

GC/MS를 이용한 수질·토양 및 저질 시료 중 Organochlorinated Pesticides의 분석법

수질보전과, 폐기물분석과

조은정·최진택·강성원·조갑제·유은희·정재원·유숙진·이경심·이원구·지기원

Analytical Determination of Organochlorinated Pesticides in Water, Soils and Sediments Samples Using Gas Chromatography/Mass Spectrometry

Water Preservation Division, Industrial Waste Analysis Division

Eun-Jeong Cho, Jin-Taeg Choi, Seing-Won Kang, Gob-Je Cho, Eun-Hee Yu,
Jea-Won Jeong, Suk-Jin Yoo, Kyung-Sim Lee, Won-Ku Lee and Kee-Won Ji

Abstract

The simultaneous analysis of Organochlorinated pesticides(10), Endosulfan(2), Hexachlorocyclohexane(4), DDT(6), Chlordane(2) and Octachlorostyrene in Water, Soils and Sediments Samples was performed by gaschromatographymass spectrometry-selected ion monitoring mode. The Organochlorinated pesticides were extracted from sample with organic solvent and Florisil and Silica columns for clean-up procedure. Recovery studies were performed at 100-ng/ml level of Organochlorinated pesticides added to each Water and Soils sample. Their recoveries ranged 73.73~107.72% for water, $77.8 \pm 5.5\%$ for soil samples. Detection limits of Organochlorinated pesticides for water, soils and sediment samples are 0.0002~0.006ng/ml and 0.012~0.314ng/mg.

Key words : organochlorinated pesticides, water, soil, sediment

서 론

유기염소계농약에는 염소탄화수소계와 극성유기염소계살충제가 있다. 염소탄화수소계에는 DDT, BHC, 환상 디엔 화합물류와 같은 살충제가 있다. DDT는 1873년에 실험실에서 최초로 만들어진 가장 유명한 살충제 중 하나이다. 맛이나 냄새가 없으며 물에는 녹지 않고 지질에 잘 녹는 흰색의 가루이다. 빛이나 산화에 강하므로, 살포된 DDT는 땅이나 풀, 공기 중에 오랜기간 존재한다. 자연계에서 잘 분해되지 않으므로, 조류에서 대형동물에 이르기까지 먹이 연쇄를 거쳐 농축되는 대표적인 물질이다. 미국을 비롯한 몇몇 국가에서는 더 이상 DDT를 사용하지 않지만, 열대지역의 많은 나라에서는 아직도 말라리아를 없애기 위해 사용한다. 우리나라에서는 1976년 생산을 금지했고, 1979년부터는 사용이 금지되었다. DDT는 지질에 용해되기 때문에 인체에 들어오면 부신, 고환 갑상선에 대량으로 축적된다. 또 세포막은 대부분 지질로 되어있기 때문에, DDT는 쉽게 세포막 안으로 들어가면서 세포막에 큰 구멍을 내어 세포가 새겨 된다. 신경세포가 새겨 되는 경우 신호를 만드는데 극히 중요한 작용을 하는 나트륨 이온과 칼륨 이온이 새어나가므로 신호전달 체계에 이상이 생긴다. 그러므로 생물이 DDT에 오염되면, 근육의 수축과 이완을 조절하는 신경 신호에 문제가 생기면서 발작이나 마비 등으로 죽게 된다.

Hexachlorocyclohexane(BHC)은 1940년

프랑스와 영국의 곤충학자들에 의해 합성된 강력한 살충제이다. 염소방향에 따라서 이론적으로는 7개의 이성질체 존재가 가능하지만 존재하는 것은 주로 BHC의 4종으로서 그 비율은 70:9:13:8로 되어 있다. 살충력이 가장 강한 것은 γ 체로서 γ 체를 99% 이상 함유되도록 정제된 제품을 lindane이라 부른다. 물리화학적 성질은 이성질체에 따라 매우 상이하다. γ 는 극성인 용매에 쉽게 녹는데 반해 β 체는 대사에 의해 소멸되기 어렵다. 따라서 식물조직 중에 체류하고 있는 BHC 중에서는 β 체의 비율이 상당히 높게 된다. 회거나 노란색의 가루이면서, 그 증기에서는 곰팡이 냄새가 난다. DDT에 비해 살충 효과가 훨씬 빠르게 나타난다. 가격이 싸기 때문에 아직도 후진국에서는 많이 사용되고 있다. BHC는 오염된 농작물을 섭취함으로써, 상수원으로 사용되는 강에 BHC가 직접 흘러들어가서, BHC로 오염된 토양이 강으로 흘러 들어가 쌓이고, 그 토양 속의 BHC가 식수로 들어감으로써 우리 몸 속으로 들어온다. 신경계에 작용하여 경련, 호흡곤란, 흥분 등을 유발하며, 만성일 때는 신경과민과 체중감소를 일으킨다. BHC 증기는 눈, 코, 목구멍을 화끈거리게 한다. 피부에 직접 닿으면 피부가 붉게 변하면서 화끈거린다.

