

HPLC를 이용한 방역약품성분 동시분석에 관한 연구

폐기물분석과

박정옥 · 최유정

Study in Simultaneous Analysis of disinfection chemicals with HPLC

Industrial Waste Analysis Division

Jeong-Ok Park · You-Jung Choi

Abstract

Chlorpyrifos, deltamethrin, diazinon, dichlorvos and kadethrin are used with ingredients of insecticide. In this study, we investigated simultaneous analysis of those five ingredients by HPLC. First, we founded the best HPLC analysis condition of each ingredients and then simultaneous HPLC analysis condition. Also we have taken simultaneous analysis with GC, and compared the performance of HPLC and GC.

We analysed mixed standard of ingredients by HPLC(mobile phase: methanol :water(80:20), flow: 1.0 ml/min) at 213nm and 220nm. In case of 220nm we could obtain better reappearance and more stable chromatogram than those of 220nm.

When we compared the performance of HPLC and GC, we could obtain following results : in a view of promptitude, the performance of HPLC was more efficient than that of GC, but in simultaneous analysis of disinfection chemical the performance of GC was more efficient than that of HPLC contrarily.

Key Words : HPLC, GC, insecticide

I. 서 론

오늘날 산업 발달과 인구증가로 인한 오염물질 배출에 따라 날로 오염이 심화되어가고 있다. 이런 환경오염에 의해 각종 질병 및 해충도 다양화되고 생명력이 강해지고 있다. 삶의 질 향상에 맞추어 이러한 해충에 대한 제거에도 노력을 기울이는 요구에 부응하기위해 보다 살균력이 강한 살충제 및 약품들이 요구되어지고 사용되고 있는 것이 현실이다.

예년에 비해 살충력이 강한 약품도 많아지고 점차 인체에 유해성이 높아지고 있으나 이와 더불어 살충능력은 강하나 인체에는 무해한 약품개발에 주력하고자 하는 노력도 계속되고 있다. 방역약품으로 살충력강한 유기인제 농약이 주로 사용되었으나, 최근들어 피레스로이드계 농약이 개발되고 사용되는 점으로 보면 알 수 있다. 또 살충제 즉, 방역약품 성분대해 분석법도 GC(FID, ECD 등), HPLC, UV-VIS 법 등으로 다양하게 나뉘어져 있고 제조사마다 시험방법도 서로 상이하여 시간과 노력이 많이 소요되고 있는 실정이다.

HPLC(고속액체크로마토그래피, High Performance Liquid Chromatography)는 시료가 분리관에서 액체가 되어야 하므로 기체는 곤란하나 기체 시료 외 거의 모든 시료가 대상이 된다는 큰 장점이 있어 그 활용범위가 매우 크다. 즉 휘발성의 제한점, 열에 대한 안정성 및 분해되기 쉬운

물질의 제한점이 없을 뿐만 아니라 분자량이 큰 물질, 이온성인 물질, 고분자 화합물까지도 분리의 대상이 될 수 있어 그 활용도는 아주 다양한 편이다. 단백질, 핵산, 아미노산, 염료, 합성수지, 식물의 색소, 표면활성제, 다당류, 의약품, 극성지방, 폭약, 식물 및 동물의 대사물질등은 GC로 분석이 어려움이 있으므로 HPLC로 분리·분석한다.

따라서 본 연구에서는 방역약품 성분 중 최근 가장 빈번히 사용되고 있는 5가지 성분-Chlorpyrifos, Deltamethrin, Diazinon, Dichlorvos, Kadethrin에 대해 활용범위가 큰 HPLC를 이용하여 여러 성분을 동시에 분석가능한지를 알아보고 분석법을 개발하여 업무의 효율성을 높이고, 또한 GC를 이용한 동시분리의 가능여부와 효율성을 비교검토하여 업무에 가장 효율적으로 이용 가능한 시험법을 도출하여 신속 정확한 업무추진 방향을 찾아보고자 한다.

II. 문헌고찰

2.1 HPLC의 기본원리 및 활용분야

2.1.1 HPLC의 기본원리

크로마토그래피란 두 가지 이상의 성분으로 된 물질을 단일성분으로 분리하는 기법이다. 분리하고자 하는 물질의 각 성분은 두 종류의 상, 즉 고정상(stationary phase)과 이동상(mobile phase)에 다르게

분포하는데, 이 분포의 차이에 근거하여 분리가 이루어지는 것이다. 이동상으로 액체를 사용하는 경우를 액체크로마토그래피 (Liquid chromatography)라고 한다. 액체 크로마토그래피는 혼합물중의 성분들을 분리, 정성, 정량등의 분석 목적과 분리, 정제 등의 분취목적에 주로 이용되고 있다.

2.1.2 HPLC의 구성요소

액체크로마토그래피는 일정한 유속의 용매(이동상)를 사용한다. 주입부를 통하여 주입된 시료는 용매의 흐름에 따라 고정상(분리관, 컬럼)을 거쳐 검출기에 이른다. 검출기에 도달한 시료 성분은 전기적 신호로 변환되어 결과처리장치에 의하여 측정된다.

아래의 그림 2.1 에서 보는 것과 같이 HPLC를 구성하는 기본 요소를 요약하면 다음과 같다.

- 이동상 (Mobile phase)
- 펌프 (Pump)

용매 저장 용기에서 용매를 흡입하여 시료 주입기에서 검출기에 이르는 전 기

기 부분에 밀어 주는 역할을 한다.

- 시료 주입부 (Sample Injection Port)

분석하고자 하는 물질을 시스템중의 용매의 흐름에 연결시키는 역할을 한다. 분석 조건과 분석 대상 시료에 따라 다양한 종류를 선택 할 수 있다.

- 분리관 (Column)

관 모양의 용기에 충전제가 채워진 형태로 되어 있으며, 이 충전제의 물리적, 화학적 특성에 따라 다양한 종류의 컬럼이 있으며, 분석 대상 물질에 따라 선택할 수 있다. 충전물, 시료, 용매의 상호 작용에 의해 혼합물 속의 분석 대상 물질을 분리하는 역할을 한다.

