

고성능 액체 크로마토그래피에 의한 폭발성 화합물의 정량

이석진 · 김미경* · 홍태기†

한서대학교 화학과, *경인여자대학 산업 · 환경공학부

Determination of Explosive Compounds by High Performance Liquid Chromatography

Suk-Jin Lee, Mi-Kyoung Kim* and Tae-Kee Hong†

Department of Chemistry, Hanseo University, Seosan, Chungnam 356-820, Korea

*Department of Environmental Engineering/Industrial Hygiene Kyung-In Women's College, Incheon, Korea

Explosives are one of the more difficult classes of organic compounds to analyze at the trace level. Many of them are just not suitable for GC separations, because they are thermally unstable, shock sensitive, and inaccuracy in the quantitative aspects of trace analysis. This work intended for the analysis of 14 explosive component by high performance liquid chromatography using a UV detector. Mobile phase was used with acetate buffer and MeOH. Samples of soil were collected in gunnery ground and analyzed for explosive compounds. HMX, RDX, 1,3,5-TNB, 1,3-DNB, NB were detected with acetate buffer of 0.02M monochloroacetic acid, 0.015M sodium acetate, 0.001M EDTA, 20%(v/v) ethanol, 13%(v/v) 1-propanol and C₁₈ symmetric column at 0.7 mL/min, 254 nm, pH 3.5.

Key words: Explosive Compounds, High Performance Liquid Chromatography.

1. 서 론

일반적으로 explosive waste는 발사 화약, 폭발물, 불꽃놀이용 발광체 등으로 사용된 후 남아있거나 폭발 후 부산물로 자연환경 속으로 버려지고 있다. 환경 화학자와 독물학자들은 장기간 또는 짧은 기간 동안 폭발물에 노출됨으로 인해 발생하는 생태학과 건강에 위협을 주는 것에 대해 관심을 가졌다. 이들에 대한 관심은 nitro-aromatic 화합물과 다양한 폭발물질이 해양 생물,¹⁾ 실험실에서의 동물실험,²⁾ 그리고 박테리아³⁻⁵⁾에 미치는 독성 및 돌연변이 유발 특성에 관한 보고에 의해서 강하게 제기가 되었다. 또한 Ethyleneglycoldinitrate (EGDN)⁶⁾ Trinitrotoluene(TNT) 등은⁷⁾ 폭발물 생산과 관계된 노동자들의 생체 조직에서 발견되었다. 이와 관련하여 독물학 연구가 수행되어 왔다.⁸⁻¹⁰⁾ 반면에 Nitrate esters는 협심증 발병을 막고 맥박 횟수를 감소시키는데 폭넓게 사용되었고 다양한 심장질

환으로부터 고통 받는 환자들에게 있어서 심장박동과 심근의 산소소비를 감소시키기 위해 사용되어 왔다. Polynitrate esters는 혈장에서 빠르게 분해되며¹¹⁾ 치료를 받는 환자에게서 이들 약의 혈장정도는 10 ng/mL 보다 낮아야한다.¹²⁾ 따라서 생체 내에서 이들 약을 검출하는 기술을 향상시킬 명백한 필요성이 있다. EPA에서도 몇 가지 explosive compounds의 인체 허용치를 Table 1에서와 같이 규정하고 있다.

Table 1. U.S. EPA Health Advisory Limits for Nitroaromatics and Nitramines in Drinking Water.

Compound	Advisory (µg/L)
HMX	400
RDX	2.0
TNT	2.0
2,4-DNT	50
2,6-DNT	40
1,3-DNB	1.0

†To whom correspondence should be addressed.

폭발 지역과 오염된 지표수, 그리고 발사 잔여물로부터 얻은 파편에서 폭발물질의 검출은 폭발 화합물의 열적 불안정 때문에 어렵다. TNT(trinitrotoluene), HMX(Octahydro-1,3,5,7-tetranitro-1,3,5,7-tetrazocine), 그리고 RDX(Hexahydro-1,3,5-trinitro-1,3,5-triazine)는 가장 많이 사용되고 있는 폭발성이 높은 군사용 폭약이며 폭발물질의 검출에는 많은 조사가 이루어졌다. 특히, 법집행 기관과 법 화학자들은 전통적으로 폭발물질과 발사 탄환의 잔여물의 연구에서 폭발 후 파편을 조사해왔으며 이것은 자살과 발사된 무기를 용의자가 잡고 있었거나 총을 쏘았다는 것을 확인하기 위해 아주 유용한 방법이다.

폭발물질의 검출은 적외선 분광법, piezoelectric quartz crystal detection, 질량분석법, 플라로그래피, negative ion plasma chromatography, thin-layer chromatography, polarography가 사용되어 왔다. 또한 Flame ionization, electro capture, thermal conductivity detection가 부착된 GC도 폭발물을 검출할 목적으로 사용되었다. 폭발물 정량을 위해 이들 방법들이 적용되었다.¹³⁻¹⁵⁾ 그러나 gas chromatography의 사용에는 많은 폭발물의 열적 불안정성 때문에 한계가 있으며 또 다른 문제점들이 나타나고 있다.¹⁴⁻¹⁵⁾ 앞에서 언급한 대로 많은 explosive compounds는 열적으로 불안정하고 충격에 민감하며 화학적으로 반응을 일으키기 때문에 gas chromatography로의 분리는 적합하지 않다.¹⁶⁾ TLC로도 이러한 종류의 화합물에 대한 낮은 용해도 때문에 적합하지 않다. 또한, TLC는 분석물의 정량적 측면에서는 부정확하다. 따라서 1970년대 초부터 liquid chromatography는 explosive compounds의 분석을 수행하는데 있어서 확실한 해결책을 제공하고 있으며, liquid chromatography는 실온에서 작동시킬 수 있는 장점 때문에 열적으로 불안정하고 충격에 민감한 물질들의 검출에 매우 유용하다고 할 수 있다. 어느 정도까지 이 확실한 해결책은 현재 거의 실현되었지만 아직까지도 완전하지는 않다. 폭발물들을 정량분석하기 위해 지금까지는 HPLC와 UV-detector를 많이 사용해왔고 많은 결과가 보고 되었다.¹⁶⁾

발사 잔여물 검출을 위한 방법으로 용의자의 손으로부터 얻은 입자들의 미시적 평가¹⁷⁻¹⁸⁾와 안티몬, 납, 바륨 같은 금속의 향상된 수준의 검출에 기초를 둔다.¹⁹⁻²⁰⁾ 그러나 금속 잔여물의 평가는 안티몬, 납, 바륨의 양이 어떤 측정한계 수준 이하이기 때문에 범죄학적 조사에

서는 크게 도움을 주지 못한다. 이들 미량 성분인 금속은 발사된 탄환의 잔여물에만 한하지 않기 때문에 필히 고려되어야 한다.²⁰⁾ 그러므로 발사된 탄환의 잔여물의 검출을 위한 새로운 접근 방법은 타지 않은 화약가루와 화약의 휘발성 유기화합물의 검출에 근거하고 있다.²¹⁾ 부분적으로 연기 없이 타버린 화약가루는 laboratory test와 자살한 사람의 손에서 발견되곤 한다.

