한국대기환경학회 2000 추계학술대회 논문집
Proceeding of the 31st Meeting of KOSAE (2000)
Korean Society for Atmospheric Environment

AC2) GC/MSD에 의한 식물중 PCBs, BHCs의 동시 분석 방법 연구

A Study on Analytical Method of PCBs, BHCs in Plants using GC/MSD

여현구 · 김희강 · 천만영[1] · 김태욱[1] · 최민규 · 선우영
건국대학교 환경공학과, [1]한경대학교 환경공학과

1. 서론

식물은 반휘발성유기화합물(Semivolatile organic compounds : 이하 SOCs)의 지구적인 순환과 먹이 연쇄에 있어서 중요한 역할을 한다. 또한 식물은 대기중 가스상 SOCs을 보유하고 입자상 SOCs를 제거하는 역할을 하기 때문에 대기를 정화하는데 중요한 기능을 한다(Lorber et al, 1994).

SOCs 화합물 중 PCBs와 BHCs는 친지질성(lipophilic) 유기염소계 화합물로 식물의 뿌리를 통해서는 흡입되지 않고 대기중에서 식물잎의 표면에 존재하는 지질에 침착되므로 식물잎에 침착된 오염물질은 대기의 농도에 의존한다. 그러므로 식물은 대기중 SOCs의 농도를 예측할 수 있는 바이오 모니터링(bio-monitoring)이 가능하다. 특히 식물은 오염도가 심한 지역의 대기중 SOCs의 간접 모니터링에 적합할 뿐만아니라, 측정하기 어려운 지역의 대기오염도를 예측하는데에도 중요한 역할을 하여 현재 여러나라에서 식물을 바이오 모니터링에 이용한 오염도 조사가 실행되고 있다(천만영, 1998, 1999).

본 연구에서는 식물에서 SOCs 화합물인 PCBs와 BHCs를 동시에 분석하기 위한 정도 관리(Quality control/Quality assurance)방법을 제시하여 우리나라 실정에 맞은 분석방법을 개발하는 데 그 목적을 두었다.

2. 실험방법

2.1. 전처리

식물 약 10g을 헥산(hexane):아세톤(acetone) (4:1) 혼합용매 100ml를 250 ml 갈색병에 넣고 초음파 추출기에서 2시간 연속추출 후 추출액을 플라스크로 옮긴 다음, 다시 헥산:아세톤 (4:1) 혼합용매 100ml를 1시간 더 추출하여 합한 후 회전증발농축기(rortaevaporator)에서 2-3 ml 까지 농축하였다. 농축된 시료는 분석시 방해물질로 작용하는 지질 및 엽록소를 제거하기 위하여 실리카 칼럼을 통과하였고, 칼럼 하단부터 산성 실리카(acidified silica) 3g, 활성 실리카(activated silica) 1.5g 및 Na_2SO_4를 일정량 넣은 다음 헥산 30 ml로 충진 물질을 세척한 후 시료를 넣고 헥산 15 ml, 메틸렌클로라이드(DCM):헥산(1:1)을 10 ml 및 메틸렌 클로라이드 35 ml를 컬럼에 차례로 통과 시켰다. 실리카 칼럼을 통과한 시료는 회전 증발농축기에서 약 1 ml 까지 농축하였다. 그러나 실리칼 컬럼 통과 후에도 제거 되지 않은 시료중의 오염물질 및 지질은 GPC(Gel Permeation Chromotography)로 다시 정제하였다. GPC 컬럼은 헥산:디클로로 메탄(1:1) 혼합용매를 사용하여 시료를 용출시키는데 용출시 처음 34 ml는 지질 및 불순물이 용출되는 부분이므로 버리고 나머지 106 ml를 취하여 회전증발농축기로 2 ml 정도까지 농축하여 GC/MSD(HP社, HP-5973)로 분석하였다. 이 시료에 keeper로 dodecane을 일정량 넣고 최종 부피를 50 μl로 하였다. PCBs와 BHCs의 추출효율 및 회수율은 시료 추출전에 내부 표준물질(internal standard)로 PCBs isotope(PCB 28, 52, 101, 153, 138, 180 및 209)과 γ-BHC isotope를 일정 농도를 spiking 하여 계산하였다.

2.2. 분석

시료의 분석은 GC/MSD를 이용하였으며 분석조건은 표 1에 나타내었다.

Table 1. Analytical condition of GC/MSD for PCBs, BHCs

Conditions	PCBs	BHCs
Instrument	GC/MSD	
Column	HP-5MS(5% diphenyl & 95% dimethypolysiloxane	
Inlet	Splitless	
Aux temp.	300℃	
Injection volume	1 μl	
Temp. program	150℃ for 2 min. 30℃/min. to 170 ℃ 4℃/min. to 200 ℃ 4℃/min. to 268 ℃ 70℃/min. to 320 ℃	150℃ for 2 min. 30℃/min. to 170 ℃ 4℃/min. to 200 ℃ 4℃/min. to 237 ℃ 70℃/min. to 320 ℃
Carrier gas	He(99.9999)	
Total run time	45 min.	30.20 min.

3. 결과 및 고찰

3.1. 회수율 실험 (recovery test)

시료의 전처리 과정에서 손실되는 PCBs와 BHCs의 비율을 파악하기 위해 식물(은행잎, 소나무잎) 10 g에 internal standard를 일정량 spiking 한 것과 그렇지 않은 것의 차와 전처리 과정을 거치지 않은 동일한 internal standard의 농도의 비로 회수율(%)을 산정하였다(표 2).

회수율 산정 결과, 은행잎(n=6)의 평균 회수율±표준편차는 각각 PCB 28(81.20±13.35), PCB 52(78.72 ±13.35), PCB 101(91.94±14.72), PCB 153(97.85±18.62), PCB 138(105.49±21.17), PCB 180(110.50± 19.53) 및 PCB 209(103.23±19.31)로 PCB 종별로 79%~110% 까지의 회수율을 나타내었다.

소나무잎(n=6)의 평균회수율±표준편차는 각각 PCB 28(76.49±4.08), PCB 52(61.48±4.30), PCB101(70. 05±4.18), PCB 153(79.50±6.92), PCB 138(85.03±8.48), PCB 180(86.98±8.64) 및 PCB 209(78.65±9.74)로 PCB 종별로 61%~97% 까지의 회수율을 나타내었다.

두가지 식물을 이용해서 회수율을 산정한 결과, 은행잎이 소나무에 비해 다소 양호한 회수율을 보인 반면 재현성은 소나무 잎이 은행잎에 비해 다소 높게 나타났다.

Table 2. Recovery test of PCBs [%]

은행잎	PCB28	PCB52	PCB101	PCB153	PCB138	PCB180	PCB209
Mean	81.20	78.72	91.94	97.85	105.49	110.50	103.23
S.D	13.35	13.35	14.72	18.62	21.17	19.53	19.31

소나무잎	PCB28	PCB52	PCB101	PCB153	PCB138	PCB180	PCB209
Mean	76.49	61.48	70.05	79.50	85.03	86.98	78.65
S.D	4.08	4.30	4.18	6.92	8.48	8.64	9.74

참고문헌

유시균, 김태욱, 천만영 (1999) 다환방향족 탄화수소의 나뭇잎 침착, 한국환경농학회지, 18(2), 117-121

천만영, 김태욱 (1998) 소나무잎에 침착된 PCBs의 샘플링 오차에 관한 연구, 한국환경농학회지, 17(2), 117-121

Lancaster University(1995) PCB QA/QC PROTOCOL, Envrionmental Science Department, Lancaster University,