- 검출기 (Detector)

컬럼을 통과한 용매와 시료는 지속적으로 전 시스템을 통해 흐르게 되고 컬럼에서 분리된 성분은 시간의 흐름에 따라 시간 간격을 두고 나오게 된다. 이때 검출기는 분석 대상 물질을 시간 간격에 따라 기기적으로 인지하여 전기적 신호로 바꾸어 준다. 결국 검출기를 지나가는 시료의 양에 따라 전기적 신호의 크기가 달라지

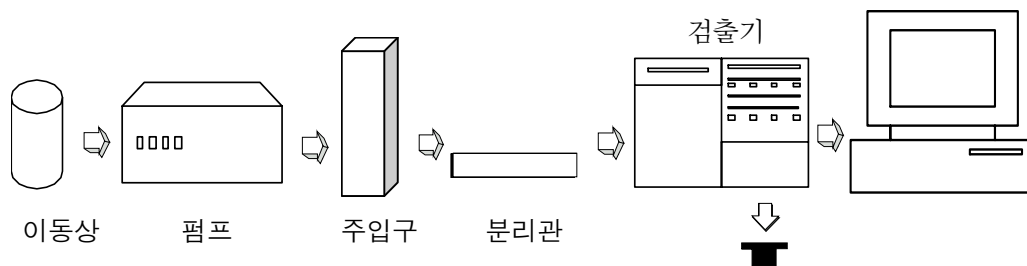


그림 2. 1 액체크로마토그래피의 구성도

게 되며, 이 신호의 크기가 시료를 정량하는 척도가 되는 것이다.

- 결과처리장치 (Integrator 또는 Computer System)

검출기에서 나오는 전기적 신호를 시간에 대한 신호의 크기로 받아 크로마토그램을 그려낸다. 결국, 컬럼을 빠져나온 분석 대상 물질 각각에 대한 시간 (머무름 시간, Retention Time)으로 분석 대상 물질을 포함하는 혼합물 속 물질들의 성분을 분석하며, 크로마토그램상에서 피크의 면적이나 높이로 정량을 한다.

과거에 주로 쓰였던 레코더는 단지 크로마토그램을 그려내는 것이었으나 현재에는 인테그레이터에 의한 자동 적분에 의해 크로마토그램상의 모든 정보를 얻는다.

2.1.3 HPLC 활용분야 및 GC와의 비교

HPLC는 음식물이나 수질에서의 잔류 농약 검출, 해양 생물의 색소 분리, 화합물 합성에서의 생성물 확인 및 분리, 아미노산 분석, Poly Aromatic Hydrocarbon의 분석, 단백질 정량분석, 음용수 내의 잔류하는 페놀류 분석, 뇨 분석, 약물이나 음료수 내의 성분함량 검증, 수 ppm 정도의 저 농도 물질 검출 등의 분석영역에 매우 광범위한 분야에 응용·활용되고 있다.

또한 크로마토그래피 중 HPLC로 분석할 수 없는 기체까지 분석 가능한 가스 크로마토그래피(Gas Chromatography)의 장점은 신속하고 분리도가 크고, 자동화가 되어 조작법도 간단하다는 것이었으나 대

상 시료의 제한점을 갖고 있다. 즉 시료는 기체이거나 휘발성이 커야 하며 열에 안정되고, 분리 도중에 분해되지 않아야 한다. 따라서 유기화합물에 국한하여 보면 전 시료의 약 20%만이 GC로 가능하다.

이와 반대로 HPLC는 시료가 분리관에서 액체상태에서 분리가능하므로 기체는 곤란하나 기체 시료 외 거의 모든 시료가 대상이 된다는 큰 장점이 있어 그 활용범위가 매우 크다. 즉 휘발성의 제한점, 열에 대한 안정성 및 분해되기 쉬운 물질의 제한점이 없을 뿐만 아니라 분자량이 큰 물질, 이온성 물질, 고분자 화합물까지도 분리의 대상이 된다. 단백질, 핵산, 아미노산, 염료, 합성수지, 식물의 색소, 표면활성제, 다당류, 의약품, 극성지방, 폭약, 식물 및 동물의 대사물질 등은 GC로서 분석이 어려우므로 HPLC로 분리·분석한다.

2.2 방역약품별 주요성분 및 사용현황

최근 시중에 사용되고 있는 방역약품명과 주성분 및 표시함량을 아래표 2.1과 같이 나타내었다.

우리나라에서 생산되는 살충제의 종류로는 정부방역용으로 kadethrin, deltamethrin (피레쓰로이드계) 및 chlorpyrifos (유기인제 혼합 분무유제), kadethrin, deltamethrin, chlorpyrifos, dichlorvos (dichlorvos, 유기인제) 혼합 연막유제, deltamethrin, Z-9-tricosene, diazinon (유기인제) 혼합 분제 등이 있다.

표 2.1 시판되고있는 방역약품별 주요성분 및 표시함량

상품명	성분	함량 (g/100mℓ)	상품명	성분	함량 (g/100mℓ)
나기졸	Cresol	5.5	로알킬러	Alpha Cypermethrine	4
	o-Dichlorobenzene	37		Cyfluthrin	1
	Xylenol	7.5		Prothiofos	10
뉴델타 S	Chlorpyrifos	3	메스탄	Cypermethrine	7.5
	Deltamethrin	2.5		Fluvalinate	7.5
	Kadethrin	0.5		Chlorpyrifos	5
뉴아이콘	Lamda-Cyhalothrin	2.5	사이포스	Cypermethrine	7
	P-Pyrimifosmethyl	2.5		Profenofos	33
델타그린 S	Chlorpyrifos	27	뉴프로그린	Imiprothrin	0.5
	Deltamethrin	2.5		Prothiofos	16
	Kadethrin	0.5		Deltamethrin	3
델타벤 EW	Deltamethrin	2.5	델타지논	Deltamethrin	2.5
	Diazinon	7		Diazinon	17
	Kadethrin	0.5		Dichlorvos	0.5
	Dichlorvos	10		Kadethrin	10
알파스타	Alphamethrin	2	에스람스린	Lamda-Cyhalothrin	1
	Bifenthrin	1		P-Pyrimifosmethyl	3
	Diazinon	22		S-Fenvalerate	3
델타포스	Chlorpyrifos	27	카델타 EW	Chlorpyrifos	3
	Deltamethrin	2.5		Deltamethrin	2.5
	Kadethrin	0.5		Kadethrin	0.5
로알다이하델타	Deltamethrin	0.05	카지논	Diazinon	9.5
	Diazinon	2		Dichlorvos	10
푸시킬라	Dichlorvos	20		카포스 F	Chlorpyrifos
	Fenvalerate	5	Dichlorvos		9.5
	Pushrins	10	Kadethrin		20
하이그린 S	하이시스사이퍼메스린	10	타샬	Cypermethrine	9
	Alpha Cypermethrine	5		Carbosulfan	10
	Chlorpyrifos	10		Bifenthrin	1

가정용 살충제로는 cypermethrin (피레스로이드계) 에어로졸제로 화초 해충 구제에 쓰이며, 에스바이올 (피레스로이드계)는 파리, 모기, 집진드기 구제용 등으로 시중에 유통되고 있다.