Liquid chromatography는 열적으로 불안정하고 비휘발성 폭발물의 분리를 위해서는 이상적으로 적합하다고 할 것이다. UV,²²⁻²³⁾ thermal energy analysis(TEA),²⁴⁾ off-line chemical ionization mass spectrometer(CIMS)²⁵⁾ 및 electron capture detector(ECD)²⁶⁾를 검출기로 갖는 LC는 폭발물의 정량을 위해 사용되고 있다. UV-LC 방법은 때로는 nitro aromatic compounds의 적절한 검출한계를 제공하지만 nitrate esters와 nitramine의 ng 수준이하의 일반적인 검출에는 어려움이 있다. ECD, CIMS, TEA를 검출기를 갖는 LC는 이 분야에서 새로이 등장하는 미래를 위한 방법이라 할 수 있다. UV 검출기는 임상학, 제약 및 환경에 대한 많은 문제점들을 해결하기 위하여 폭넓게 받아들여지고 있다. 전기화학적 검출기와 LC의 결합에 의해 얻어지는 결과들의 많은 장점들이 보고 되고 있다.²⁷⁻²⁹⁾ 그러나 용존 산소, 금속 불순물 및 신뢰할 만한 전극의 부족 때문에 환원 mode LC-EC 방법은 느리게 발전하였다. 최근 검출기의 디자인과 더욱더 이용 가능한 전극물질에 있어서의 기술적인 발전이 이 기법에 새로운 흥미를 낳고 있다.^{28,30-35)} 지금까지 LC-UV를 이용한 폭발물 정량은 많이 보급되었고, 알려져 왔다. 그러나 military explosives와 smokeless gun powders 등의 많은 종류의 explosive compounds를 동시 정량하기 위해서는 이동상의 선택과 조합이 필요하게 된다.

본 논문은 military explosives와 smokeless gun powders 등의 많은 종류의 explosive compounds를 동시 정량하기 위해서는 새로운 이동상을 사용하여 새로운 방법을 제시하고자 한다. 지금까지 보고 된 이상적인 이동상으로는 MeOH 수용액과 2-Propanol 수용액을 사용하여 왔다. 본 실험에서는 Acetate buffer를 사용하여 최상의 조건을 찾고, 실제 환경 시료에 적용하려 한다. military explosives와 smokeless gun powders 등의 많은 종류의 explosive compounds인 14가지 폭발성 물질의 분리 정량을 위한 최적조건을 찾는 데 있다.

Table 2. Purity and Concentration of Standards Mixture A and Standard Mixture B.

	Component	Purit	Conc.
Standard Mixture A	2-Amino-4,6-dinitrotoluene	99%	100.0 ±5.5 µg/ml
	1,3-Dinitrobenzene	99%	
	2,4-Dinitrotoluene	98%	
	HMX	99%	
	Nitrobenzene	99%	
	RDX	99%	
	1,3,5-Trinitrobenzene	99%	
	2,4,6-Trinitrotoluene	99%	
	4-Amino-2,6-dinitrotoluene	99%	
Standard Mixture B	2,6-Dinitrobenzene	99%	
	2-Nitrobenzene	99%	
	3-Nitrobenzene	99%	
	4-Nitrobenzene	99%	
	Tetryl	99%	

2. 실험

2.1. 시약

Explosives의 표준물질(Aces 8330 Mixture A와 Aces 8330 Mixture B)은 AccuStandard로부터 구입했으며 calibration을 위해 사용하였다. Aces 8330 Mixture A와 Aces 8330 Mixture B에 들어있는 성분은 각각 Table 2에 나타내었으며, 이들 표준물질의 농도는 각각 100 µg/ml이다. 표준물질은 서늘하고 햇빛이 차단된 곳에 보관하여야 하며, 실험실에서만 사용하여야 한다. 표준물질은 acetonitrile로 적절한 농도로 희석시켰다.

Acetate buffer 이동상으로 사용되어진 monochloroacetic acid(Yakuri Pure Chemical. Co)와 sodium acetate(Shinyo Pure Chemical. Co), EDTA와 1-Propanol은 Kanto Chemical. Co의 특급 시약을 사용하였다. 마찬가지로 이동상으로 사용된 methanol(Duksan)은 HPLC용으로 사용하였다.

시료 추출을 위해 사용된 calcium chloride(CaCl₂, Duksan Pharmaceutical. Co.)는 특급을 사용하였으며 용액을 제조하기 위해 사용된 증류수는 Milli-Q를 통과시킨 3차 증류수를 사용하였고, 사용된 모든 초자는 acetonitrile로 세척하였다. 이동상과 추출시료들은 HPLC에 주입시키기 전에 0.45 µm filter를 사용하여 여과하여 사용하였다.

2.2. 분석기기 및 분석장치

High performance liquid chromatography(HPLC)는

Waters사에서 제작한 Model 600S Controller와 616 Pump가 사용되었고, 검출기로는 Waters 486 Tunable Absorbance Detector의 파장 254 nm가 사용되었다. 칼럼은 Waters C₁₈ Symmetry column(4 µm, 3.9×150 mm)을 사용하였다. 3차 증류수를 만들기 위해 Milli-Q가 사용되었고, 시료 중 폭발물질을 추출하기 위해 sonicator와 centrifuge가 사용되었다. 또 HPLC를 통과하는 모든 이동상과 용액은 membrane 여과장치와 0.45 µm filter를 사용하였다.

2.3. 시료준비

Soil sample은 육군 모부대 M16 사격장에서 채취하였으며, 시료는 햇빛에 직접 닿지 않는 서늘한 그늘에서 건조시켰다. 건조된 시료를 30 mesh sieve를 통과시켰다. Sieve를 통과시킨 시료를 균일화시키기 위해 acetonitrile로 세척한 막자사발에서 시료를 갈고, 균일화시켰다.