현재 세계야생보호기금(WWF, World Wildlife Fund) 목록에는 내분비계 장애 추정물질로 67종의 화학물질이 등재되어 있으며, 일본 후생성에서는 산업용화학물질, 의약품, 식품첨가물 등의 142종의 물질을

내분비계장애물질로 분류하고 있다.

인간을 포함한 생태계에 대해 나타날 수 있는 내분비계 장애물질의 대표적인 영향은 호르몬 분비의 불균형, 생식능 저하 및 생식기와 기형, 성장저해, 암유발, 면역기능 저해 등이 있다.

농약의 동시 다성분 분석에 관한 연구를 보면 김 등은 packed column을 사용하여 농산물에 첨가된 16종의 농약을 첨가하여 시료 처리후 85%이상의 회수율을 얻었고, 또다른 연구에서 김 등은 capillary column을 사용하여 19종의 농약을 분석하여 회수율 85%이상을 얻었다. 그후 김 등은 쌀과 콩 등에 25종의 유기인계와 유기염소계 농약을 첨가하여 ECD(electron capture detector)와 NPD(nitrogen phosphorous detector)를 사용하여 분석하였다.

따라서 본 연구에서는 수질, 저질 및 토양 중에 잔류하는 국내에서 내분비계장애물질로 규정한 Organochlorinated pesticides 10종, HCHs 4종, DDTs 6종, Chlordanes 2종, HCB, Endosulfans 2종, Octachlorostyrene 들의 동시에 정확한 정성 및 정량 분석법을 소개하였다.

실험 및 분석방법

1. 시약

본 연구에 사용된 25종의 유기염소계농약 표준물질과 3종의 내부표준물질(internal standard)들은 각각 Supelco사(미국), Dr.

Erenstrofer사(독일), Accu사(미국)의 시판 표준 시약을 구입하여 사용하였다. 세부 사항은 Table 1에 나타내었다. 또한 사용용매는 잔류농약 분석용 특급시약으로서 n-헥산과 아세톤(J.T. Baker, USA, Merck, Germany), 에테르(Cica-Reagent 300배 농축보충, Japan), 무수황산나트륨과 Sodium chloride(PCB분석용·잔류농약분석용, Cica-Reagent, Japan)를 구입하여 사용하였고, Florisil은 잔류농약분석용(60~100mesh)(Sigma Chemical Co, USA)을 구입하여 130℃에서 24시간 가열하고, 데시케이터에서 방냉 보존하면서 사용하였다. 가열 후 48시간이 경과한 것은 재 가열하여 사용하였다. 또한 5% 함수 실리카겔은 잔류농약분석용(Merck, Germany)을 구입하여 130℃에서 24시간 가열활성화 한 후 갈색 플라스크에 취하여 마개를 닫은후 실온까지 냉각한다. 실리카겔을 교반하면서 정제수를 부하하여 함수시키고, 마개를 닫고 발열이 끝날 때까지 조용히 혼합한다. 진탕기로 30분간 진탕후 데시케이터 안에서 마개를 닫고 24시간 보관한 것을 사용하였다. CuSO₄는 특급시약(99.5%, 120mesh, Aldridh, USA)을 구입하여 n-헥산으로 세정후, n-헥산 중에 보관하여 사용하였다.