살충제중 가정용 살충제는 식약청이 약사법상 '의약외품'으로, 동물용(축사용) 살충제의 경우, 농림부가 '동물용의약외품'으로 분류하여 개별제품에 대한 안전성·유효성 심사결과 적합 여부에 따라 제조품목허가가 결정되고, 방역용 살충제는 의약외품으로도 규정되어 있지 않을 뿐만 아니라, 제조품목에 대한 허가없이도 생산, 사용할 수 있게 되어있으며, 지난 1996년 12월 31일 동법을 개정하면서 유독물 품목등록제도를 폐지함에 따라 그 품질관리를 위한 제도적 장치가 없는 실정이며, 유해화학물질관리법 개정으로 제조회사가 신고만 하면 제조가 가능하도록 되어 있다.

그리고 방역약품은 그 성분이 유독물에 해당되어 유해화학물질관리법에 의하여 관리되고 있는데, 2002년 9월말 현재 17개 방역소독제 제조업체가 유해화학물질관리법상의 유독물영업자로 등록되어 있으며, 방역소독제 제조에 사용되는 유독물 종류는 퍼머쓰린 등 22종에 이르고 있다.

2.3 방역약품성분 분석방법

현재 방역약품성분 분석방법은 법적으로 정해진 공정시험법이 없으며, 1997년 이후, 생산사마다 자가규격 및 시험방법을

사용하고 있고 가정용 살충제와는 달리 시험방법에 대한 인정기관도 없는 실정이다. 따라서 제품 생산업체에 따라 시험방법을 달리 사용하고 있어 방역약품에 사용된 성분이 어느 제조회사의 성분이나에 따라서 분석법이 달리 적용되고 있다.

2.4 분석 대상물질별 특성

본 연구에서 분석대상으로 하는 성분의 특성은 그림 2.2 와 같다.

III. 시험방법

3.1 시약 및 시액

본 실험에 사용된 시약은 모두 순도 99%이상의 표준품을 사용하였으며, 이동상으로서의 용매는 HPLC 법에 주로 사용되고 있는 HPLC용 메탄올과 물은 비저항값이 18MΩ 이상인 초순수를 사용하였다.

3.2 장치

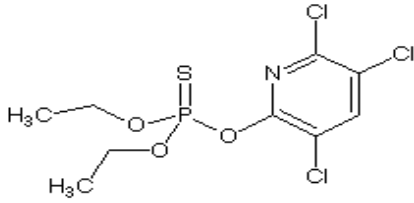
UV-VIS Spectrophotometer(CARY3, Varian, 호주), HPLC (HP1100 series, HP사, 미국) GC (CP9001, Chrompack, 네델란드)

3.3 조작조건

3.3.1 UV-VIS Spectrophotometer 측정조건

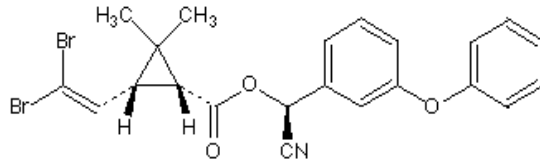
분석대상 물질의 최대 흡수파장을 찾기 위해 190nm-350nm 까지의 흡광도를 분석하였다.

클로르피리포스 (Chlorpyrifos)



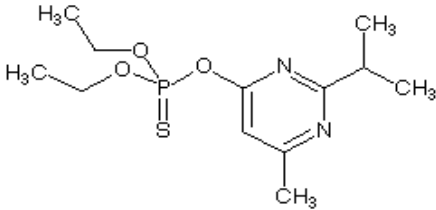
$C_9H_{11}Cl_3NO_3PS$, 분자량 350.59
유기인제 살충제

델타메스린 (Deltamethrin)



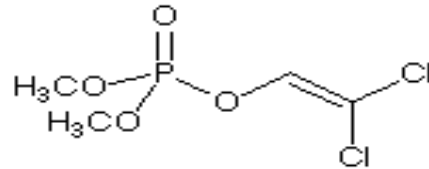
$C_{22}H_{19}Br_2NO_3$, 분자량 505.21,
피레스로이드계 살충제

다이아지논 (Diazinon)



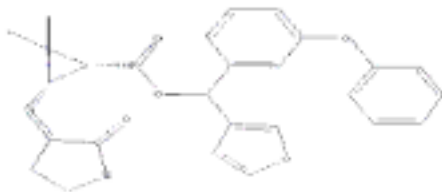
$C_{12}H_{21}N_2O_3PS$, 분자량 304.35
유기인제 살충제

디클로로보스 (Dichlorvos)



$C_4H_7Cl_2O_4P$, 분자량 220.98
유기인제 살충제

카데스린 (Kadethrin)



$C_{28}H_{26}O_5S$, 분자량 474.57
피레스로이드계 살충제

그림 2.2 대상물질 구조 및 특성

3.3.2 HPLC 측정조건

칼럼 : HP사, MOS-hypersil(5 μ m, 200mm \times 4.6mm)

이동상 : 메탄올 100%, 1.0ml/분,

메탄올:물 80:20, 1.0ml/분

칼럼온도 : 25 $^{\circ}$ C

검출기 : UV-VIS detector

주입기 : HP 자동주입기

주입량 : 5 μ l

3.3.3 GC-FID 측정조건

칼럼 : Chrompack사, CP-8CB (0.25 μ m, 0.32 mm \times 50m)

칼럼온도 : 120 $^{\circ}$ C(1min) - 12 $^{\circ}$ C/min - 270 $^{\circ}$ C(12min)

검출기온도 : 280 $^{\circ}$ C

주입구온도 : 270 $^{\circ}$ C

주입량 : 2 μ l

split비 : 20:1

3.3.4 정성 및 정량

분석대상물질을 5 - 20 mg/l 로 조제하여 UV-VIS 스펙트로포토메타에서 흡수파장을 조사하였으며, 적정파장에서 메탄올 100%를 이동상으로 하였을 때의 검출여부와 면적비를 조사하였다. 이동상을 메탄올:물의 비를 80:20으로 하였을 때 각각의 성분별에 대한 크로마토그램과 최적 흡수파장을 선택하여, HPLC에서 분석된 크로마토그램의 검출시간과 면적으로 정성·정량 하였다. 그리고 각각의 검량선을 작성하여 분석의 정확성 확인을 하였으며, 재

현성 확인을 위해 3회 씩 실험하여 표준 편차율을 구하였다. 그리고 참고로 가스 크로마토그래피에서 각각 물질의 분석가능 여부를 알아보기 위해 분석하였다.