2.4. 흙 시료 추출

균일화시킨 Soil sample은 15 mL glass vial에 2.0 g을 넣고 10.0 mL acetonitrile을 첨가한 후 Teflon-lined cap으로 막았다. 1분 동안 vortex mixer로 혼합하고 18시간 동안 차가운 ultrasonic bath에 넣어 두었다. 이때 ultrasonic bath의 온도가 25°C를 넘지 않도록 하였다.

Sonication 후 원심 분리기를 사용하여 soil을 가라앉히고 30분 동안 안정화시켰다. 20 mL vial에 상층액 5 mL와 5 g/L calcium chloride(CaCl₂) 5 mL를 넣고 흔들어서 섞은 다음 15분 동안 방치한다. 1회용 주사기에 상층액을 주입하고 0.45 µm Teflon filter를 통과시켰으며 처음 3 mL는 버리고 HPLC 분석을 위해서 갈색 vial에 넣고 냉장 보관하였다.

3. 결과 및 고찰

폭발성 물질의 표준물질은 EPA에서 권장하는 14가지 물질을 사용하였다. 14가지 standard에는 2가지의 nitramines 화합물(HMX, RDX)과 12가지의 nitrotoluenes 화합물(1,3,5-TNB, 1,3-DNB, Tetryl, NB, 2,4,6-TNT, 4-Am-DNT, 2-Am-DNT, 2,4-DNT, 2,6-DNT, 2-NT, 3-NT, 4-NT)을 포함하고 있다(Fig. 1). HPLC 분석을 위해 MeOH 수용액과 acetate buffer를 사용하였다. MeOH 이동상은 각각 40%(v/v), 50%(v/v), 60%

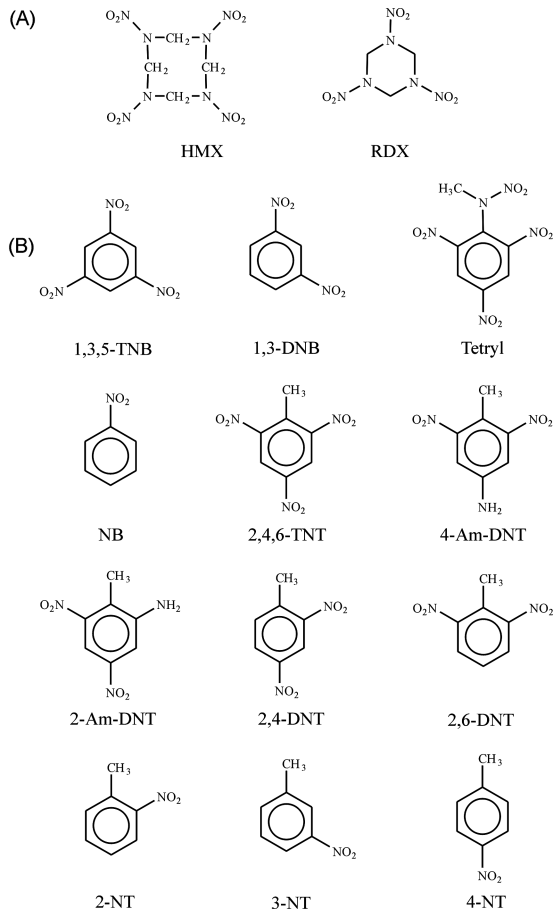


Fig. 1. Structure of Explosive compounds. (A) Nitramines (B) Nitrotoluenes.

(v/v) 로 변화시키면서 조건을 잡았고, acetate buffer 이동상(0.06M monochloroacetic acid, 0.44M sodium acetate, 0.001M EDTA, ethanol, 1-propanol)은 ethanol (5%, 10%, 20%)과 1-propanol(5%, 10%, 15%, 13%)의 양을 변화시키면서 실험하였다.

3.1. Methanol 이동상에서의 chromatograms

40% MeOH에서의 standard mixture A와 standard mixture B의 chromatogram은 Fig. 2에서 볼 수 있다. Fig. 2(A)에서는 2-Amino-4,6-dinitrotoluene과 2,4-Dinitrotoluene의 chromatogram이 분리되지 않고 겹쳐 나오는 것을 볼 수 있었고, Fig. 2(B)에서는 4-Amino-2,6-dinitrotoluene과 2,6-Dinitrotoluene가 분리되지 않음을 보여준다. 이것은 Fig. 1에서 보듯이 분자 구조가 amine기만 있고 없을 뿐 nitro기의 위치가 같다는 것을 알 수가 있었다. Fig. 3은 50% MeOH 이동상에서의 chromatogram이다. Fig. 3(B)에서는 40% MeOH와는 달리 4-Am-2,6-DNT와 2,6-DNT가 분리되는 되었지만, 완전히 않았고 standard mixture A에서는 분리가 일어나지 않았으며 단지 retention time만이 빨라졌다. Fig. 4에서 나타난 60% MeOH의 이동상에서는 standard mixture A와 standard mixture B가 완전히 분리되었으나, retention time이 너무 빨라 용량인자(capacity factor)가 너무 작기 때문에 resolution은 좋지 않았다. 따라서, MeOH 이동상에서는 좋은 조건을 찾기 힘들었다. MeOH를 이동상으로 사용하여 explosive mixture

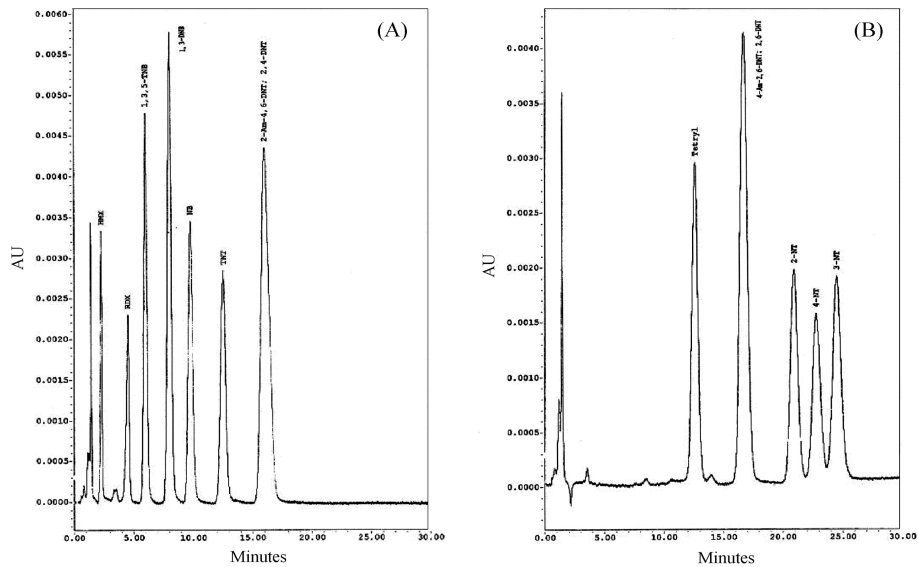


Fig. 2. Chromatograms in mobile phase of 40% MeOH. (A) standard mixture A; (B) standard mixture B.

