

HS-GC/FID를 이용한 특수건강진단 항목 3 종 동시 분석

Simultaneously analysis of Special Medical Check-up compounds by Headspace-Gas chromatography

■ 서론

특수건강진단은 산업안전보건법 제 130조(특수건강진단 등)에 따른 특수건강진단 대상업무(고용노동부령으로 정한 유해인자에 노출되는 업무)에 종사하는 근로자에게 유해인자별 정해진 시기 및 주기에 따라 특수건강진단을 실시하는 제도로 직업성 질환을 예방하고 근로자의 건강을 보호·유지하기 위함이다.

일반적으로 근로자들의 유해물질에 대한 노출정도를 평가하는 방법에는 작업장 공기 중의 환경농도를 측정하는 방법과 노출된 근로자의 혈액이나 요 중 대사물질을 측정하는 생물학적 노출평가(이하 노출평가) 등이 있다.¹⁾ 노출평가에서 생물학적 노출지표 물질은 생체 흡수 정도를 반영하는 물질을 말한다. 일반적으로 유해물질 자체가 그 생산물, 생화학적 변화물 등을; 생물학적 노출지표로 지정해 작업환경 중 노출정도를 산정한다.²⁾

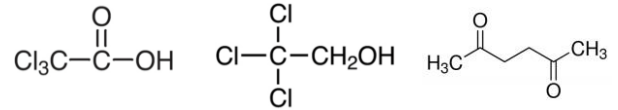
특수 건강진단의 유해물질 항목 중 Trichloroethylene은 체내에 흡수된 후 Trichloroacetic acid(이하, TCA) 18%, Trichloroethanol(이하, TCE) 33%로 배출되며 이때 유리형 또는 포함체로 배출된다.²⁾ 또한 n-Hexane은 체내에 흡수된 후 15% 이하가 2,5-Hexanedione으로 대사되어 소변으로 배출된다.³⁾ 이에 Trichloroethylene, n-Hexane에 노출된 근로자의 작업환경 중 노출 평가를 위한 생물학적 노출지표물질로 각각 TCA, TCE 및 2,5-Hexanedione을 지정하고 있으며, 각 물질의 구조식은 그림 1과 같다.

현재 이와 관련된 분석법으로 한국산업안전보건공단에서 제공하고 있는 "KOSHA Guide H-20-2020" 중 트리클로로에틸렌의 생물학적 노출지표물질 분석에 관한 지침²⁾ 및 n-Hexane의 생물학적 노출지표물질의 분석 기술지침³⁾이 있다.

이에 이 뉴스레터에서는 TCA, TCE 및 2,5-Hexanedione 3종 동시 분석을 위한 HS-GC/FID 분석 방법을 소개하고자 한다.

■ 표준용액

10 mg의 TCA, TCE 및 2,5-Hexanedione을 각각 부피 플라스크에 넣은 뒤, 10 mL의 증류수로 정량하여 이를 표준용액(1,000 µg/mL)으로 사용하였다. TCA 500 µL, TCE 200 µL 및 2,5-Hexanedione 100 µL를 10 mL 정용 플라스크에 넣고 증류수로 희석하여 Level 5의 표준용액을 제조하였다. 이후, 표 2와 같이 해당 표준용액을 증류수로 희석하여 Level 1 - 4까지의 표준용액을 조제하였으며, 각각의 표준용액 0.45 mL를 분취하여 시료 조제와 같은 방식으로 전처리하여 이를 검량 곡선용 표준용액으로 사용하였다.



Trichloroacetic acid Trichloroethanol 2,5-Hexanedione

그림 1. 분자 구조식

■ 기기 분석 조건

표 1. 기기분석 조건

Headspace system	HS-20
Measurement mode	: Loop
Oven Temp.	: 100 °C
Heating Time	: 60 min
Sample Line Temp.	: 195 °C
Transfer Line Temp.	: 200 °C
Shaking level	: Level 5
Injection Time	: 0.5 min
GC system	Nexis GC-2030
Detector	: FID-2030 flame ionization detector
Analytical Column	: Rtx-624 (60 m × 0.25 mm I.D., d.f.= 1.4 µm)
Column Temperature	: 100 °C (2 min) - 20 °C/min - 240 °C (10 min) Total 19 mins
Carrier gas	: He (1.5 mL/min)
Injection Mode	: Splitless
Detector Temperature	: 240 °C
Make up Gas	: He 24 mL/min
Detector Gas	: H ₂ 32 mL/min, Air 200 mL/min

표 2. 각 성분 별 표준용액 농도 범위

No	성분명	Conc. (mg/L)				
		Level 1	Level 2	Level 3	Level 4	Level 5
1	TCA-Me	2.5	5	12.5	25	50
2	TCE	1	2	5	10	20
3	2,5-Hexanedione	0.5	1	2.5	5	10

■ 시료 조제

22 mL 헤드스페이스 바이알에 가수분해 시약인 황산수소나트륨(NaHSO₄)을 1 g, TCA 유도체화 분석을 위한 메탄올 50 µL를 첨가한 다음, 농도별로 준비된 표준용액 및 인공 소변을 0.45 mL 첨가한 후, HS-GC/FID를 이용하여 분석하였다.

