혼합용매에서 더 높게 나타났다.

3.1.2 가속용매 추출법

가속용매 추출법은 속실렛 추출법과는 달리 추출과정이 간단하여 초임계 유체 추출법과 같이 최근에 여

러 종류의 매질에 널리 응용되고 있는 추출법 중의 하나이다. 이 추출법은 추출용매를 적게 사용하고 추출시간이 짧으나, 온도 및 압력 등의 조건 및 적절한 용매의 선택이 중요한 인자로 작용하므로 분석조건은 다음의 Table 2에서 보는 바와 같이 기존의 자료^{15,16)}를 근거로 하여(100°C, 13Mpa에서 20분 추출), 다양한 종류의 용매를 가지고 실험을 수행하였다.

가속용매 추출법을 이용한 용매별 평균 회수율은 Table 3에서 보는바와 같이 68~100%의 범위로 이 중 톨루엔이 가장 높은 회수율을 나타냈고, n-헥산:아세톤이 가장 낮은 회수율을 나타냈다. 또한, 분석 결과를 GC/MSD 분석법인 EPA 8270 및 GC(FID) 분석법인 EPA 8310에서 제시한 각 성분들의 회수율과 비교해

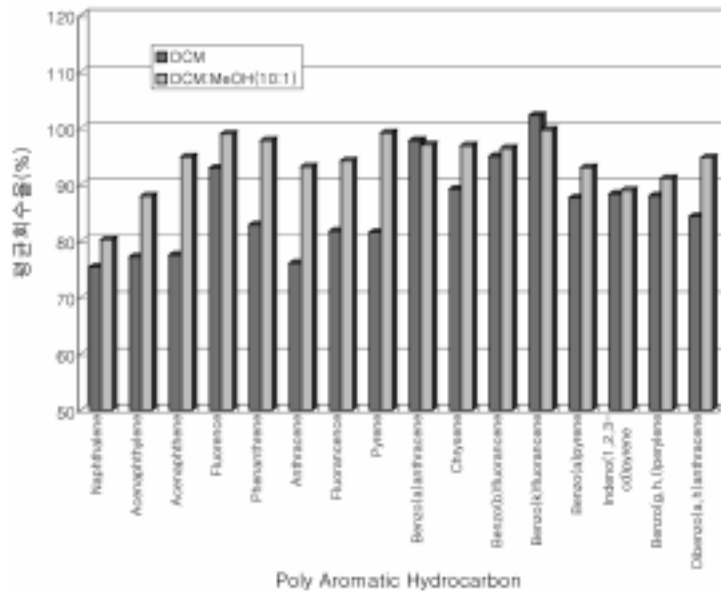
Table 2. Analytical data using ASE^{15,16)}

matrix	Compound	Analytical result
Soil	PAHs	<ul style="list-style-type: none"> Condition: 00°C, 13Mpa, Acetone:n-Hexane(1:1) Average recovery: 104.8%
Sediment	PCB	<ul style="list-style-type: none"> Condition: 100°C, 14Mpa, Acetone:n-Hexane(1:1), Comparison ASE to soxhlet: cannot have the difference between two method 100, 13Mpa, Acetone:n-Hexane(1:1) Average recovery: 98.2%
Soil	OCPs	<ul style="list-style-type: none"> Condition: 100°C, 13Mpa, Acetone:n-Hexane(1:1) Average recovery: 97.3%
Soil	Chlorinated Herbicide	<ul style="list-style-type: none"> Condition: 100°C, 13Mpa, Dichloromethane:Acetone(1:1) Average recovery: 112.9%

Table 3. Recovery of ASE using various solvents(%)