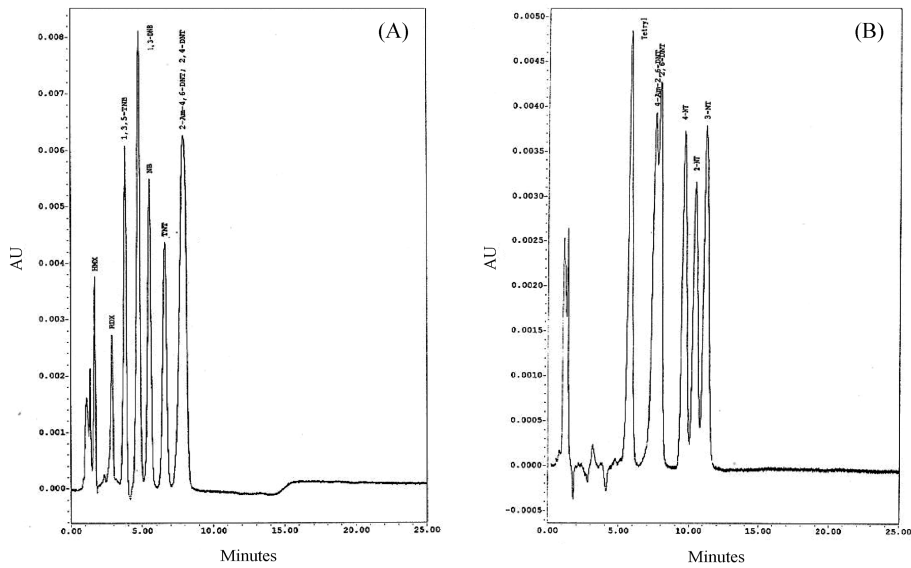


Fig. 3. Chromatograms in mobile phase of 50% MeOH. (A) standard mixture A; (B) standard mixture B.

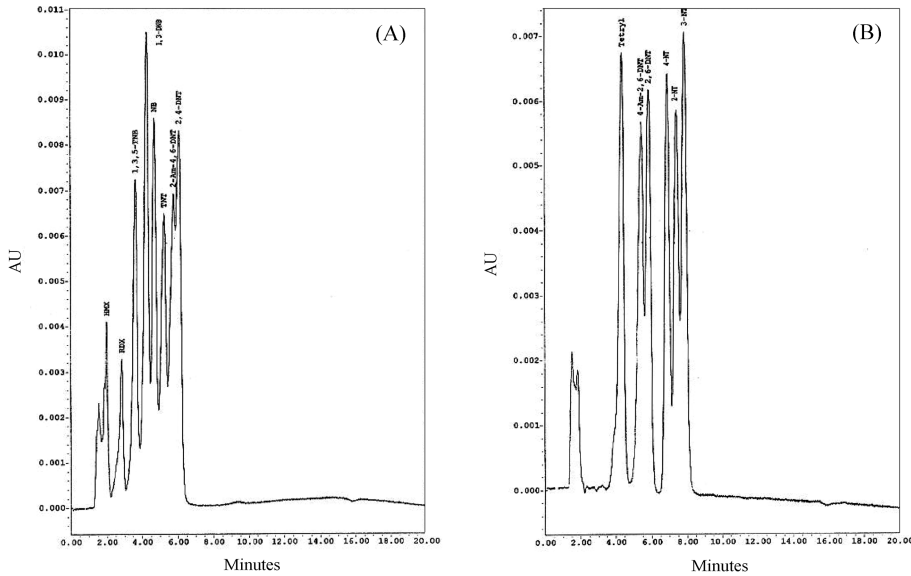


Fig. 4. Chromatograms in mobile phase of 60% MeOH. (A) standard mixture A; (B) standard mixture B.

를 분석하기 위해서는 좀 더 긴 column을 사용해야만 완전한 chromatogram을 얻을 수 있으리라고 생각한다.

3.2. Acetate buffer 이동상에서의 chromatograms

Acetate buffer 이동상은 0.02M monochloroacetic acid와 0.015M sodium acetate 그리고 0.001M EDTA 를 공통으로 하였고, ethanol과 1-propanol의 양을 변화시켰다. Fig. 5에서 볼 수 있듯이 EtOH/1-propanol, 5/15%에서는 standard mixture A의 경우 2-Am-4,6-

DNT와 2,4-DNT가 coelution되었으며, standard mixture B의 경우 4-Am-2,6-DNT와 4,6-DNT가 coelution 되었고, 4-NT와 2-NT가 coelution되었다. Fig. 6에서 보듯이 EtOH/1-propanol 10/15%에서도 5/15%와 마찬가지로 현상이 나타났으며, EtOH/1-propanol의 비가 20/15%의 경우는 standard mixture A에서 NB와 TNT가 coelution되었으며, 다른 화합물들은 모두 분리가 일어났다(Fig. 7).

EtOH는 모두 20%로 고정시키고 1-propanol의 양을

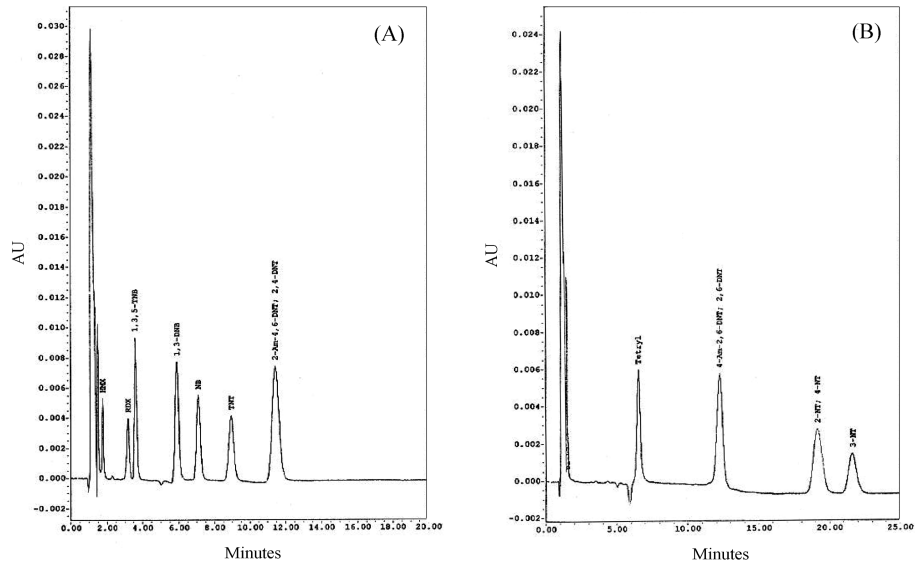


Fig. 5. Chromatograms in mobile phase of acetate buffer. (A) standard mixture A; (B) standard mixture B. Condition: 0.02M monochloroacetic acid, 0.015M sodium acetate, 0.001M EDTA, 5% EtOH, 15% 1-propanol, C18 symmetric column.

