

# Application News

No. SSK-GCMS-2302

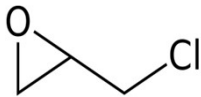
Gas Chromatograph Mass Spectrometer, HS-20, GCMS-QP™ 2020 NX

## HS-GC/MS를 이용한 수질 중 Epichlorohydrin 분석

Analysis of Epichlorohydrin(ECH) in water by Headspace Gas Chromatograph Mass Spectrometer

### ■ 서론

에피클로로하이드린(Epichlorohydrin, 이하 ECH)은 주로 다양한 수지(에폭시, 이온교환 등) 및 합성 글리세린 생산에 사용되고 있으며, 이 외에도 계면 활성제, 가스제, 염료, 의약품 등에서 탄소함유 제품의 안정제로 사용되고 있다. ECH의 구조는 그림 1과 같으며, 염소 원자와 에폭시 브리지의 존재로 인해 반응성이 매우 높다. 또한 특정 알칼리 금속 또는 염화철 및 염화알루미늄과 같은 알칼리 토금속과 금속 분말(아연, 알루미늄 등) 사이의 반응이 매우 격렬하게 일어날 수 있다. ECH는 유독성이며 돌연변이 유발 효과가 있는 발암추정물질로, 급성 중독으로는 피부 및 점막 자극, 호흡 마비, 그리고 신장 및 간 손상 등을 일으킬 수 있으며, 만성중독으로는 폐, 간 및 중추신경계에 유해 반응을 일으켜 눈과 폐에 알레르기 효과 및 변화를 보이기도 한다.<sup>1)</sup> 이러한 ECH는 물과 접촉하는 다양한 물질에서 물의 이동을 통해 물 속에 존재할 수 있는데, 이에 국내에서는 '물환경보전법 시행규칙 제34조 수질오염물질의 배출허용기준'에 따라 ECH를 관리하고 있으며, 이를 분석하기 위한 시험법으로는 수질오염공정시험기준 중 '에피클로로하이드린-용매추출/기체크로마토그래피-질량분석법(ES 04608.1)'을 제정하여 사용하고 있다.<sup>2)</sup> 그러나, 현 시험법 상에서의 용매추출법의 경우, 추출 및 농축과 같은 전처리 과정이 포함되기 때문에 다량의 용매가 사용되고, 전처리 시간이 많이 소요된다는 단점이 있다. 이에 본 뉴스레터에서는 헤드스페이스-기체크로마토그래피-질량분석기를 이용한 분석법을 소개하고자 하며, 이 분석법의 검증을 위해 내부표준물질을 이용한 검량선의 결정계수 ( $r^2$ ), 정확도, 정밀도, 검출한계 및 정량한계를 평가하였다.



Epichlorohydrin, ECH

그림 1. 분석 대상 물질의 구조식

### ■ 실험

표준물질 ECH와 내부표준물질인 Fluorobenzene은 Sigma-Aldrich사의 시약을 사용하였으며, 20 mL 헤드스페이스 바이알에 샘플 10 mL과 내부표준물질을 첨가하여 분석하였다.

정확도 및 정밀도의 평가는 농도 5 µg/L 표준물질을 3 회 반복 분석하였으며, 정량한계 및 검출한계의 평가는 농도 2.5 µg/L 표준물질을 7 회 반복 분석하여 평가하였다.

### ■ 기기 분석 조건

표 1. GC 기기 분석 조건

Headspace	
system	: Shimadzu HS-20
Measurement mode	: Loop
Oven Temp.	: 75 °C
Sample Line Temp.	: 150 °C
Transfer Line Temp.	: 180 °C
Shaking level	: Level 3
Injection Time	: 1.0 min
Pressurizing Time	: 0.5 min
GC Chromatography	
system	: GCMS-QP2020NX
Carrier gas flow mode	: Column flow
Carrier gas	: He (1.0 mL/min)
Injection Mode	: Split (5:1)
Analytical Column	: Rtx-624 (60 m × 0.25 mm I.D., d.f.= 1.4 µm)
Column Temp.	: 40 °C (2 min) → 5 °C/min → 140 °C → 20 °C/min → 220°C(4 min)
MS spectrometry	
Ion Source Temp.	: 200 °C
Interface Temp.	: 230 °C
SIM m/z	: ECH(57, 27, 49, 62), ISTD(96, 70)



그림 2. HS-20/GC-MS 2020NX

■ 결과

검정곡선

결정계수( $r^2$ ) 0.999로 우수한 직선성을 보이는 것으로 나타났다. 내부표준법을 이용하여 검정곡선을 작성하였으며, 내부표준물질인 Fluorobenzene의 농도는 4 µg/L 가 되도록 하였다. 검정곡선은 그림 3과 같이 0.5, 1, 2, 5, 10 µg/L 농도의 표준용액을 이용하여 작성하였다.