Compound	A	B	C	D	E	F	G	H
Naphthalene	75.33	54.34	63.84	68.81	80.18	84.23	51.85	56.13
Acenaphthylene	77.11	61.05	92.93	68.23	87.89	91.78	56.93	68.05
Acenaphthene	77.50	70.80	95.34	80.60	94.83	98.78	67.12	79.08
Fluorene	92.86	71.46	126.89	81.89	98.87	118.72	60.21	79.11
Phenanthrene	82.82	75.36	111.58	73.40	97.79	115.15	63.41	90.35
Anthracene	76.00	73.67	88.84	75.34	93.13	93.84	52.73	75.30
Fluorancene	81.72	83.08	101.50	74.48	94.18	104.41	64.93	90.31
Pyrene	81.47	84.87	100.76	73.81	99.11	103.15	64.41	89.15
Benzo(a)anthracene	97.76	86.15	117.71	70.50	96.95	114.91	77.89	109.62
Chrysene	89.21	86.54	103.57	70.38	96.82	103.79	71.16	96.48
Benzo(b)fluorancene	94.96	88.93	108.75	74.14	96.36	101.24	89.00	103.82
Benzo(k)fluorancene	102.23	90.66	119.26	72.50	99.64	106.64	90.61	110.41
Benzo(a)pyrene	87.61	87.53	104.81	67.91	92.99	95.56	70.68	100.90
Indeno(1,2,3-cd)pyrene	88.28	77.24	105.15	59.56	88.89	92.81	72.86	105.13
Benzo(g,h,i)perylene	87.93	84.04	99.95	63.27	91.08	93.83	72.70	101.87
Dibenzo(a,h)anthracene	84.26	87.97	98.86	65.44	94.68	90.63	71.81	102.46
Average	89.87	78.98	102.49	71.27	94.00	100.60	68.45	90.52

A; Dichloromethane, B; n-Hexane, C; Cyclohexane, D; Toluene, E; Dichloromethane:Methanol(10:1), F; Dichloromethane:Acetone(1:1), G; n-Hexane:Acetone(1:1), I; Toluene:Methanol(1:1)

**Fig. 2.** The recoveries of dichloromethane and dichloromethane:methanol(10:1) in ASE.

볼 때, 선정된 추출용매에서 16종의 PAHs는 모두 회수율 범위 내에 있는 것으로 조사되었다. 또한, 추출용매 중에서 디클로로메탄 및 디클로로메탄:메탄올(10:1)의 평균 회수율이 90% 및 94%로 다른 용매들에 비해 16종 PAHs 각 성분의 회수율이 높은 편이며, 각 성분들 사이의 회수율 차이도 비교적 적은 것으로 나타나,

디클로로메탄 및 디클로로메탄:메탄올(10:1)을 가속용매 추출법을 이용한 추출 용매로 선정하였다.

다음의 Fig. 2는 디클로로메탄과 디클로로메탄:메탄올(10:1) 혼합용매에 대한 각 성분별 회수율을 나타낸 것으로, 그림에서 보면 naphthalene, acenaphthylene, acenaphthene, fluorene, phenanthrene, anthracene,

fluorancene 및 pyrene과 같이 비교적 분자량이 작은 성분의 경우에는 디클로로메탄:메탄올(10:1)의 혼합용매가 높은 회수율 나타내고 있으나, 분자량이 큰 성분은 디클로로메탄과 디클로로메탄:메탄올(10:1) 두 용매에서 회수율의 차이가 없는 것으로 나타났다.

3.1.3 초음파 추출법

초음파 추출법은 속실렛 추출법과는 달리 추출과정이 간단하여, 최근에 여러 종류의 매질에 널리 응용되고 있는 추출법 중의 하나이다. 또한, 속실렛 추출법과 회수율에서 차이가 거의 없고 추출시간도 짧을 뿐만 아니라, 약간의 수분이 있어도 회수율에 큰 영향이 없고 복잡한 추출조건 없이도 추출할 수 있는 방법으로 알려져 있다.

본 실험에서 초음파 추출법은 15분씩 2회 추출(40°C)하였으며, 용매별 회수율은 Table 4에서 보는바와 같이 22~81%의 범위로 n-헥산이 가장 낮고, 디클로로메탄:메탄올(10:1)이 가장 높은 것으로 나타났으며, 속실렛 및 가속용매 추출법 등의 다른 고상 추출법에 비해 낮은 회수율을 나타냈다. 또한, 분석결과를 GC/MSD 분석법인 미국 EPA 8270방법과 각 물질의 회수율 결과를 비교하면, n-헥산의 경우 naphthalene, acenaphthylene, acenaphthene, anthracene 및 fluorancene을 제외한 나머지 성분들이 검출범위를 만족하지 못하

였고, 시클로헥산은 naphthalene, benzo(b)fluorancene, benzo(k)-fluorancene, benzo(a)-pyrene, benzo(g,h,i)perylene 및 dibenzo(a,h)-anthracene 등이 검출범위를 만족하지 못하였으며 톨루엔:메탄올 혼합용매는 naphthalene이 검출범위를 벗어난 것으로 나타났다.