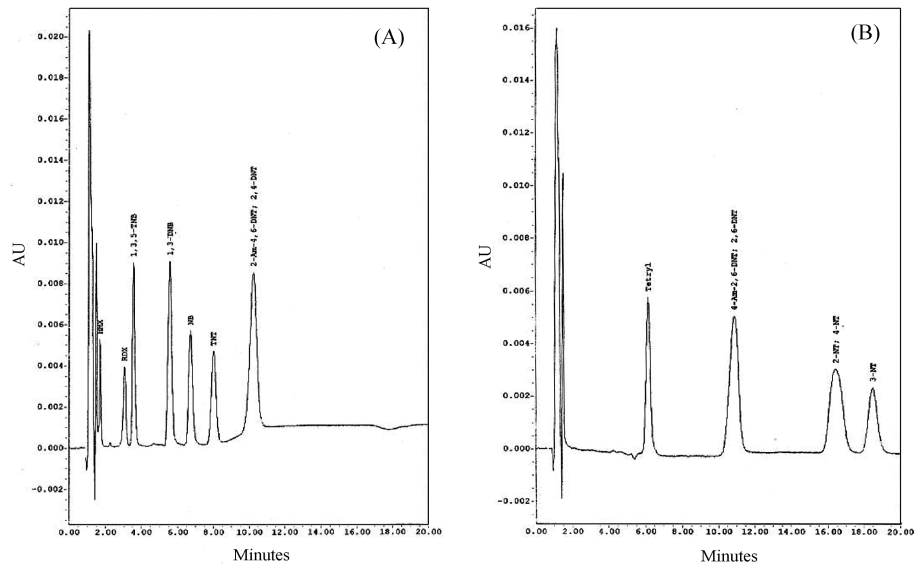


Fig. 6. Chromatograms in mobile phase of acetate buffer. (A) standard mixture A; (B) standard mixture B. Condition: 0.02M monochloroacetic acid, 0.015M sodium acetate, 0.001M EDTA, 10% EtOH, 15% 1-propanol, C18 symmetric column.

변화시켜 보다 분명히 분리될 수 있는 조건을 얻으려 하였다. 1-propanol 5%의 경우, 앞의 조건에서 분리되지 않았던 2-Am-4,6-DNT와 2,4-DNT 그리고 4-Am-2,6-DNT와 4,6-DNT는 아주 잘 분리되었지만, 특이하게도 standard mixture A의 HMX가 용매 peak와 겹침을 볼 수 있다(Fig. 8). 10% 1-propanol의 경우

standard mixture A와 standard mixture B 모두에서 2-Am-4,6-DNT와 2,4-DNT 및 4-Am-2,6-DNT와 4,6-DNT가 coelution 되었다(Fig. 9). 여기에서 주목할 점이 EtOH/1-propanol 20/10%와 20/15%인데 1-propanol 10%에서는 standard mixture A와 standard mixture B에서 각각 2-Am-4,6-DNT와 2,4-DNT, 4-Am-2,6-

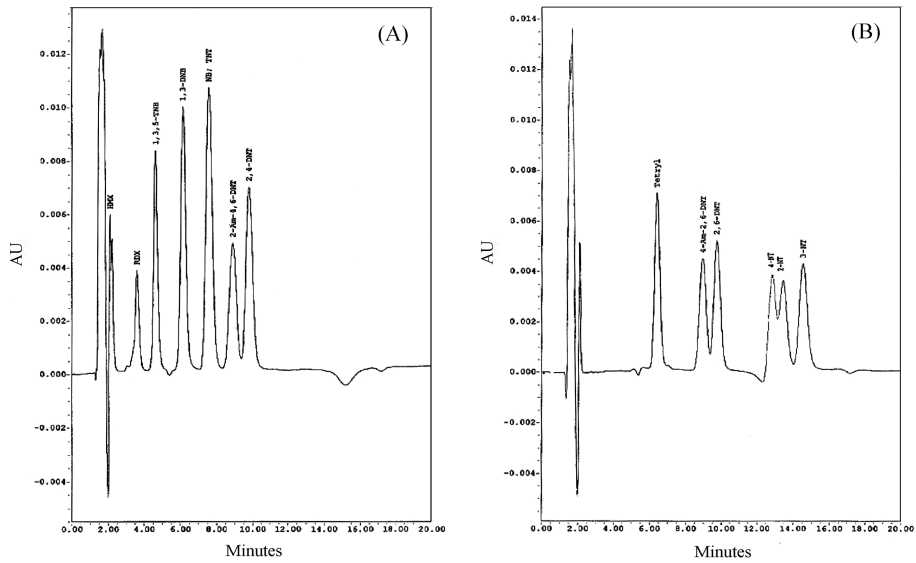


Fig. 7. Chromatograms in mobile phase of acetate buffer. (A) standard mixture A; (B) standard mixture B. Condition: 0.02M monochloroacetic acid, 0.015M sodium acetate, 0.001M EDTA, 20% EtOH, 15% 1-propanol, C18 symmetric column.