IV. 결과 및 고찰

4.1 분석 물질별 최대흡수 파장의 선택

UV-VIS 스펙트로포토메타에서 각 성분이 자외선 파장에서 높은 흡광도 값을 보이는 파장선택을 위해 UV파장 190 nm-350 nm 사이에서 각 성분별에 대한 흡광도는 그림 4.1과 같다.

Chlorpyrifos는 203 nm, 229 nm, 290 nm 부근에서 각각 흡광도의 피크값을 알 수 있었다. Deltamethrin은 202 nm와 277 nm 부근에서 피크형태를 보였으며, Diazinon은 200-202 nm와 247 nm 부근에서 피크형태를 보였다. Dichlorvos는 202 nm 부근에서만 피크형태를 보이고 이후 급격히 낮아져 240 nm이후에도 흡수치가 거의 0에 가깝게 나타 났으며 다른 물질들에 비해 흡광도 값도 낮게 나왔다. Kadethrin은 201 nm부근과 276 nm 부근에서 비슷한 정도의 높은 흡광도 피크값을 보였다.

따라서 본 실험에서는 5가지 성분이 모두 동시에 분석가능한 파장을 찾아야했으므로 202 nm - 230 nm 까지의 파장범위를 정하여 목적성분들을 분석하기로 했다.

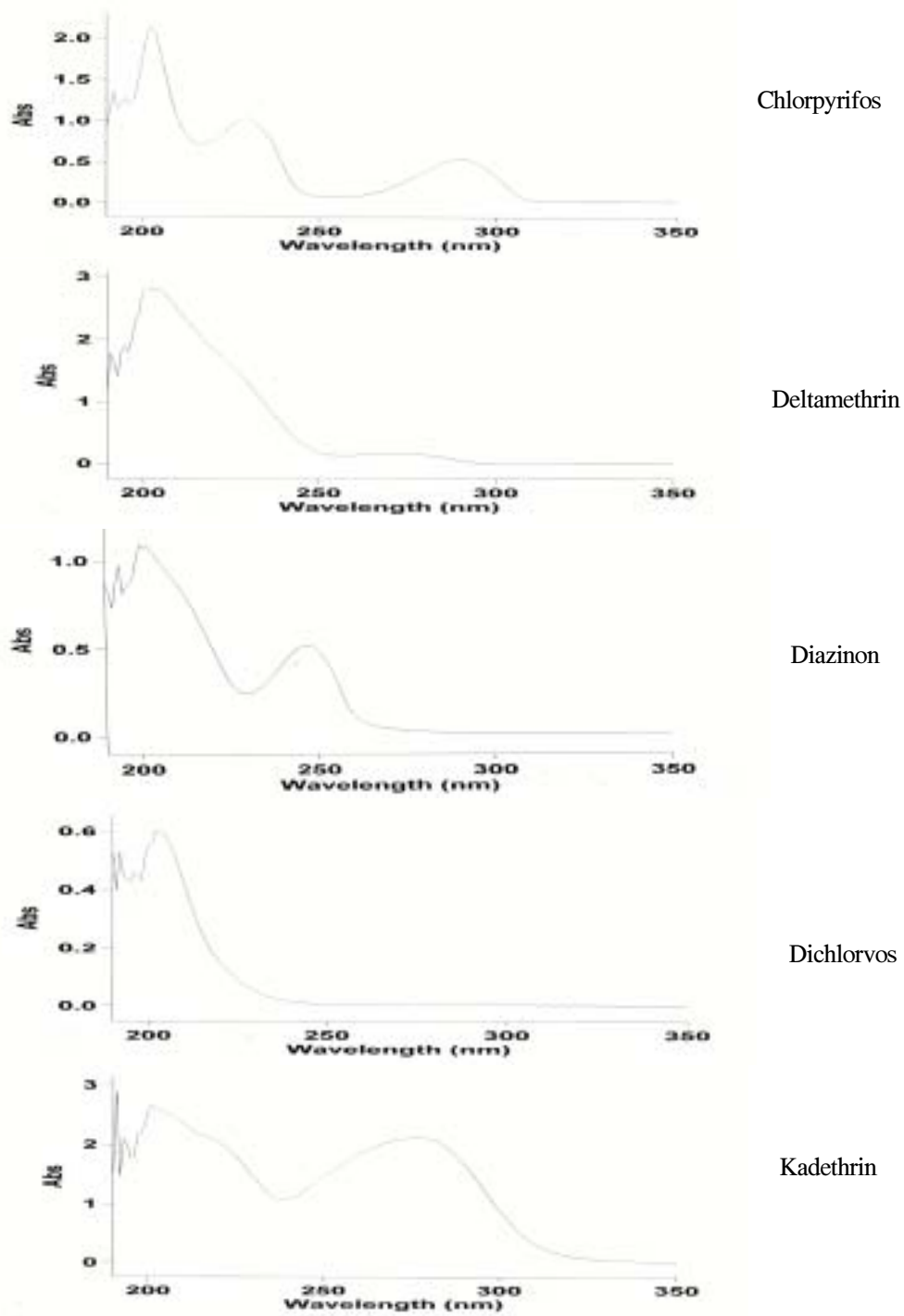


그림 4.1 자외선 흡수 파장에 따른 각 성분별 흡광도

4.2 최대 흡수 파장에서 각 성분별 HPLC 분석

위 5가지 성분의 물질을 동시분석하기 위해 공통된 흡수파장과 그 흡수파장에서의 물질의 감응정도를 알아보기 위해 메탄올 100%, 유속 1.0 ml/분에서 5 µl씩 주입하여 202 nm, 210 nm, 220 nm, 230 nm 각각의 파장에서 물질들의 검출을 확인하였다.