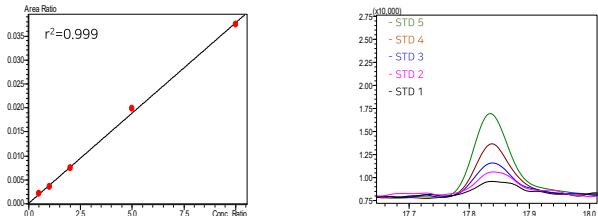


그림 3. ECH의 검정 곡선 (0.5 ~ 10) µg/L

정확도 및 정밀도

정확도 및 정밀도 평가를 위해 정제수에 ECH 농도가 5 µg/L 이 되도록 표준용액을 첨가하여 3 회 반복 분석하였으며, 그 결과는 표 2에서 보이는 것과 같이 회수율 90 %, RSD(%) 2.4로 나타났다.

검출한계 및 정량한계

수질오염공정시험기준의 ECH 정량한계인 3 µg/L 농도와 유사한 수준인 2.5 µg/L 가 되도록 정제수에 ECH 표준용액을 첨가하여 시험용액 7개를 조제하였다. 검출한계는 표준편차에 3.14, 정량한계는 표준편차에 10을 곱한 값으로 산출하였으며, 그 결과 및 크로마토그램은 표 3과 그림 4에 각각 나타났다.

표 2. ECH 재현성 및 회수율 결과 (농도 5 µg/L, n=3)

	ECH				RSD (%)	Recovery(%)
	1	2	3	Average		
Conc. (µg/L)	4.67	4.43	4.40	4.48	2.4	90

표 3. ECH 검출한계 및 정량한계 결과 (농도 2.5 µg/L, n=7)

농도 (µg/L)	ECH							RSD (%)	검출한계 (µg/L)	정량한계 (µg/L)	
	1	2	3	4	5	6	7				Average
2.5	2.28	2.36	2.29	2.36	2.36	2.29	2.30	2.32	1.63	0.12	0.38

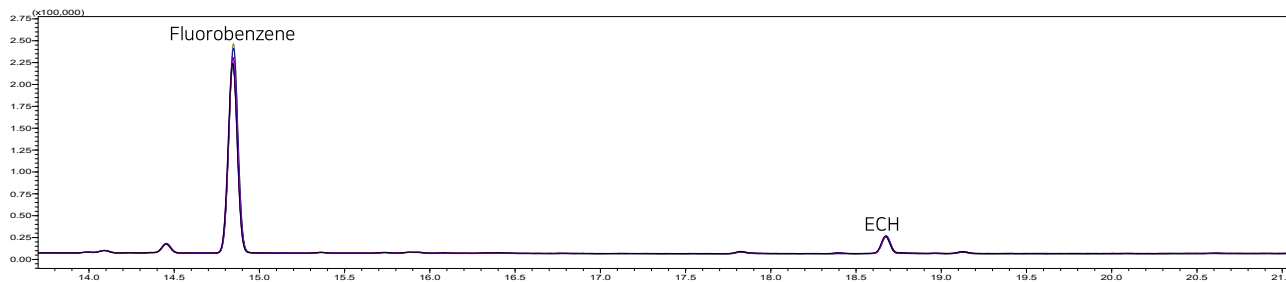


그림 4. HS-GC/MS 이용한 ECH 분석 크로마토그램 (n=7)

■ 결론

이 뉴스레터는 수질 중 에피클로로하이드린(ECH)을 Shimadzu HS-GC/MS를 이용하여 직선성, 정확도, 정밀도, 검출한계 및 정량한계를 평가함으로써 분석 적용 가능성을 검토하였다. 분석 결과, 검량곡선의 직선성은 결정계수( $r^2$ ) 0.999 이상으로 나타났으며, 정확도 및 정밀도도 각각 90 %, 2.4 %로 우수한 결과를 보였다. 또, 검출한계 및 정량한계에 있어서도 각각 0.12 µg/L, 0.38 µg/L로 수질오염공정시험기준의 정량한계 기준을 만족하는 것으로 나타났다. 이와 같은 결과를 바탕으로 별도의 전처리를 거치지 않고, 헤드스페이스-기체크로마토그래피 질량분석기를 이용하여 분석이 가능함을 확인할 수 있었다.

■ 참고문헌

- 1) Epichlorohydrin 의 유해성과 작업환경 관리, 한국산업위생학회지, 제22권 제2호(2012) J Korean Soc Occup Environ Hyg, 2012: 22(2): 164-173
- 2) 수질오염공정시험기준 [국립환경과학원고시 제2022-12호]