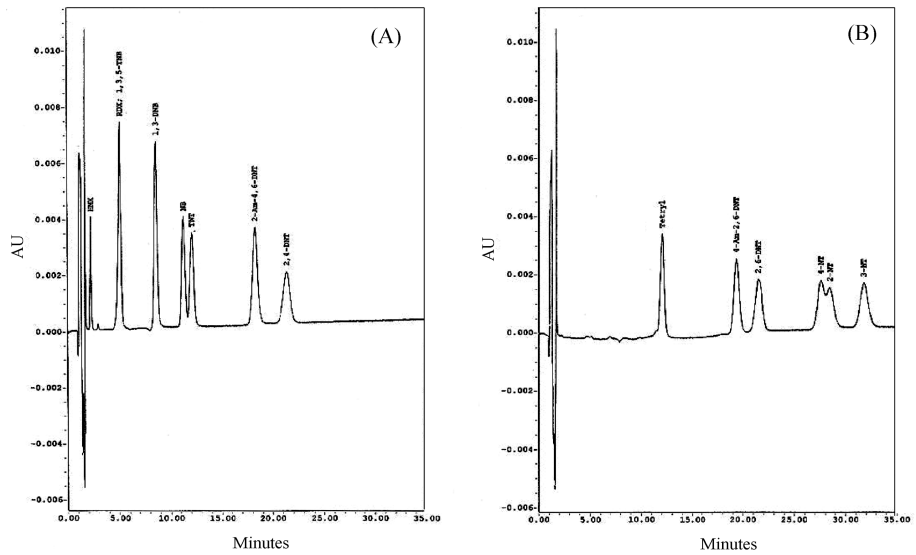


Fig. 8. Chromatograms in mobile phase of acetate buffer. (A) standard mixture A; (B) standard mixture B. Condition: 0.02M monochloroacetic acid, 0.015M sodium acetate, 0.001M EDTA, 20% EtOH, 5% 1-propanol, C18 symmetric column.

DNT와 4,6-DNT가 coelution되었고, 15%에서는 NB와 TNT가 coelution되었다. 그래서 1-propanol의 농도를 중간 농도인 13%를 사용하였다(Fig. 10). 그러므로 standard mixture A와 standard mixture B의 14가지 물질이 모두 분리가 되었으며 지금까지 살펴본 모든 어느 조건보다도 최적의 조건임을 알 수가 있었다. 이 실험에서 1-propanol의 효과를 알아보기 위해 Table 3와

Fig. 11에서 k' (capacity factor) 값과 $\log k'$ 값을 나타내었다. EtOH 20%(v/v), 1-propanol 13%(v/v)의 acetate buffer에서 14가지 물질이 모두 분리가 잘된다는 것을 알 수 있었다.

이동상의 최적조건하에서 standard mixture A와 standard mixture B를 섞었을 때의 chromatogram을 Fig. 12에 나타내었다. Fig. 12에서 볼 수 있듯이 2-Am-4,6-

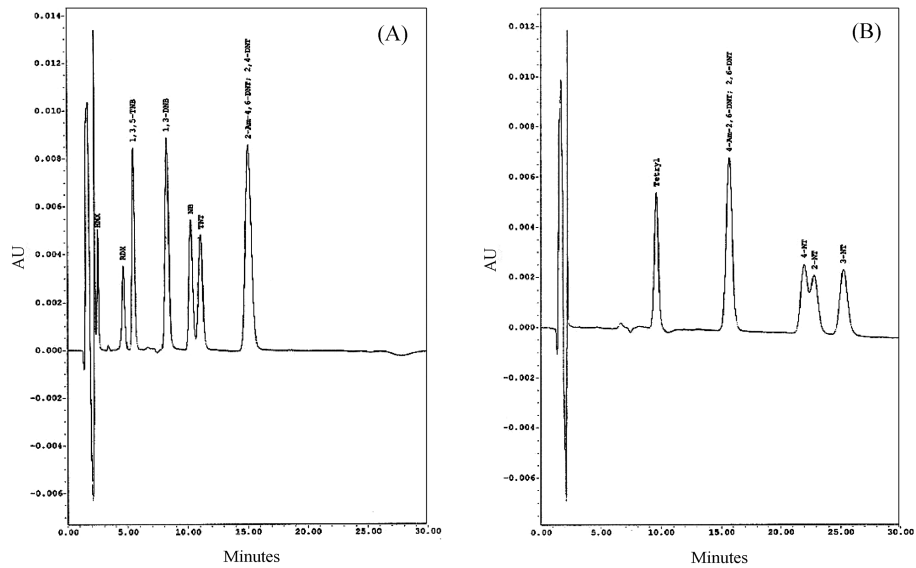


Fig. 9. Chromatograms in mobile phase of acetate buffer. (A) standard mixture A; (B) standard mixture B. Condition: 0.02M monochloroacetic acid, 0.015M sodium acetate, 0.001M EDTA, 20% EtOH, 10% 1-propanol, C18 symmetric column.

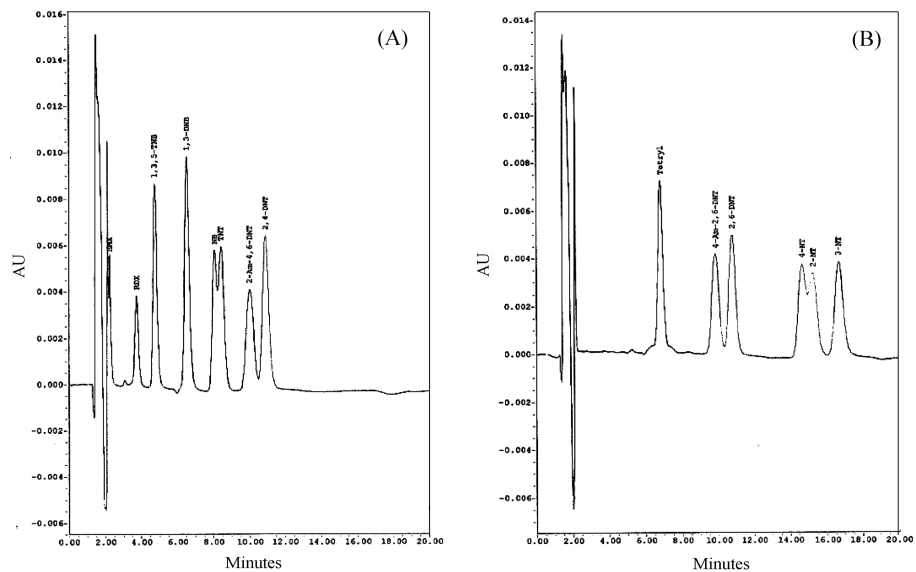


Fig. 10. Chromatograms in mobile phase of acetate buffer. (A) standard mixture A; (B) standard mixture B. Condition: 0.02M monochloroacetic acid, 0.015M sodium acetate, 0.001M EDTA, 20% EtOH, 13% 1-propanol, C18 symmetric column.

DNT와 4-Am-2,6-DNT 및 4,6-DNT와 2,6-DNT는 coelution되었으며 이들의 분리를 위해서는 보다 더 많은 연구가 필요하다고 본다.

Calibration curve를 얻기 위해 각 standard의 농도를 0.5 ppm, 1.0 ppm, 2.0 ppm으로 하여 각각의 chromatograms를 얻었고, 이것의 calibration curve를 Fig.