각 물질별 농도와 파장에대한 피크 면적은 표 4.1 과 같다. 표 4.1에서 보는 바와 같이 Diazinon과 Dichlorvos를 제외한 3가지 물질들은 202 nm에서 230 nm까지 40% 미만의 면적 감소를 보여 대체적으로 감도가 높은 편으로 나타났으나, Dichlorvos는 230 nm에서는 202 nm 의 10% 면적에도 못미쳐 급격하게 감도가 떨어짐을 알 수 있었고 농도도 다른 용액보다 월등히 높았으나 감도는 그다지 높지 않은 것으로 나타났다. 또한 Chlorpyrifos의 경우에는 그림 4.1의 흡광도 그래프에서 보이는 바와 같이 220

nm 부근에서 최저치를 보이다가 차츰 증가하여 230 nm 부근에서는 보다 높은 결과를 보였는데 HPLC 에서의 크로마토그램에서도 증가함을 알 수 있었다.

그림 4.2는 한 예로 Chlorpyrifos의 각각의 파장에 대한 HPLC에서의 크로마토그램을 나타낸 것이다.

4.3 적정 파장에서 성분의 재현성 조사 및 검량선 작성

모든 성분에서 가장 흡광도가 높은 202-210 nm 파장에서는 크로마토그램의 베이스라인의 불안정 등으로 값의 신뢰도가 떨어지고, 미량일 경우 대상 성분의 판별이 어려워 최종으로 213 nm와 220 nm 각각 성분의 표준액을 단계별로 희석하여 HPLC 에서 분석하여 그림 4.3과 그림 4.4와 같은 검량선을 얻었다. 이때의 분석조건은 유속 1.0 ml/분, 이동상은 메탄올과 물의 비를 80 : 20 으로 5 µl씩 주입하였다.

표 4.1 각각의 파장에서 물질의 피크면적

(area)

성분명	202 nm	210 nm	220 nm	230 nm
Chlorpyrifos (0.46 µg)	854	502	314	348
Deltamethrin (0.38 µg)	980	877	656	473
Diazinon (0.30 µg)	457	382	219	107
Dichlorvos (2.46 µg)	1244	889	294	106
Kadethrin (0.45 µg)	923	849	703	509