그러나, 디클로로메탄과 디클로로메탄:메탄올(10:1)을 이용한 결과는 표에서 보는바와 같이 선정 대상물질 16종의 평균 회수율이 75% 및 81%로 나타났고, EPA 분석법에서 정하고 있는 검출범위도 모두 만족하는 것으로 나타났다. 다음의 Fig. 3은 이들 용매에 대한 각 성분별 회수율을 나타낸 것으로, 그림에서 보는 바와 같이 디클로로메탄:메탄올(10:1)이 16종의 PAHs 모두 디클로로메탄 보다 약간 높은 회수율을 나타내었다.

3.2. 추출법 비교

속실렛 추출법, 가속용매 추출법 및 초음파 추출법을 비교해본 결과, 사용 용매에 따라 평균 회수율이 64~120%, 68~100% 및 22~81%로 추출방법에 따라 차이가 있는 것으로 나타났으나, 3가지 방법 모두 디클로로메탄(89, 90, 75%) 및 디클로로메탄:메탄올(10:1)(96, 94, 81%) 용매가 높은 회수율을 얻을 수 있는 것으로 나타났다.

또한, 속실렛 및 가속용매 추출법은 추출 효율이 높고, 선정 용매별 회수율에 차이점이 없었으나, 초음파

Table 4. Recovery of microwave using various solvents(%)

Compound	A	B	C	D	E	F	G	H	I
Naphthalene	65.14	35.54	5.58	32.31	71.15	35.92	5.94	66.05	84.12
Acenaphthylene	77.88	38.96	46.92	57.17	72.52	46.10	39.78	65.01	83.27
Acenaphthene	85.87	50.74	67.19	57.19	79.41	55.64	43.73	77.44	80.41
Fluorene	85.50	42.99	71.08	64.83	77.67	54.30	50.19	68.85	87.79
Phenanthrene	80.06	41.51	58.37	65.08	71.16	58.47	66.68	61.06	82.42
Anthracene	79.37	37.43	58.32	62.50	72.59	61.60	39.93	61.72	81.35
Fluorancene	74.38	31.99	41.38	57.71	66.83	65.69	50.23	55.90	80.22
Pyrene	75.02	36.68	46.80	56.22	67.46	69.11	51.08	56.17	82.38
Benzo(a)anthracene	76.19	14.69	21.31	56.23	70.78	79.96	66.81	57.68	85.57
Chrysene	76.33	11.45	17.04	52.97	71.16	79.85	59.77	57.98	85.43
Benzo(b)fluorancene	76.41	3.83	6.68	53.52	65.28	81.03	71.83	59.19	81.40
Benzo(k)fluorancene	69.25	5.21	7.66	56.16	69.29	74.69	75.27	55.70	81.46
Benzo(a)pyrene	66.34	4.35	5.88	52.60	64.06	72.28	69.42	54.70	77.42
Indeno(1,2,3-cd)pyrene	64.64	0.00	2.55	57.55	67.61	61.31	84.04	54.44	73.93
Benzo(g,h,i)perylene	79.94	0.010	0.00	59.08	78.02	72.50	85.82	64.63	80.17
Dibenzo(a,h)anthracene	64.77	0.00	0.00	57.13	64.15	57.07	84.57	60.70	68.70
Average	74.51	22.21	28.55	56.00	70.57	64.10	59.07	61.08	81.01

A; Dichloromethane, B; n-Hexane, C; Cyclohexane, D; Toluene, E; Dichloromethane:Methanol(10:1), F; Dichloromethane:Acetone(1:1), G; n-Hexane:Acetone(1:1), I; Toluene:Methanol(1:1)