2. 분석기기 및 장치

플로로실 컬럼은 테프론쪽을 부착한 안지름 15mm, 길이 30cm의 유리컬럼에 플로로실 10g을 n-헥산을 사용하여 습식 충전하고, 상부에 무수황산나트륨을 2cm 두께로

Table 1. Organochlorinated Pesticides Standrads

Compound	Amount	Specify
α -BHC ^a	1000ppm 1ml	Accu Standard, USA
Hexachlorobenzene ^a	1000ppm 1ml	Dr.Ehrenstrofer GmbH, Ger.
β -BHC ^a	1000ppm 1ml	Accu Standard, USA
γ -BHC ^a	1000ppm 1ml	Accu Standard, USA
δ -BHC ^a	1000ppm 1ml	Accu Standard, USA
Heptachlor ^a	100ppm 1ml	Dr.Ehrenstrofer GmbH, Ger.
Aldrin ^a	100ppm 1ml	Dr.Ehrenstrofer GmbH, Ger.
Dicofol ^a	1000ppm 1ml	Accu Standard, USA
Octachlorostyren ^a	1000ppm 1ml	Accu Standard, USA
Heptachlorepoixide ^a	1000ppm 1ml	Accu Standard, USA
Oxychlorodane ^a	1000ppm 1ml	Accu Standard, USA
Trans-Chlordane ^a	1000ppm 1ml	Accu Standard, USA
o,p'-DDE	100mg, Neat	Supelco, USA
Endosulfan- I ^a	1000ppm 1ml	Accu Standard, USA
Cis-Chlordane ^a	100ppm 1ml	Dr.Ehrenstrofer GmbH, Ger.
Trans-Nonachlor ^a	1000ppm 1ml	Accu Standard, USA
Dieldrine ^a	1000ppm 1ml	Accu Standard, USA
p,p'-DDE	100mg, Neat	Supelco, USA
o,p'-DDD	100mg, Neat	Supelco, USA
Endrin ^a	100ppm 1ml	Dr.Ehrenstrofer GmbH, Ger.
Endosulfan- II ^a	1000ppm 1ml	Accu Standard, USA
p,p'-DDD ^a	100ppm 1ml	Dr.Ehrenstrofer GmbH, Ger.
o,p'-DDT ^a	100mg, Neat	Supelco, USA
p,p'-DDT ^a	100ppm 1ml	Dr.Ehrenstrofer GmbH, Ger.
Metoxychlor	100mg, Neat	Supelco, USA
HCB- ¹³ C ₆ ^b	5mg, Neat	Accu standard, USA
p,p'-DDT- ¹³ C ₁₂ ^b	5mg, Neat	Accu standard, USA
Phenanthroren-d ₁₀ ^b	100mg, Neat	Accu standard, USA

a : ampule type

b : internal standard

적층한다. 실리카겔 칼럼은 테프론코를 부착한 안지름 10mm, 길이 30cm의 유리칼럼에 5% 함수 실리카겔 5g을 n-헥산을 사용하여 습식 충전하고, 상부에 무수황산나트륨을 2cm 두께로 적층한다. 농축장치는 Büchi사 (Switzerland)의 B461 회전식 감압 농축기를 사용하였으며, GC/MS 분석장비는 Agilent사 (Agilent, USA)의 6890 gas chromatography-5973 Mass selective detector 모델을 사용하였다. GC/MS에는 HP-5MS(30m×0.25mm×0.25µm)칼럼을 사용하였다.

3. 표준용액의 조제

표준용액은 각 분석대상물질과 내부표준 물질의 표준시료를 ng단위로 정확하게 칭량한 다음 아세톤에 녹여 1000µg/ml이 되도록 조제한 뒤, 경우에 따라 아세톤으로 희석된 10, 20, 20, 40, 50, 80, 100ng/ml의 혼합표준 용액을 만들어 사용하였으며, surrogate의 표준액은 HCB-¹³C₆ 및 p,p'-DDT-¹³C₁₂를 1000µg/ml이 되도록 조제한 뒤 20µg/ml을 10µl씩 시료에 첨가 사용하였다. 내부표준액은 Phenanthroren-d₁₀을 1000µg/ml가 되도록 조제한 뒤 희석하여 20µg/ml로 만들어 시료에 10µl씩 첨가하여 사용하였다. 모든 표준 원액 및 표준용액과 혼합액은 밀봉하여 냉동고에 보관하며 사용하였다.

4. 분석기기의 조건

25개 유기염소계 농약류 확인과 정량을 동시에 분리하기 위해 사용한 컬럼은 HP-5MS(5% phenylmethylsilicone 30m×0.25

ID×0.25µm)로서 컬럼 온도는 100°C에서 2min간 유지하고 12°C/min의 속도로 180°C까지 승온시킨 후 2°C/min의 속도로 210°C까지 승온한 후 다시 5°C/min의 속도로 250°C까지 승온시켰다. 시료의 주입은 splitless 법으로 하였으며, purge 개시시간은 0.5분으로 1µl를 주입하였다. 주입구 온도는 260°C였으며, Carrier Gas는 He으로 1.0ml/min의 유속으로 흘러주었다.

interface 온도는 280°C로, ion source 온도는 230°C로 하였다. MS의 이온화는 EI (electron impact)법이였으며, 이온화 전압은 70eV이었다.