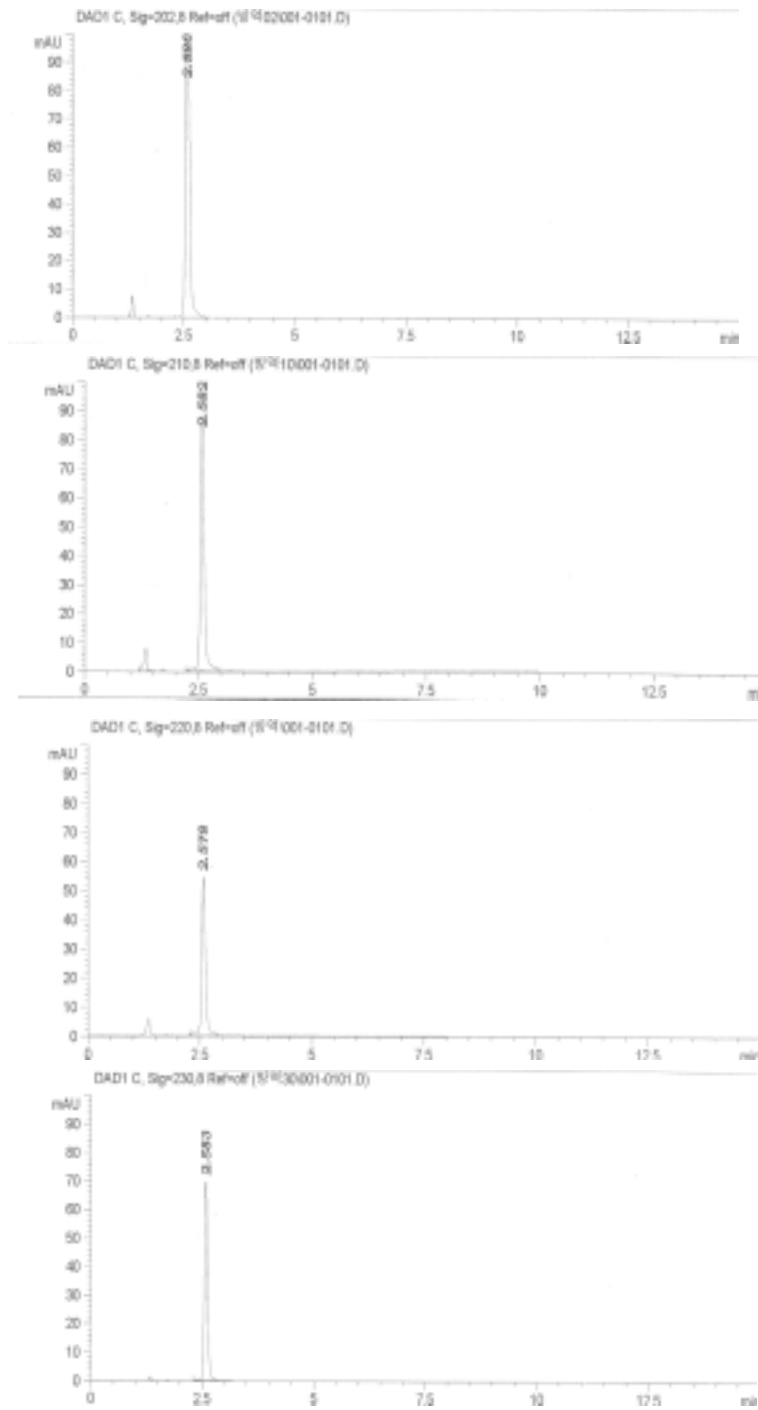


그림 4.2 202nm, 210nm, 220nm, 230nm 에서의 Chlorpyrifos의 HPLC 크로마토그램

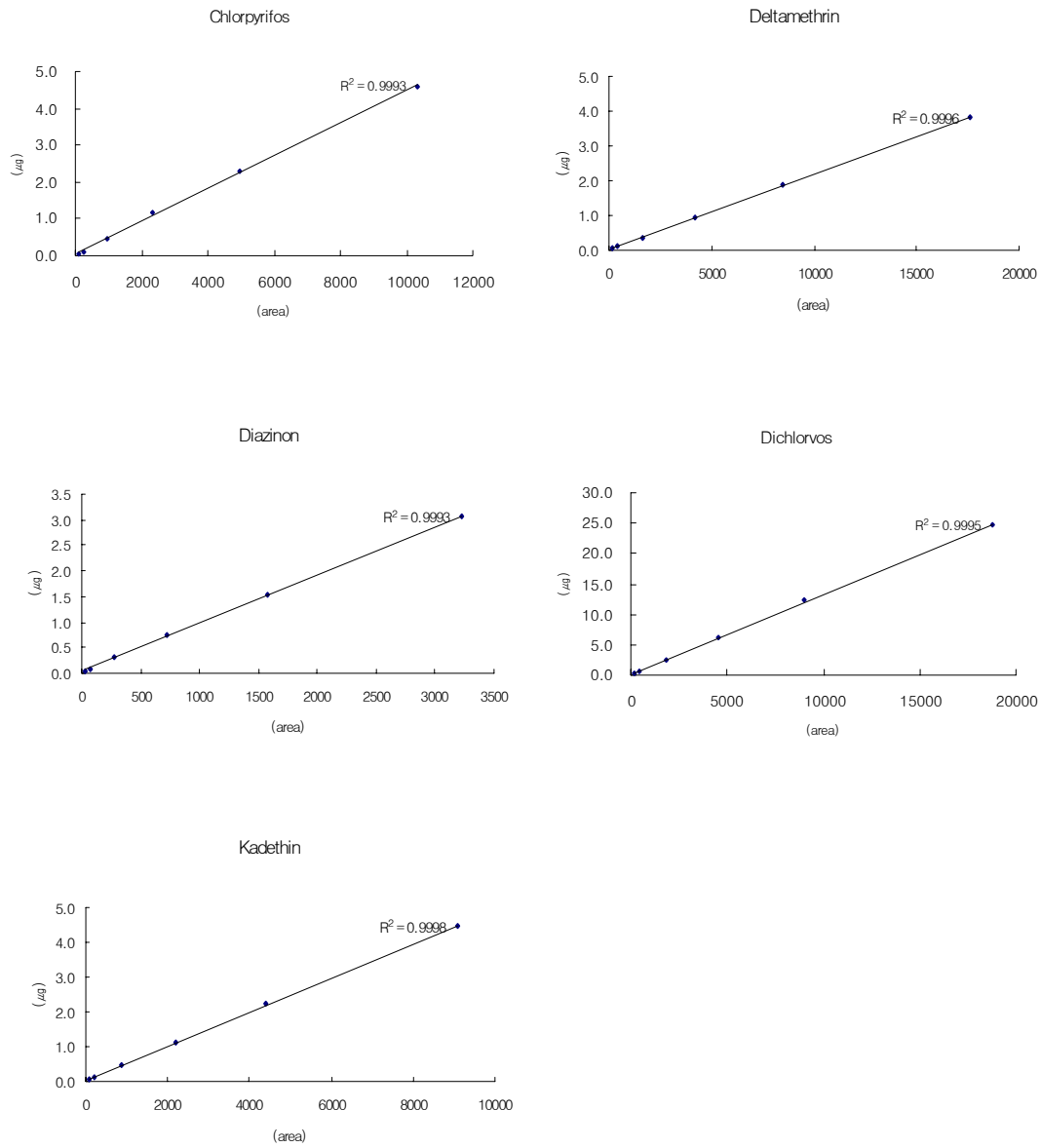


그림 4.3 213 nm에서 분석한 각 성분의 검량선

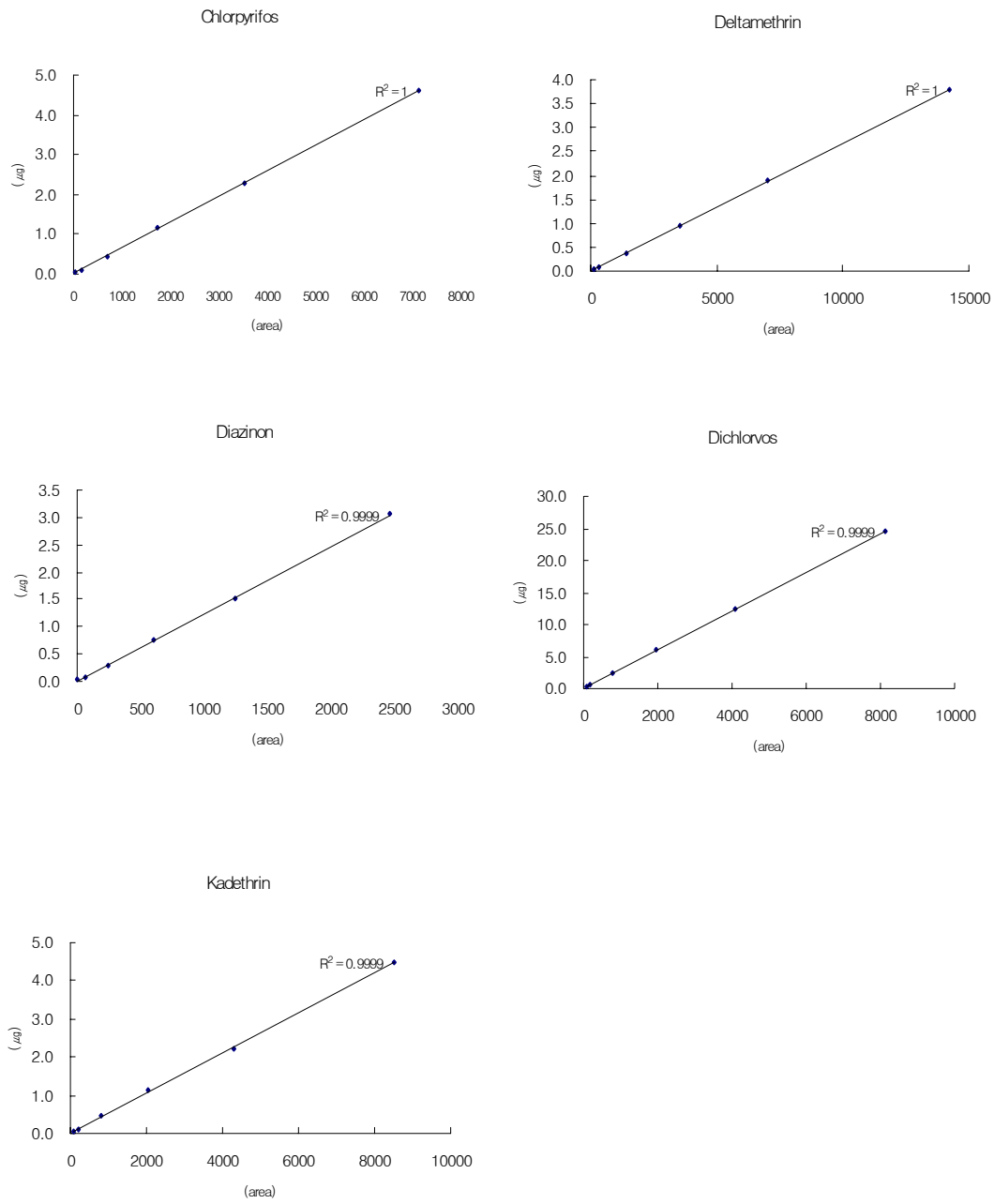


그림 4.4 220 nm에서 분석한 각 성분의 검량선

그림에서 보는 바와 같이 목적성분 모두 일정 농도 범위에서 직선성을 보여 분석의 정확성을 알 수 있었다. 본 실험은 재현성 확인을 위해 모두 3회씩 반복 하였으며, 검출시간과 면적의 RSD(%) 값이 220 nm 에서는 모두 2%대 미만으로 나타나 높은 재현성을 확인 할 수 있었다.