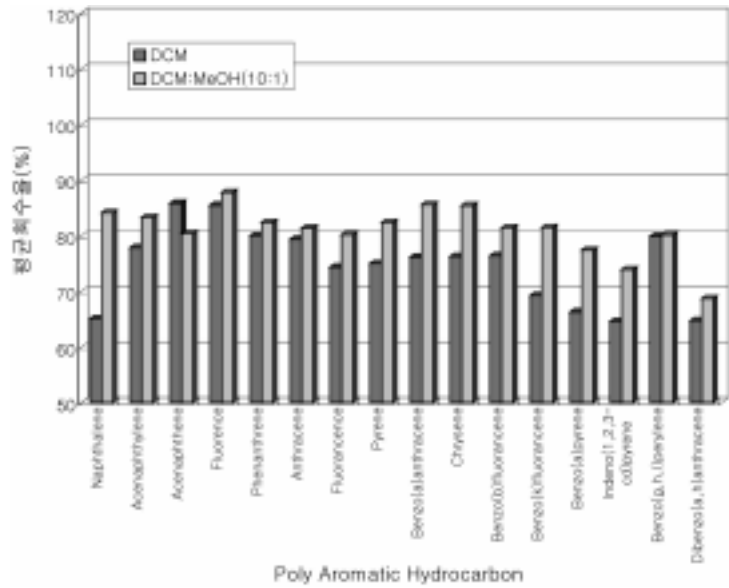


Fig. 3. The recoveries of dichloromethane and dichloromethane:methanol(10:1) in microwave

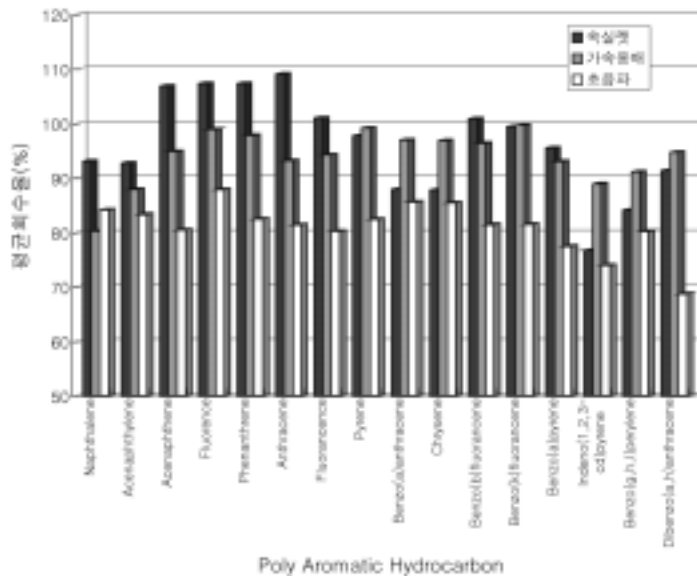


Fig. 4. Comparison the solid extraction method using dichloromethane: methanol(10:1)

추출법은 속실텟 및 가속용매 추출법에 비해 낮은 회수율을 나타내었다. 그러나, 초음파 추출법은 복잡한 추출 조건이 없이 쉽게 추출할 수 있는 등의 장점이 있으므로, 각 시료 추출법의 장·단점을 고려하여 시료 분석시 적절한 용매의 선정 및 분석법을 선정하여 실험을 수행하면 높은 회수율을 얻을 수 있을 것으로 판단된다.

다음의 Fig. 4는 이들 용매 중 디클로로메탄:메탄올(10:1)을 이용하여 고상시료 추출법의 평균 회수율을 비교한 것이다. 그림에서 보는바와 같이 naphthalene, acenaphthylene, acenaphthene, fluorene, phenanthrene, anthracene, fluorance 및 pyrene과 같이 비교적 분자량이 낮은 경우에는 속실텟 추출법이 더 높은 회수율을 나타내고 있으며, benzo(a)anthracene에서 dibenzo

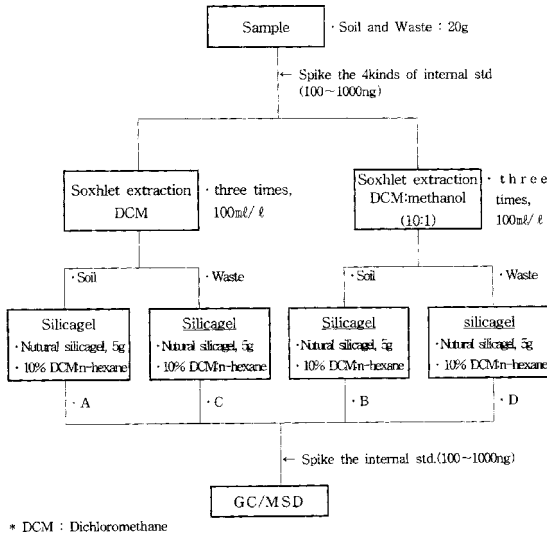


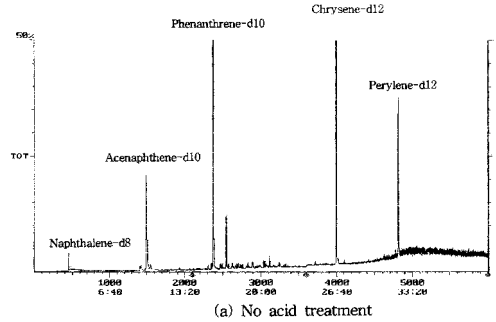
Fig. 5. Analytical method of PAHs in solid sample.