13에 나타내었다. Acetate buffer에서 20% EtOH, 13% 1-propanol의 이동상을 사용하여 실제 sample인 soil sample을 추출하였고 이 시료로부터 얻은 chromatogram은 Fig. 14에서와 같으며 14개의 표준물질 중 HMX, RDX, 1,3,5-TNB, 1,3-DNB, NB만이 검출되었으며 정량결과 HMX(374 ppb), RDX(157 ppb), 1,3,5-

Table 3. Capacity Factors of Explosive Compounds Separated on A symmetric C₁₈ Column at 1.0 mL min⁻¹.

Compounds	<i>k'</i>			
	1-propanol 5%(v/v)	1-propanol 10%(v/v)	1-propanol 13%(v/v)	1-propanol 15%(v/v)
HMX	0.733	0.595	0.425	0.457
RDX		1.978	1.372	1.297
1,3,5-TNB		2.510	2.010	1.957
1,3-DNB	5.555	4.276	3.137	2.936
Tetryl	6.965	5.116	3.433	3.175
NB	7.580	5.563	4.116	
TNT	8.213	6.094	4.318	
4-Am-2,6-DNT	11.777		5.443	4.849
2-Am-4,6-DNT	12.908		5.307	4.701
2,6-DNT	13.206		5.970	5.371
2,4-DNT	15.274		5.871	5.275
4-NT	17.216	13.071	8.455	7.382
2-NT	17.776	13.614	8.844	7.774
3-NT	19.974	15.717	9.760	8.491

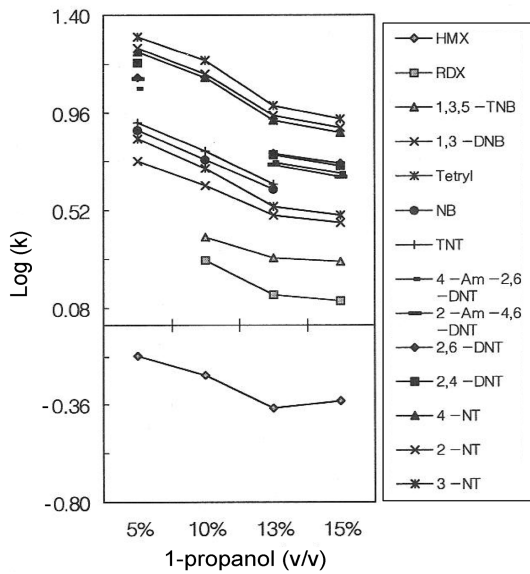


Fig. 11. The effect of 1-propanol concentrations in acetate buffer on the capacity factors of explosive compounds separated on a symmetric C18 column.

TNB(81.4 ppb), 1,3-DNB(71.4 ppb), NB(148 ppb)이 검출되었다.

4. 결 론

EPA에서 권장하는 14가지 물질의 explosive compounds를 정량하기 위해 이동상으로 MeOH와 acetate buffer를 사용하였다.

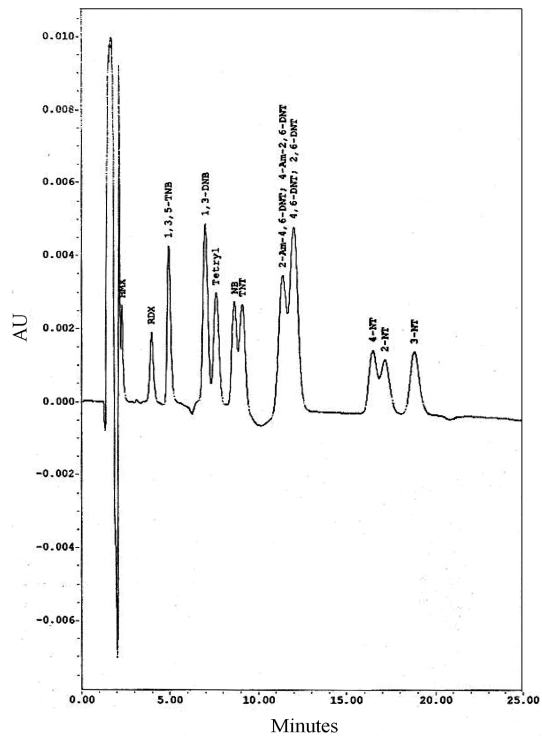


Fig. 12. Chromatogram of the standard mixture A and B in mobile phase of acetate buffer. Condition: 0.02M monochloroacetic acid, 0.015M sodium acetate, 0.001M EDTA, 20% EtOH, 13% 1-propanol, C18 symmetric column.

MeOH 이동상은 60%(v/v)용액에서 14가지 물질이 모두 분리가 되었지만, resolution은 그리 좋지 않았다. 이를 해결하기 위한 방법은 좀 더 긴 column을 사용해

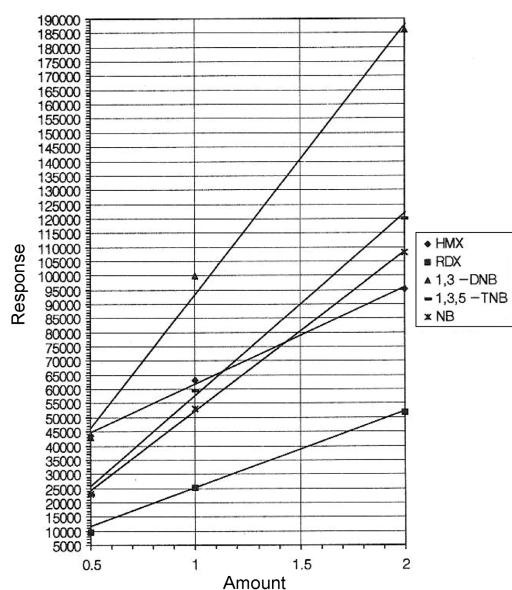


Fig. 13. Calibration curves of HMX, RDX, 1,3-DNB, 1,3,5-TNB and NB. Condition: 0.02M monochloroacetic acid, 0.015M sodium acetate, 0.001 M EDTA, 20% EtOH, 13% 1-propanol, C18 symmetric column.