25개의 유기염소계 농약류 혼합표준용액을 일정농도가 되도록 하여 GC/MSD scan mode로 측정하였다(Fig 1). 얻어진 크로마토그램과 질량스펙트럼을 통해 각각에 대한 정량이온과 확인이온을 결정하였다. 결과를 Table 2에 나타내었다.

5. 시료의 전처리

(1) 수질시료

시료 1ℓ를 정확히 분액여두에 취하고, 염화나트륨 30g 및 Surrogate 용액 200ng를 첨가하여 충분히 혼합한 후 녹인 다음 n-헥산 50ml를 넣어 10분간 진탕 추출한다. 추출조작을 2회 반복하고, n-헥산층을 합하여 무수황산나트륨으로 탈수한 후 Rotary evaporator를 사용하여 약 5ml까지 농축하고 다시 질소 가스를 불어넣어 1ml까지 농축하여 시료의 전처리액으로 한다.

시료의 전처리액을 실리카겔컬럼에 부하

Table 2. PRT and Measured ions of Organochlorinated Pesticides

Compound	RRT	Quantitation ion	Conformation ion	Compound	RRT	Quantitation ion	Conformation ion
β -BHC	0.902	181	219,109	Cis-Chlordane	1.649	375	373,237
Hexachlorobenzene	0.919	284	286,249	Trans-Nonachlor	1.673	409	407,411
β -BHC	0.965	181	219,109	Dieldrine	1.756	79	263,279
γ -BHC	0.982	181	219,109	p,p'-DDE	1.769	246	318,176
δ -BHC	1.045	181	219,109	o,p'-DDD	1.808	235	237,165
Heptachlor	1.192	272	274,100	Endrin	1.861	263	81,265
Aldrin	1.312	263	66,261	Endosulfan-II	1.912	195	241,237
Dicofol	1.353	139	250,111	p,p'-DDD	1.987	235	237,165
Octachlorostyren	1.461	380	343,308	o,p'-DDT	1.999	235	237,165
Heptachlorepoide	1.474	353	355,351	p,p'-DDT	2.194	235	237,165
Oxychlorodane	1.479	115	387,185	Metoxychlor	2.546	227	229,274
Trans-Chlordane	1.578	375	387,185	HCB- ¹³ C ₆	0.919	290	
o,p'-DDE	1.613	246	318,176	p,p'-DDT- ¹³ C ₂₂	2.194	247	
Endosulfan-I	1.631	195	241,339	Phenanthroren-d ₉	1,000	188	