4.4 해당 파장에서 물질의 동시분석 실시

213 nm 와 220 nm에서 각 성분들의 분리도를 알아보기 위해 5가지 성분을 혼합

한 혼합 표준액을 조제하여 유속 1.0 ml/분, 이동상은 메탄올과 물의 비를 80 : 20 으로 10 μ l 주입하여 분석하여 아래 그림 4.5와 같은 크로마토그램을 각각 얻었다. 213 nm에서 물질들의 감도가 높게 나왔으며, 220 nm 에서는 비교적 안정된 크로마토그램을 얻을 수 있었으며 재현성도 220 nm에서 높게 나타났다.

검출순서는 2.6분대에서부터 Dichlorvos 154 mg/l, Diazinon 15.4mg/l, Kadethrin 24 mg/l, Chlorpyrifos 23.2 mg/l,

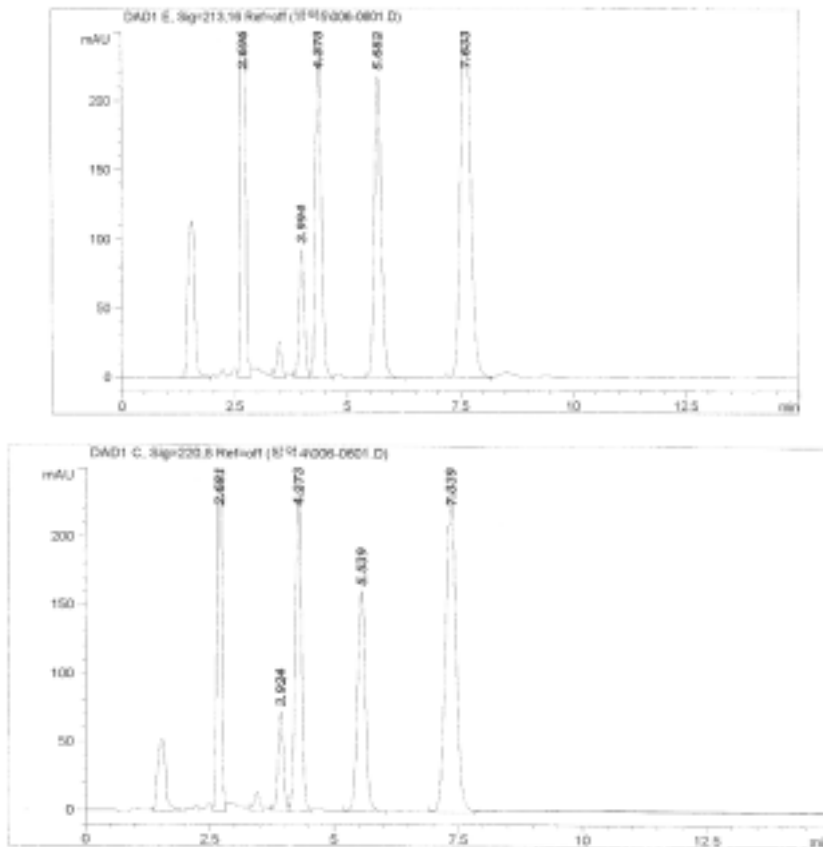


그림 4.5 213nm 와 220 nm에서 각각 분석한 크로마토그램

Deltamethrin 19.2 mg/l 순으로 검출되었으며, 검출시간과 면적의 재현성도 1-3% 대로 양호한 결과로 나타났다.

분석 대상성분 중 Chlorpyrifos를 제외한 4가지 성분이 함유된 시판 방역약품을 200배 희석하여 분석하였는데 표준용액에 비해 분리능과 재현성이 좋지 못한 것으로 나타났다.

4.5 GC에서의 분석

HPLC에서 동시분석된 혼합 표준용액을

GC에 2 μ l 주입하여 분석하였으며, 이때의 조건은 검출기온도 280 $^{\circ}$ C, 주입구온도 270 $^{\circ}$ C, 칼럼온도는 120 $^{\circ}$ C(1min) - 12 $^{\circ}$ C/min - 270 $^{\circ}$ C(12min)였으며, 칼럼은 CP-8CB를 사용하였다. 검출순서는 Dichlorvos, Diazinon, Chlorpyrifos, Deltamethrin, Kadethrin 순이었으며, HPLC와는 약간의 차이를 보였다. 또한 시판되고 있는 방역약품을 200배 희석하여 같은 조건에서 분석하였는데 재현성이 뛰어나고 분리능도 좋게 나타났다. 각각의 크로마토그램은 그림 4.7과 같다.