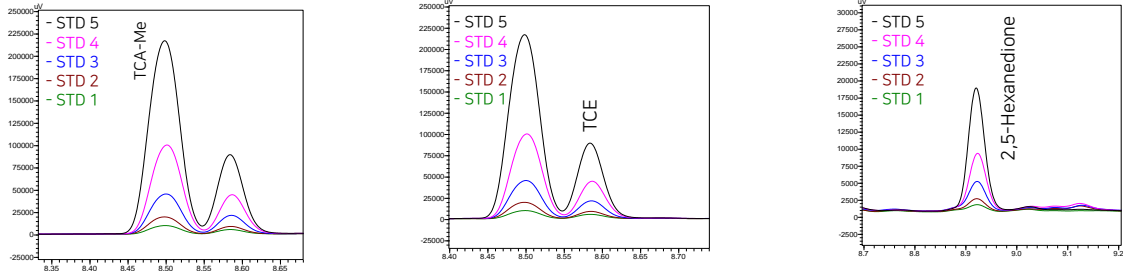


그림 2. Trichloroacetic acid, Trichloroethanol 및 2,5-Hexanedione의 검량곡선 크로마토그램(Level 1- Level 5)

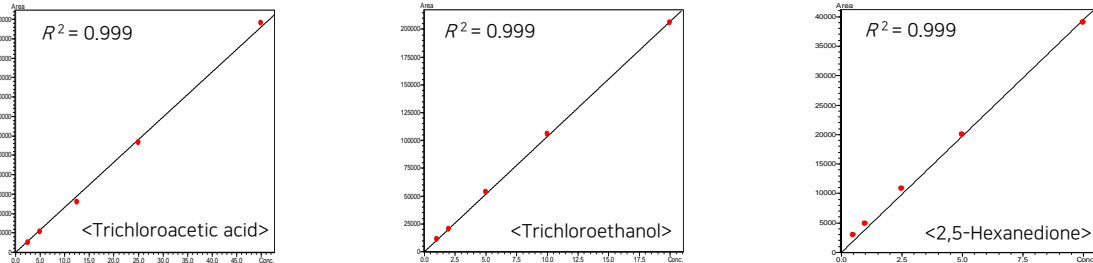


그림 3. Trichloroacetic acid, Trichloroethanol 및 2,5-Hexanedione의 검량곡선

회수율 시험

회수율 평가는 저농도(Level 2) 및 고농도(Level 4)를 사용하였으며, 인공 소변 0.45 mL에 저농도 회수율은 Level 2의 10 배가 되는 표준용액을 50 µL, 고농도 회수율은 Level 4의 10 배가 되는 표준용액을 50 µL 각각 첨가하였다. 이를 시료 조제와 같은 방식으로 전처리하여 농도 당 3 반복 분석하였다. 또, 무처리 blank 시료로 인공 소변 시료를 사용하여 함께 분석하였다.

검량곡선

검량곡선에 사용된 TCA, TCE 및 2,5-Hexanedione의 크로마토그램은 그림 2와 같으며, 검량 곡선 및 결정계수(R^2)는 그림 3과 같다. 각 성분의 결정계수(R^2)는 0.999로 모두 양호한 직선성을 보였다.

회수율 분석 시험 결과

저농도 및 고농도 회수율 분석 결과, 표 3에서 보는 것과 같이 모든 농도에서 (90.9 - 109.3) % 수준의 우수한 회수율을 보였으며, RSD(%)도 5 % 이하로 우수하게 나타났다.

결론

이 뉴스레터에서는 특수건강진단 항목 중 Trichloroethylene 및 *n*-Hexane에 노출된 근로자의 작업환경 중 노출 평가를 위한 생물학적 노출지표물질 TCA, TCE 및 2,5-Hexanedione을 HS-GC/FID로 동시 분석하였다. 분석 결과, 검량곡선의 직선성은 모두 결정계수(R^2) 0.999 이상으로 우수하게 나타났으며, 회수율 분석 결과도 (90.9 - 109.3) % 수준으로 우수하게 나타났다. 또, RSD(%)도 5 % 이하로 우수한 재현성을 보이는 것으로 나타났다.

표 3. 회수율 분석 결과 (n=3)

Name	Retention time (min)	Conc.* (µg/mL)	Recovery (%)	Ave.** (%)	RSD (%)
Low recovery					
TCA-Me	8.500	5.44	108.8	106.1	3.0
	8.504	5.14	102.8		
	8.502	5.33	106.6		
TCE	8.588	2.00	100	102.8	2.8
	8.591	2.06	103		
	8.589	2.11	105.5		
2,5-Hexanedione	8.923	1.02	102	101.3	0.6
	8.927	1.01	101		
	8.924	1.01	101		
High recovery					
TCA-Me	8.501	26.52	106.08	109.3	3.3
	8.504	27.26	109.04		
	8.502	28.17	112.68		
TCE	8.587	10.01	100.1	103.5	3.1
	8.590	10.62	106.2		
	8.589	10.43	104.3		
2,5-Hexanedione	8.923	4.56	91.2	90.9	4.4
	8.926	4.32	86.4		
	8.924	4.76	95.2		

Conc.* Concentration
Ave.** Average

참고문헌

- 1) 황정호 외, 툴루엔 노출 근로자의 생물학적 노출지표로서의 요 중 마노산, 툴루엔 및 오르토-크레졸 비교, 한국산업위생학회지, Volume 12, 2002, 79-87.
- 2) KOSHA Guide (H-20-2020), 트리클로로에틸렌의 생물학적 노출지표물질 분석에 관한 지침, 한국산업안전보건공단, 2020.12.
- 3) KOSHA Guide (H-139-2021), 노말hex산의 생물학적 노출지표물질 분석에 관한 기술지침, 한국산업안전보건공단, 2021.10.