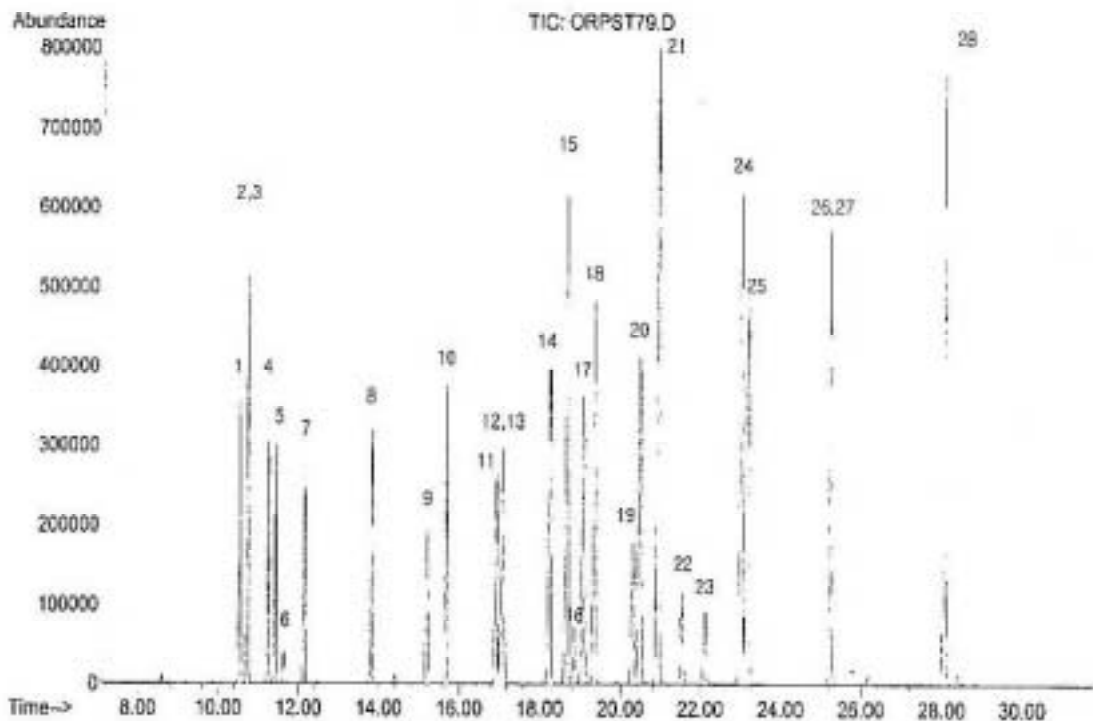


Fig 1. Total ion Chromatogram of Organochlorinated Pesticides.

하고, 사전에 실리카겔 용출패턴에서 계산된 양의 2% 아세톤·n-헥산을 유출시켜 분석 대상물질을 용출한다. 용출액을 수 ml까지 Rotary evaporator로 농축한 다음 실린지용 내부표준물질 Phenanthroren-d₁₀ 200ng를 가하고 질소가스를 불어넣어 1ml까지 농축하여 측정용시료액으로 한다.

(2) 저질 또는 토양시료

시료 약 20g을 마개달린 병에 취하여 Surrogate 용액 200ng을 첨가하고 충분히 혼합하여 1시간 방치하고 아세톤 50ml를 넣어 30분간 진탕 추출 후 초음파 추출을 15분간 행한다. 이 용액을 감압여과하여 상등액을 취한다. 추출분리조작을 3회 반복하고 추출액을 합하여 5% 염화나트륨 수용액 500ml를 넣어둔 분액여두에 옮긴다. 여기에 n-헥산 50ml를 넣고 5분간 진탕 추출한다. 이 추출조작을 2회 반복하고 n-헥산층을 합하여 무수황산나트륨으로 탈수하고 Rotary evaporator를 사용하여 약 5ml까지 농축하고 시료의 전처리액으로 한다.

시료의 전처리액을 플로로실컬럼에 부하하고, 사전에 플로로실 용출패턴확인에서 계산된 양의 n-헥산(Fr.1), 4% 디에틸에틸/헥산 100ml, 15% 디에틸에틸/헥산 150ml를 배분 5ml의 유속으로 순차적으로 유출시켜 분석대상물질을 용출한다. Fr.1에 환원구리 5~10g을 넣고 1분간 격렬히 혼합시켜 무수황산나트륨 10g을 충전한 유리칼럼(안지름 10mm, 길이 30cm)에 통과시

켜 여과한다. 각각 분획된 용매를 Rotary evaporator로 농축한 다음 실린지용 내부표준물질 Phenanthroren-d₁₀ 200ng을 가하고 질소가스를 불어넣어 1ml까지 농축하여 측정용 시료액으로 한다.

결과 및 고찰

1. 검출한계

수질시료의 검출한계 값은 20ng/ml 농도의 표준품 1μl를 시료에 첨가하여 7회 분석한 결과 각각의 물질들에 대해 0.0002~0.006ng/ml의 검출한계값을 얻었으며, 토양 및 저질시료의 경우 20ng/ml 농도의 표준품 1μl를 토양시료에 첨가하여 7회 분석 후 검출한계를 검토한 결과 각각의 물질들에 대해 0.012~0.314ng/ml의 검출 한계값을 얻었으며, Table 3에 검출한계를 정리하였다.