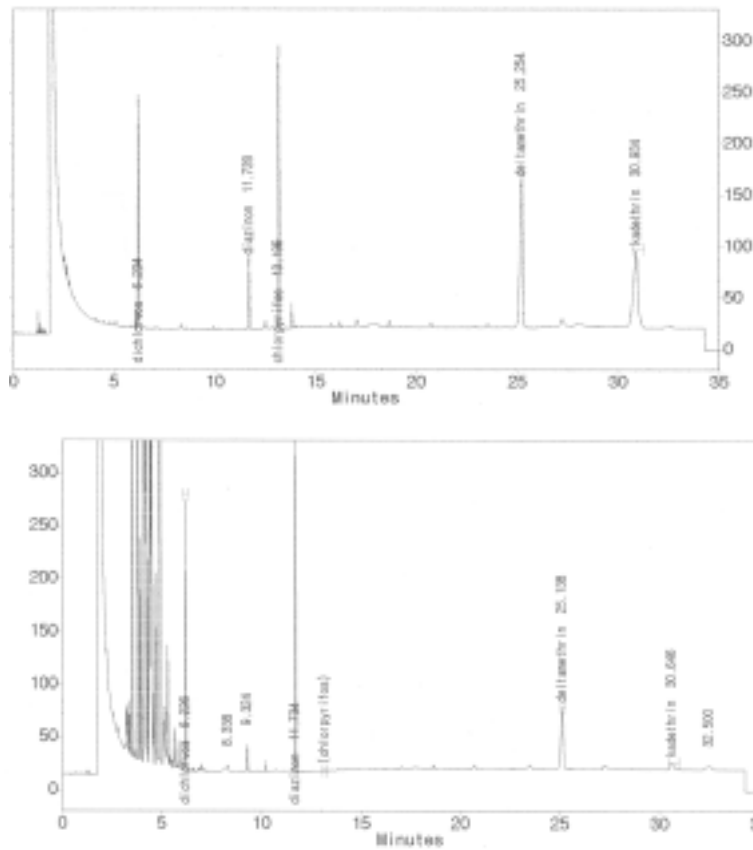


그림 4.7 GC로 분석한 표준용액 및 시료용액 크로마토그램

GC에서 분석한 결과 HPLC에서 분석한 것보다는 검출한계가 낮아 미량분석까지 가능하고 재현성이 뛰어난 것으로 나타났으나 검출시간이 30여분 정도로 HPLC의 10여분 정도에 비해 다소 오래 걸리는 것으로 나타났다.

4.6 HPLC와 GC법의 비교 분석

본 연구에서 HPLC로 방역약품 성분 분석을 한 결과, 조건은 HP사 MOS- hypersil 칼럼을 사용하였으며, 이동상은 메탄올:물=80:20 으로 하여 5 μ l씩 주입하여 UV-VIS 검출기로 213 nm와 220 nm에서 동시분석을 할 수 있었다.

또한 FID 검출기가 부착된 GC에서도 위와 같은 혼합액을 Chrompack사, CP- 8CB 칼럼을 이용하여 검출기온도 280 $^{\circ}$ C, 주입구온도 270 $^{\circ}$ C에서 각각 2 μ l씩 주입하여 동시분석을 할 수 있었다.

두가지 시험법에 대해 고농도인 방역약

품을 기타 다른 전처리 과정없이 희석만으로 분석가능하다는 시료의 특성상, 본 연구에서 얻은 결과를 표 4.2와 같이 비교해 보았다.

HPLC의 경우, GC에 비해 감도가 낮긴 하지만 분석조건의 변화가 간단하여 기기조작이 쉬우며 분석시간이 적게 소요되므로 신속하게 시료를 분석할 수 있어 업무처리면에서 효율적이라는 장점이 있으나, 시료성질이나 압력의 변화에 따라 RT의 변동이 있다는 단점이 있고 또한, 환경오염의 측면에서 GC에 비해 용매 사용량이 많고 실험실 폐액이 발생하여 다소 불리한 방법인 것으로 나타났다.

V. 결 론

HPLC를 이용한 방역약품성분 동시분석에 관한 연구를 한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

표 4.2 HPLC분석법과 GC법의 비교

	HPLC	GC
분석 원리	시료의 용해도에 기인한 고정상과 이동상의 선택성	휘발된 기체상태에서 고정상의 선택성 이용
분석조건변화	유속, 이동상 조성비	유속, 온도(주입구, 검출기,칼럼)
가스	N ₂ - 소량	N ₂ , H ₂ , Air - 많음
RT의 변화	있음	거의 없음
용매사용	많음	적음
검출기 감도	GC에 비해 낮음	높음
폐액	발생	-

1. UV-VIS 스펙트로포토메타에서 분석대상 물질의 각각의 흡광도값을 알아보고 각각의 성분대 대한 값이 일치하는 파장을 찾아 202 nm, 210 nm, 220 nm, 230 nm 에 대해 HPLC에서 분석하여 최적 흡광도 파장을 213 nm, 220 nm로 정하여 분석하였다.
2. UV-VIS 검출기가 부착된 HPLC로 적정 파장에서 각 성분에 대한 농도별 검량선을 작성하여 분석범위와 정확성을 확인하였으며, 이때의 재현성 표준편차는 1-3 %대로 양호한 결과를 얻었다.
3. 각 성분의 혼합표준액을 각각 15 - 150 mg/l 씩 조제하여 이동상은 메탄올:물을 80:20, 유속은 1.0 ml/min 일 때 ,213 nm 와 220 nm를 파장으로 분석하였는데, 213 nm 에서는 비교적 감도가 좋은 편이었으나, 220 nm에서 좀더 안정된 크로마토그램을 얻을 수 있었고 재현성도 우수한 것으로 나타났다.
4. 혼합표준액을 GC의 적정조건에서도 분석하였는데 HPLC보다 검출한계가 낮아 미량분석까지 가능하였으나 분석시간이 다소 많이 소요되는 것으로 나타났다으며, 시료용액의 경우 HPLC에서는 RT의 변화가 있었으나 GC에서는 안정된 크로마토그램을 얻었다.
5. HPLC는 신속하게 시료를 분석할 수 있어 업무처리면에서 효율적이었으나,

다양한 성분이 함유되어있는 방역약품 동시분석에 있어서는 GC보다 결과의 신뢰도는 낮은 것으로 나타났다.

참 고 문 헌

1. Merck Index 13th, Merck
2. 오보영, 배준현 등 4인, HPLC 및 GC에 의한 농약분석에서 전처리에 대한 연구, 대한화학회지43(6), p663-669, 1999
3. Tsumura,Y.등, HPLCを用いる農産物中のN-メチルカルバメート系農薬12種及びそれらの代謝物12種の同時分析, 食品衛生學雜誌 39(6), p357-367, 1998
4. Satoh,S. 등, HPLC에 의한 골프장 농약 측정의 광 추출 컬럼법 검토, 環境과測定技術23(9), p20-36, 1996
5. Yoshii,K. 등, 超臨界流體抽出及びHPLCによる穀類中 15種農薬の一齊分析法の検討, 食品衛生學雜誌 39(3), p184-191
6. HPLC의 이론과 실제, (주)인터페이스 엔지니어링 세미나자료집
7. 유해화학물질관리법, 환경부
8. HPLC 기초이론, <http://www.insung.net/cgi/news.cgi?cmd=down&com=>
9. 기기원리(HPLC), http://www.labfrontier.com/warehouse/lc_hplc_body.asp