(a,h)anthracene의 8종의 분자량이 큰 PAHs에서는 가속용매 추출법이 더 효과적인 것으로 조사되었다.

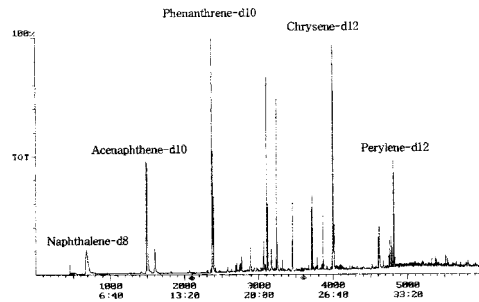
3.3. 폐기물 및 토양 시료 중 PAHs의 분석법

토양 및 폐기물 등 고상시료의 시료 추출법에 대해서는 앞에서 이미 고찰되었으므로, 이 장에서는 속실판 추출법에 실제시료를 적용하여 실험한 결과를 고찰하였다. 본 연구에서는 액/액 추출법에서와 마찬가지로 비극성용매인 디클로로메탄 및 혼합용매인 디클로로메탄:메탄올(10:1)을 사용하여 16시간 이상 추출하였으며, 10% 디클로로메탄:n-헥산을 용출 용매로 한 실리카겔 정제과정 후 GC/MSD로 분석하였다.

다음의 Fig. 5는 고상시료 중 PAHs의 분석과정을



(a) No acid treatment



(b) Acid treatment with 2N HCl

Fig. 6. Chromatogram of waste sample

도표로 나타낸 것이며, 실제 시료로는 토양 및 조각재를 사용하여, 시료 전처리과정 중 산처리 과정의 유무에 따른 회수율 결과도 조사한 결과를 다음의 Table 5에 나타내었다. 표에서 보는바와 같이 토양시료에서 얻은 내부표준물질의 회수율은 2N HCl로 산처리를 하지 않은 경우에 81~108%로 나타났으며, 조각재의 경우 내부표준물질의 회수율이 산처리를 하지 않은 경우는 85~106%로, 산처리를 한 경우는 82~100%로 산처리 유무에 따른 회수율에는 큰 차이가 없는 것으로 조사되었다.

Table 5. Internal standard recovery in soil and waste using soxhlet extraction(%)

Internal standard	Soil			Waste	
	A	B	C	D	E
Naphthalene-d8	88.17	91.59	89.14	87.97	88.76
Acenaphthene-d10	80.01	81.75	87.23	88.98	89.89
Phenanthracene-d10	99.97	107.93	99.86	105.65	104.43
Crysene-d12	101.24	108.23	102.64	99.83	99.98
Perylene-d12	80.48	82.00	84.35	85.34	82.14
Average recovery	89.97	94.30	92.64	93.55	93.04

1. A method: extraction with dichloromethane/elution with 10% dichloromethane:n-hexane 100 ml
2. B method: extraction with dichloromethane:methanol(10:1)/elution with 10% dichloromethane:n-hexane 100 ml
3. C method: extraction with dichloromethane/10% 디클로로메탄:n-헥산 100 ml 용출
4. D method: extraction with dichloromethane:methanol(10:1)/elution with 10% dichloromethane:n-hexane 100 ml
5. E method: same as D method and contained the acid treatment with 2N-HCl

그러나, Fig. 6에서 보는바와 같이 실제 환경시료에서 산처리 하지 않은 경우 시료에서 분석대상항목의 물질들이 거의 검출되지 않았으나, 산처리를 한 경우에는 몇몇의 물질들이 검출되어, 산처리 유무가 대상물질의 검출에 영향을 미치는 것으로 조사되었다. 그러므로, 고상시료 중 유기물질을 분석하는 경우에는 고상물질의 구조를 개방시키기 위한 산처리를 하는 것이 시료 중에 포함된 대상물질을 더 잘 검출해 낼 수 있는 것으로 사료되며, 환경시료 분석시 시료의 추출 및 정제과정에 대한 실험의 수행은 분석자의 선택적인 경험 등에 의해서 적절한 분석법이 선택되어 수행되어야 보다 좋은 분석결과를 얻을 수 있으리라 판단된다.

