

EPA 3545 규정에 준하는 토양에서의 반 휘발성 유기화합물 추출



Summary

토양은 반 휘발성 유기화합물(Semi-Volatile Organic Compounds, SVOCs)이 존재하는 가장 일반적인 매트릭스 중 하나이다. 토양에서 이들 화합물을 추출하는 것은 긴 시간이 필요하다. CEM사 EDGE의 토양 내 반 휘발성 유기화합물 추출 기술은 타사 자동화 기술보다 6배 이상 빠르고, 간단하며 혁신적인 시스템이다. 특허받은 Q-Cup Technology를 통해 하나의 시스템에 가압 유체 추출(PFE)과 분산 고체상 추출(d-SPE)의 과정을 결합시켰다. 이에 따라 시료를 더 빠르고, 간단하고, 효율적으로 추출이 가능하다. EDGE는 EPA 3545A를 준수하고, 가압 유체 추출의 모든 특성을 유지하면서도 조립이 간단한 Q-Cup 홀더의 이점을 제공한다. Q-Cup은 독특한 개방형 셀 개념을 가지고 있으며, 분산 효과를 야기시켜 신속한 추출 및 여과를 촉진한다.

Introduction

반 휘발성 유기화합물은 높은 분자량 및 비점을 가지는 휘발성 유기화합물(VOCs)의 하위 그룹이며, 주로 살충제와 제초제의 구성 성분이다. 특히 실내에서 이러한 화합물이 장시간 노출되면 공중 보건상 문제를 야기시킨다. 예를 들어, 이러한 화합물 중 많은 것들이 US EPA의 유해 대기 오염 물질(HAPs)로 분류되어 있다. 이는 알레르기, 천식, 내분비 및 갑상선 파괴, 생식 독성, 태아 발달 지연, 심지어 암과 같은 심각한 건강상의 문제를 일으킬 수 있는 오염 물질로 분류된다. 반 휘발성 유기화합물은 광범위한 화학적 특성 및 구조적 특성을 가진 물질로 구성된다. 이러한 차이로 인해 한 가지 방법으로 분석하고자 하는 모든 타겟 물질을 효율적으로 추출하는 것은 매우 어렵다. 게다가 SVOC가 추출되는 토양 매트릭스는 종종 추출을 까다롭게 만드는 여러 성분이 복합적으로 존재한다. CEM사 EDGE는 Q-Cup Technology를 이용하

여 간단한 방법으로 복잡한 매트릭스에서 까다로운 분석 물질 등을 효과적으로 추출할 수 있다.

Soxhlet과 같은 전통적인 추출 방법은 긴 시간과 많은 용매를 필요로 한다. 기존의 자동화 방법은 종종 (시료가 장비에 들어가기 전) 복잡한 샘플 처리로 긴 시료 준비 시간을 필요로 하였다. EDGE는 가장 빠른 추출 시스템이며, 최소량의 용매만을 필요로 한다. Q-Cup 샘플 홀더는 조립이 간편한 2개의 피스로 구성되어 짧은 시간 내 시료전처리가 가능하도록 디자인되었다.

SVOC는 자연의 순환성으로 인해 지속적으로 축적되어 환경에 농축된다. 우리의 안전을 보장하기 위해 이러한 화합물을 추출, 확인 및 정량화 해야한다. SVOC 분석의 정확성은 효율적인 추출에 달려있다. EDGE는 5분 안에 여과, 냉각 및 분석 준비가 가능한 효율적인 추출 과정을 제공한다. EPA 3545 규정은 토양, 점토, 퇴적물, 슬러지 및 폐기물에서 불용성 또는 적은 가용성 휘발 물질 및 반 휘발성 화합물을 추출하는 방법이다. EDGE는 EPA 3545의 규정에 준하며, 분석 Method는 장비 내 저장되어 제공된다.

Materials and Methods

Reagent

Table 1의 실험을 위해 Sigma Aldrich에서 구입한 모래, 양토, 점토에 SPEX CertiPrep TCLP Base/Neutral/Acid Extractable Spike Solution in Methylene Chloride(Part#: TCLP-BNA)를 첨가하였다. 상기에 사용된 Spike Mix는 검량선을 만드는데도 이용하였다. Table 2 실험을 위한 CRM 110-100은 Sigma Aldrich에서 구입하였다. 두 실험에서는 아세톤/헥산(50/50) 혼합물을 추출 및 세척 용매로 사용하였으며, EDGE 시스템의 세척에는 헥산과 아세톤을 사용하였다.

Sample Preparation

C1 Q-Disc가 내장된 Q-Cup에 각 15g의 모래, 양토, 점토를 넣고 스파이크 용액 250 μ l을 첨가한다. Sigma Aldrich에서 구매한 CRM 110-100 역시 C1 Q-Disc가 내장된 Q-Cup에 15g을 칭량한다. Q-Cup과 수집 바이알을 각각의 위치에 맞춰 랙에 담고, 이동식 랙을 EDGE 기기 옆면을 통해 장착한다. 전처리 Method는 EPA 3545 규정을 준수하는 CEM Method가 사용되었다.