2. 검량선

실제환경 시료 내에 존재하는 미량의 유기염소계 농약류의 정량분석은 GC/MS-SIM 방식으로 검출된 각 이온크로마토그램상에서 검출된 농약류의 피이크 면적과 내부표준물질 피이크 면적비를 계산함으로써 정확한 정량값을 얻을 수 있다. 각 농약류가 함유된 시료에 200ng의 내부표준물질인 phenanthrene-d₁₀을 넣고 10~50ng/ml 범위에서 검량선을 최소자승법(least square method)으로 얻었다. 이들의 직선성은

Table 3. Detection limits of Organochlorinated Pesticides

Compound	Detection limit(ng/ml)	Detection limit(ng/mg)	Compound	Detection limit(ng/ml)	Detection limit(ng/mg)
β -BHC	0.001	0.028	Endosulfan- I	0.006	0.311
Hexachlorobenzene	0.0002	0.012	Cis-Chlordane	0.004	0.314
β -BHC	0.001	0.033	Trans-Nonachlor	0.002	0.173
γ -BHC	0.001	0.051	Dieldrine	0.002	0.077
δ -BHC	0.002	0.088	p,p'-DDE	0.003	0.112
Heptachlor	0.001	0.054	o,p'-DDD	0.002	0.145
Aldrin	0.001	0.053	Endrin	0.004	0.103
Dicofol	0.002	0.092	Endosulfan- II	0.003	0.178
Octachlorostyren	0.002	0.093	p,p'-DDD	0.003	0.169
Heptachlorepoide	0.002	0.081	o,p'-DDT	0.005	0.129
Oxychlorodane	0.002	0.081	p,p'-DDT	0.004	0.252
Trans-Chlordane	0.001	0.047	Metoxychlor	0.004	0.190
o,p'-DDE	0.005	0.241			

Table 4에 실었다. Table 4에서 보듯이 각각의 검량선 직선성은 0.9939~0.9996으로 나타났다.

3. 회수율 측정

회수율 실험을 위하여 수질 및 토양 시료에 각 100ng을 함유하는 표준품 혼합액을 첨가한 후 구한 표준편차 및 상대표준편차(RSD)를 구한 결과를 Table 5에 표시하였다. 분석법의 재현성은 상대표준편차로 표시하였는데, 상대표준편차는 $11.4 \pm 7.5\%$ 로 비교적 양호한 재현성을 얻을 수 있었다.

표준품의 평균 회수율은 물은 수질시료의 경우 73.73~107.72%의 범위였으며, 토양 및 저질 시료의 경우 67.07~87.78% 범위의 회수율을 얻을 수 있었다. 또한 실험의 회수율을 측정하며, 검정하는 목적으로 회수율 내부표준물질(syringe internal standard) 피이크와 내부표준물질의 피이크 면적을 계산하면 실험의 정확성을 보완할 수 있다. 일반적으로 $\text{HCB-}^{13}\text{C}_6 / \text{phenanthrene-d}_{10}$ 의 면적비로서 계산되는 회수율이 70% 미만이거나 120% 이상일 경우 저실험을 해서 정량을 확인해야 한다.

Table 4. Equations of calibration curves

Compound	Equation	linear coefficient
β -BHC	$y=0.0013x+0.0002$	0.9992
Hexachlorobenzene	$y=0.0104x-0.0139$	0.9973
γ -BHC	$y=0.0011x-0.0004$	0.9997
γ -BHC	$y=0.0010x-0.0001$	0.9996
δ -BHC	$y=0.0009+0.000006$	0.9993
Heptachlor	$y=0.0008x-0.0007$	0.9991
Aldrin	$y=0.0008x-0.0002$	0.9987
Dicofol	$y=0.0007x-0.0011$	0.9973
Octachlorostyren	$y=0.0009x-0.0001$	0.9992
Heptachlorepoxyde	$y=0.0009x+0.0003$	0.9992
Oxychlorodane	$y=0.0009x+0.0003$	0.9992
Trans-Chlordane	$y=0.0014x+0.000004$	0.9996
<i>o,p'</i> -DDE	$y=0.0027x-0.0035$	0.9989
Endosulfan- I	$y=0.0002x+0.000008$	0.9994
Cis-Chlordane	$y=0.0010x-0.0003$	0.9995
Trans-Nonachlor	$y=0.0016x+0.0047$	0.9951
Dieldrine	$y=0.0007x-0.0009$	0.9992
<i>p,p'</i> -DDE	$y=0.0020x+0.0020$	0.9966
<i>o,p'</i> -DDD	$y=0.0025x-0.0007$	0.9992
Endrin	$y=0.0046x-0.0093$	0.9976
Endosulfan- II	$y=0.0002x+0.00005$	0.9977
<i>p,p'</i> -DDD	$y=0.0015x+0.0007$	0.9992
<i>o,p'</i> -DDT	$y=0.0012x+0.0002$	0.9992
<i>p,p'</i> -DDT	$y=0.0010x+0.0033$	0.9939
Metoxychlor	$y=0.0013x-0.0001$	0.9993