4. 결 론

폐기물 및 토양 등의 고상시료 중의 PAHs 분석방법 확립하기 위해 용매의 추출효율과 실제시료에 적용·검토하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 속실렛, 가속용매 및 초음파 추출법을 이용한 고상시료의 추출 효율은, 추출용매별 평균 회수율이 64~120%, 68~100% 및 22~81%로 사용용매나 추출방법에 따라 차이가 있는 것으로 나타났으나, 세 방법 모두 디클로로메탄(89, 90, 75%) 및 디클로로메탄:메탄올(10:1)(96, 94, 81%) 용매가 높은 회수율을 나타냈다.

2. 속실렛 및 가속용매 추출법은 추출 효율이 높은 반면, 초음파 추출법은 회수율이 낮게 나타났으나, 복잡한 추출 조건 없이도 쉽게 추출할 수 있는 장점이 있으므로, 시료 분석시 추출법에 따른 적절한 용매의 선정, 각 추출법의 장·단점 및 시료 분석여건에 따라 추출법을 선정하여 분석하면 높은 회수율을 얻을 수 있을 것으로 판단된다.

3. 속실렛 추출법을 이용한 폐기물 및 토양 등의 고상시료에 대해 추출용매로 디클로로메탄 및 디클로로메탄:메탄올(10:1), 실리카겔 정제과정의 용출 용매로 10% 디클로로메탄:n-헥산을 사용하는 확립된 분석법으로 분석한 결과, 사용된 내부표준물질의 회수율이 93~94%로 나타났다.

참고문헌

1. Juan C. et al., "Long-Term Accumulation of Individual

- PCBs, Dioxins, Furans, and Trace Metals in Asiatic Clams from the Rio de la Plata Estuary, Argentina", *Environ. Sci. Technol.*, **1997**, 31, 3551-3557.
2. US Environmental Protection Agency, "Guidelines establishing test procedures for the analysis of pollutants under the clean water act": Method 610, Polynuclear aromatic hydrocarbons. Fed Reg, 49(209): 43344-43352 (40 CFR Part 136), **1984**.
3. US Environmental Protection Agency, (I) Method 3510 'Separatory funnel liquid-liquid extraction'; (II) Method 3520 'Continuous liquid-liquid extraction'; (III) Method 3630 'Silica gel cleanup'; (IV) Method 8100 'Polynuclear aromatic hydrocarbons'; (V) Method 8270 'Gas chromatography/mass spectrometry for semi-volatile organics: Capillary column technique'; (VI) Method 8310 'Polynuclear aromatic hydrocarbons'. In: Test methods for evaluating solid waste, 3rdEd, Volume IB. Wshington DC, 50 pp(EPA-SW-846), **1986a**.
4. IPCS, Environmental Health Criteria 202 (Selected Non-heterocyclic Polycyclic Aromatic Hydrocarbons).
5. 신선경 외 7명, 수질시료중의 다환방향족탄화수소류의 분석(I), 환경분석학회, Processing, **2001**.
6. 홍중기 외 3인, "해저 퇴적물 내 여러고리 방향족 화합물의 신속한 분석법", 한국환경분석학회지, **1998**, Vol 1, No. 2, 123-132.
7. V. Lopez-Avila, K. Bauer, J. Milanes and W.F. Beckert, *J. AOAC Int.*, **1993**, 76, 864-880.
8. US EPA 8100 방법, **1994**.
9. US EPA 8310 방법 "Polyaromatic hydrocarbons", **1994**.
10. US EPA 8270B 방법 "Semi-volatile organic compound GC/MS", **1994**.
11. Natioanl Incinerator Testing and Evaluation Program., "The Combustion characterization of Mass Burning Incinerator Technology.", Quebec City, Volume III 'Sampling and analytical Methodologies', **1987**.
12. Bert Van Bavel, "Analytical and Environmental chemistry of Polychlorinated Dibenzo-dioxins, Dibenzofurans and Biphenyls.", **1995**.
13. 내분비계장애물질에 대한 분석방법, 일본 환경청, **1998**.
14. Hidetsuru M. et al., "Polynuclear Aromatic Hydrocarbons in the Road-Side Atmosphere in Chiang-Mai, Thailand, **1997**.
15. M. Moller and I. Alfheim, *Environ. Sci. & Technol.*, **1982**, 16, 221-225.
16. US EPA 3545 방법, **1994**.