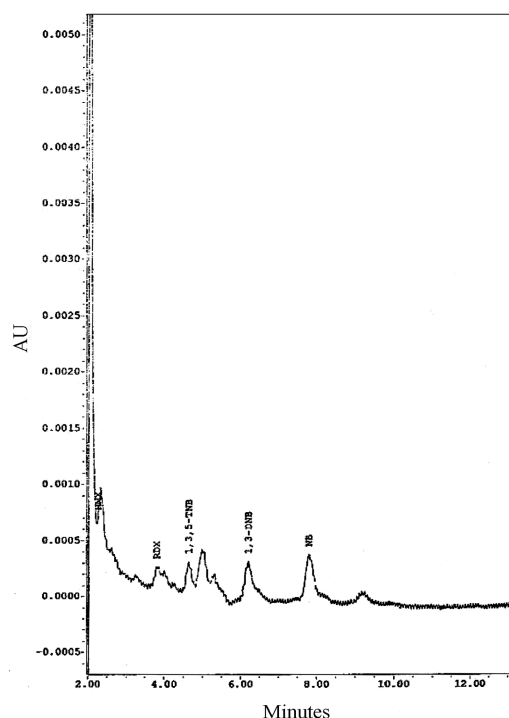


Fig. 14. Chromatogram of soil sample in mobile phase of acetate buffer. Condition: 0.02M monochloroacetic acid, 0.015M sodium acetate, 0.001M EDTA, 20% EtOH, 13% 1-propanol, C18 symmetric column.

야 할 것이다. 그러나 Acetate buffer 이동상은 0.06M monochloroacetic acid, 0.015M sodium acetate, 0.001M EDTA, 20%(v/v) ethanol, 13%(v/v) 1-propanol, pH 3.5에서 모든 물질이 분리가 일어났다.

C₁₈ symmetry column (4 μm, 3.9×150 mm)을 사용하여 EPA에서 권장하는 14가지 폭발성 화합물을 정량하기 위해서는 MeOH 이동상보다는 Acetate buffer 이동상(20%(v/v) ethanol, 13%(v/v) 1-propanol)에서 더 좋은 resolution을 얻을 수 있었다. 그러나 2-Am-4,6-DNT와 4-Am-2,6-DNT 및 4,6-DNT와 2,6-DNT는 분리되지 않았다.

실제 시료에서는 HMX, RDX, 1,3,5-TNB, 1,3-DNB, NB가 검출되었으며 그 양은 각각 HMX(374 ppb), RDX(157 ppb), 1,3,5-TNB(81.4 ppb), 1,3-DNB(71.4 ppb), NB(148 ppb)이었다.

참고문헌

1. W.D. Won, L.H. DiSalvo and J. Ng, *Appl. Environ. Microbiol.*, **1976**, 31, 576.
2. D.P. Griswold, A.E. Casey, E.K. Waisburger and J.H. Waisburger, *Cancer Res.*, **1968**, 29, 924.
3. G. Lofroth, E. Hefner, I. Alfheim and M. Moller, *Science*, **1980**, 209, 1037.
4. H. S. Rosenkranz, E. CMcCoy, D. R. Sanders, M. Bulter, D. K. Kiriazides and R. Mermelstein, *Science*, **1980**, 209, 1039.
5. J.N. Pitts, Jr., K.A. Van Cauwenberghe, D. Grosjean, J. P. Schmid, D. R. Fitz, W. L. Belser, Jr., G. B.Knudson and P. M. Hynds, *Science*, **1978**, 202, 515.
6. A. F. Williams and W. J. Murray, *Nature*, **1966**, 210, 816.
7. H. J. Channon, G. T. Mills and R. T. Williams, *Biochem. J.*, **1944**, 38, 70.
8. N. R. Schneider, S. L. Bradley and M. E. Anderson, *Toxicol Appl. Pharmacol.*, **1977**, 39, 531.
9. W. J. Stone, T. L. Palleta, E. M. Heiman, J. I. Bruce and J. H. Knepshield, *Arch. Interm. Med.*, **1969**, 124, 726.
10. A.S. Kaplan, C. F. Berghout and A. Pecgenik, *Arch. Environ. Health*, **1965**, 10, 877.
11. G. A. Maier, A. Poliszczuk and H. L. Fung, *Int. J. Pharm.*, **1979**, 4, 75.
12. J. Y. Wei and P. R. Reid, *Circulation*, **1979**, 59, 588.
13. M. A. Kaplan and S. Zitrin, *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, **1977**, 60, 619.
14. J. Yinon, *Crit. Rev. Anal. Chem.*, **1977**, 7, 1.
15. I. S. Krull and M. J. Camp, *Am. Lab.*, **1980**, 12, 64.

16. Waters, *An Internal Communication of Applications and Techniques*, LAH 0161 4/84
17. C. R. Midkiff, *J. Pol. Sci. Admin.*, **1975**, 3, 77.
18. S. S. Krishnan, *J. Forensic Sci.*, **1977**, 22, 304.
19. G. M. Wolten and R. S. Nesbitt, *J. Forensic Sci.*, **1980**, 25, 533.
20. G. M. Wolten, R. S. Nesbitt, A. R. Calloway, G. L. Loper and P. F. Jones, *J. Forensic Sci.*, **1979**, 24, 409.
21. M. H. Mach, A. Pallos and P. F. Jones, *J. Forensic Sci.*, **1978**, 23, 446
22. J. C. Hoffsommer, D. J. Glover and C. Y. Hazzard, *J. Chromatogr.*, **1980**, 195, 435
23. R. J. Prime and J. Krebs, *Can. Soc. Forens Sci.*, **1980**, 13, 27.
24. A. L. Lafleur and B. D. Morriseau, *Anal. Chem.*, **1980**, 52, 1313.
25. P. Vouros, B. A. Petersen, L. Colwell, B. L. Karger and H. Harris, *Anal. Chem.*, **1977**, 49, 1093.
26. I. S. Krull and D. Bushee, *Anal. Chem.*, **1980**, 52, 1277.
27. P. T. Kissinger, *Anal. Chem.*, **1977**, 49, 447A.
28. P. T. Kissinger, C. S. Bruntlett, K. Bratin and J. R. Rice, *NBS Special Publication*, **1979**, 591, 705.
29. R. J. Rucki, *Talanta*, **1980**, 27, 147.
30. W. A. McCrehan and R. A. Durst, *Anal. Chem.*, **1978**, 50, 2108.
31. H. B. Hanekamp, P. Bos and R. W. Frei, *J. Chromatogr.*, **1979**, 186, 489.
32. S. K. Vohra and G. W. Harrington, *J. Chromatogr. Sci.*, **1980**, 18, 379.
33. G. W. Schieffer, *J. Chromatogr.*, **1980**, 202, 405.
34. K. Bratin, W. P. King, P. T. Kissinger and J. R. Rice, *ACS Symposium Series*, **1981**, 136, 57.
35. K. Bratin, C. S. Bruntlett and P. T. Kissinger, *J. Liq. Chromatogr.*, in press.
36. Karl Bratin and Kissinger, *Journal of liquid chromatography*, **1981**, 4 (10), 1777-1795