EDGE 3545A Method

Q-Disc	C1
Solvent	50/50 Acetone/Hexane
Top Add	15mL
Bottom Add	10mL
Rinse	10mL
Temperature	120°C
Hold Time	1min
Wash 1	10mL Acetone
Wash 2	10mL Hexane

Analysis

시료 추출액은 10mL의 부피로 농축시켰다. 추출액은 EPA 3545A을 준수하는 분석을 위해 5975CMSD가 장착되어 있는 Agilent 7890A로 분석되었다. 분석에 사용된 컬럼은 Phenomenex사 ZB-5MSplus 30m, 0.25mm의 규격으로 사용하였다.

Results and Discussion

EDGE는 여과, 냉각 및 시스템 세척을 포함하여 5분 이내에 모래, 양토, 점토 시료를 추출하였다. 별도의 세척, 용매 교환 등이 필요하지 않았으며, 추출액은 농축 과정 후에 GCMS로 분석하였다. Figure 1은 점토 중 SVOC를 깨끗하게 추출 및 분리한 대표적인 GCMS 크로마토그램이다. 분석된 SVOCs는 추출하기 어렵다고 알려져 있으며, EDGE는 하나의 Method로 다른 유형의 토양에 있는 모든 화합물의 추출이 가능하다. 각 SVOC의 회수율을 계산할 때에는 6포인트로 작성된 Calibration Curve를 사용하였다. 토양, 모래, 양토 및 찰흙 등 여러 유형에 스파이크된 SVOC의 회수율은 허용 가능한 범위였으며, Table 1은 반휘발성 유기 화합물 중 추출이 어렵다고 알려진 몇 개 물질의 회수율을 나타낸다. Table 2에서는 EDGE를 통한 CRM 110-100의 추출이 Soxhlet과 유사함을 보여준다.

Conclusion

토양에서 SVOC를 추출할 때 허용되는 회수율의 범위는 80~120% 이내 여야 한다. Q-Cup 기술을 사용하는 EDGE로 3가지 유형의 토양 및 CRM에서 SVOC를 추출할 때, 그 결과 값은 허용 수준의 회수율을 나타냈다. 또한 EDGE는 Soxhlet과 같은 기존 추출 방법보다 더 적은 용매로 훨씬 빠르게 전처리하였다. 마지막으로 EDGE는 자동화된 시스템이므로 다른 추출 Method에서는 종종 발생할 수 있는 실험자에 의한 실수를 배제할 수 있었다. 본 실험에서는 EDGE는 토양에서 SVOCs를 효율적이며, 정확하게 추출하였다.

Figure 1. GCMS Chromatogram of the SVOCs Extracted from Clay

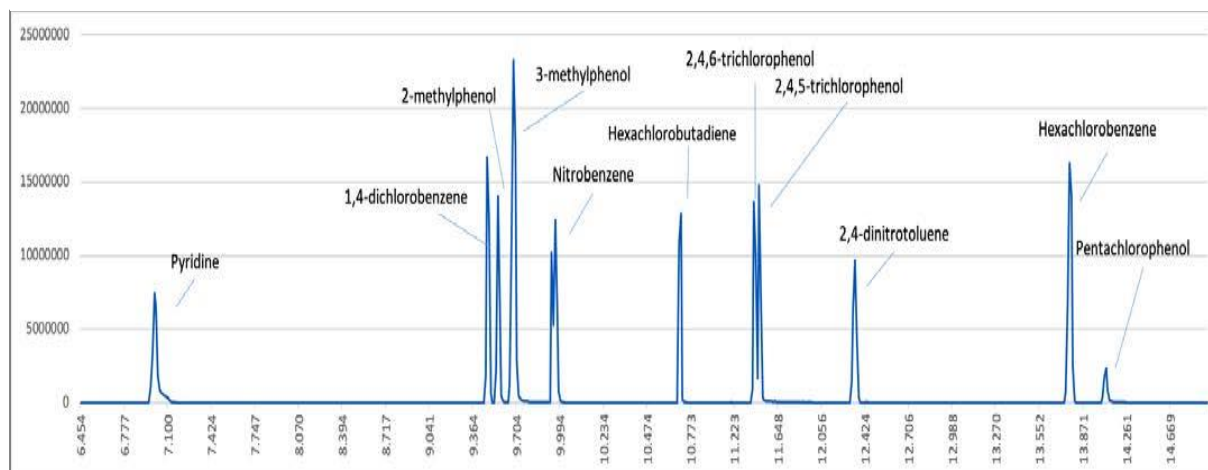


Table 1. Percent Recovery Data as Compared for 15g Spiked Sand, Loam, and Clay

Compound	Sand	Clay	Soil
Pyridine	100	88	93
1,4 diclorobenzene	88	88	96
2-Methylphenol	84	95	115
3-Methylphenol	90	102	104
Hexaclorobutadiene	86	92	97
2,4,6-trichlorophenol	90	105	103
2,4,5-trichlorophenol	89	113	99
2,4-dinitrotoluene	90	102	99
Hexachlorobenzene	86	86	81

Table 2. Percent Recovery Data as Compared to Soxhlet for 15g CRM 110-100

Compound	% Soxhlet
2-nitroanaline	94
2,4-dinitrotoluene	114
Dibenzofuran	92
Fluorene	105
Bis-2-ethylhexyl-phthalate	97

영인에스티 담당자

영인에스티 계측기술사업부 분광분석팀 (02-6190-9865)