Table 5. Recoveries of Standard by GC/MS-SIM

Compound	Water			Soil		
	Recovery	SD	RSD(%)	Recovery	SD	RSD(%)
β -BHC	96.23	0.03	4.0	85.45	0.05	7.6
Hexachlorobenzene	86.54	0.04	6.0	81.32	0.04	7.1
β -BHC	97.08	0.03	3.7	84.71	0.04	6.4
γ -BHC	107.72	0.03	3.9	87.71	0.04	5.3
δ -BHC	78.65	0.10	17.5	73.25	0.05	7.4
Heptachlor	86.31	0.04	4.7	76.38	0.04	6.5
Aldrin	85.45	0.03	4.3	73.29	0.04	6.6
Dicofol	98.52	0.16	19.8	77.65	0.08	12.4
Heptachlorepoxyde	85.43	0.04	5.3	80.47	0.05	6.8
Oxychlorodane	85.43	0.04	5.3	80.47	0.05	6.8
Trans-Chlordane	104.77	0.02	3.2	86.68	0.05	6.7
o,p'-DDE	103.96	0.03	4.1	87.78	0.08	14.5
Endosulfan- I	87.71	0.04	4.5	80.99	0.05	7.0
Cis-Chlordane	101.61	0.03	3.9	77.60	0.02	2.1
Trans-Nonachlor	89.94	0.03	3.8	80.75	0.12	17.7
Dieldrine	89.75	0.04	4.8	80.82	0.06	7.9
p,p'-DDE	83.97	0.03	3.5	73.09	0.05	8.4
o,p'-DDD	86.22	0.03	4.4	82.44	0.05	6.2
Endrin	87.79	0.05	7.4	86.76	0.05	6.5
Endosulfan- II	73.73	0.04	4.8	67.07	0.06	10.5
p,p'-DDD	83.65	0.03	4.0	78.87	0.04	6.0
o,p'-DDT	85.51	0.04	4.7	73.25	0.12	19.0
p,p'-DDT	86.3	0.04	5.3	81.90	0.06	7.6
Metoxychlor	90.85	0.04	4.9	87.20	0.06	7.1

결 론

수질, 토양 및 저질시료 중 유기염소계 농약류의 추출과 정제는 액액추출과 실리카겔컬럼, 초음파 추출법과 플로리실 컬럼

정제방법으로 성공적으로 수행 할 수 있었으며, 대체로 80% 이상의 회수율을 보여 주었다. 본 GC 조건에서 25개의 성분들이 잘 분리되었고, Endosulfan을 제외한 다른 물질에 대하여 높은 감도를 보여 주었다.

또한 동위원소로 치환된 내부표준물질과 회수율 내부표준물질의 사용으로 분석의 회수율과 정확한 정량분석을 검증할 수 있었으며, GC/MS-SIM mode로 극 미량의 유기염소계 화합물의 검출이 가능하였다. 이러한 정확한 정량 및 정성분석 결과를 토대로 환경오염 영향평가에 기여할 수 있을 것이다.

참고문헌

1. A. K. Singh, D. Spassova and T. White, *J. of Chromatogr. B.*, 706, 231-244, 1998.
2. D. young and S. Echols, *Chemosphere*, 37(4), 711-733, 1998.
3. S. Ayris, D. Smith and S.Harrad, *Chemosphere*, 35(5), 905-917, 1997.
4. 外因性内分泌攪亂化學物質暫定マニュアル, 環境廳水質保全局 水質管理課, 平成10年10月.
5. 내분비계 장애물질의 이해와 대응, 국립환경연구원, pp.8-28, 1999.
6. 내분비계 장애물질에 대한 연구계획과 대처방안, 식품의약품안전청, pp.1-7, 1998.
7. 노정구, 신허성화학물질과 환경오염, 국립환경연구원 환경요인과 생체 영향의 대책방안 pp.45-57, 1987.
8. 내분비계 장애물질의 측정분석 방법, 국립환경연구원, 1999.
9. Kim W.S., Park, H.J., Kim, Y.S. et., *Kor. J. Env. Hlth. Soc.*, Vol. 27, No. 1, pp 88 ~92, 2001.