

# SPME-GC/MS를 이용한 폐수 중 페놀류 분석법 최적화 연구

수질화학팀

홍주희 · 이준연 · 이진 · 이순희 · 최예덕  
안정희 · 이효진 · 한규문 · 이목영

## Optimization of Analytical Methods for Determining Phenol Compounds in Industrial Sewage Using Solid Phase Microextraction Coupled with Gas Chromatography/Mass Spectrometry

*Water Chemistry Team*

**Ju-hee Hong, Jun-yeon Lee, Jin-Lee, Soon-hee Lee, Ye-duk Choi,  
Jong-hee An, Hyo-jin Lee, Kyu-mun Han and Mok-yeong Lee**

### Abstract

Head Space-Solid Phase Micro Extraction-Gas Chromatography/Mass Spectrometry (HS-SPME-GC/MS) was optimized for the determination of 3 phenol compounds(phenol, 2,4-dimethylphenol and pentachlorophenol) in wastewater samples. Analytes were acetylated in situ, and HS-SPME was performed. Among the five SPME fibers compared, the PDMS/DVB fiber was found to be the most sensitive when used HS-SPME/GC/MS was used. The following optimum SPME parameters were selected : choice of SPME fiber(PDMS/DVB), salt effect(NaCl 3 g), headspace incubation temperature(40°C), headspace adsorption time(60 min). The calibration curve of the phenol compounds in the range of 0.01~2.0 µg/L showed good linearity with the correlation coefficient of  $r^2=0.99$  and the recoveries by this method were 74.4~127.8%.

**Key words** : phenol, 2,4-dimethylphenol, pentachlorophenol, HS-SPME-GC/MS,  
PDMS/DVB, acetylated

## 서 론

수계 중에 유입되는 페놀화합물은 콜타르, 수지, 섬유, 점착제, 철강, 알루미늄, 가죽, 고무 등의 제조 산업의 폐수 등으로부터 기원한다.

페놀은 주로 비스페놀 A와 페놀수지의 원료로써 사용된다. 비스페놀 A는 아세톤과 페놀을 원료로써 합성한 것으로, 폴리카보네이트수지(CD, 주택 자재, 자동차 부품 등에 사용)나 에폭시수지(전기·전자 부품, 도료, 점착제 등에 사용)의 원료로써 사용된다. 그리고 페놀수지는 페놀과 포름알데히드를 원료로 한 것으로, 전기 부품, 기계 부품, 자동차 부품의 주형, 목재 가공의 점착제 및 단열재(보온을 하거나 열을 차단할 목적으로 쓰는 재료) 등에 사용된다(1).

페놀은 강한 살균·소독 작용이 있어서 살균 소독약으로써 사용되었으나 악취가 강하며 고농도의 경우에 피부에 화상을 일으키기 때문에, 현재는 병원에서 배설물을 소독하는 등 한정된 용도로만 사용되고 있다(2).

또한 페놀은 목재, 연료, 담배 등의 연소과정에서도 배출될 수 있으며, 벤젠의 분해산물로서 자연적으로 생성되기도 한다. 정수과정에서 페놀을 함유한 하천수를 염소 처리할 경우 염소이온과 반응하여 염화페놀이 생성되는데, 이 물질은 페놀보다 독성이 크고 역한 냄새가 나기 때문에 상수도의 수질을 악화시켜 인간에게 직접적인 영향을 줄 수 있다. 페놀은 인체에 흡수될 경우, 소화기계 점막의 염증이나 목통, 구토 등의 증상이 나타난다(3).

페놀은 미국에서 화학약품 생산량의 상위 50위 안에 들 정도로 많이 생산되고 사용되는 물질로서(2) 미국 환경청(US EPA)에서는 페놀의 독성과 환경 중에서의 지속성 때문에(4) 페놀 등 11종의 페놀화합물을 우선오염물질(priority pollutant)에 포함하여 관리하고 있다(5). 또한 유럽연합에서는 일부 페놀 물질을 위험물질(dangerous substances)로 규제하고 있다(6).

국내의 경우 수질 중 오염물질을 규정하고 산업폐수에 대한 배출허용기준을 관리하는 법률인 「물환경보전법(구 수질 및 수생태계 보전에 관한 법률)」의 개정으로 2017년 1월 1일부터 페놀과

펜타클로로페놀이 특정수질유해물질 및 배출허용기준 항목으로 추가되었다. 이에 기존 통합 관리되던 페놀류가 페놀과 펜타클로로페놀로 분리되었다.

또한 「수질오염물질 지정 등에 관한 지침」의 제정으로 산업폐수에서도 감시항목이 운영되게 되었고, 2,4-디메틸페놀 항목이 감시항목으로 예정되어 있어 페놀에 대한 관리가 엄격해 지고 있는 추세이다(7).

지금까지는 수질 중 페놀화합물을 종류에 따라 분리하지 않고 통합하여 화학적 발색과정을 통해 UV/Vis 분광광도계로 일괄적으로 분석하였으나 페놀, 펜타클로로페놀, 2,4-디메틸페놀 항목을 각각 분석하도록 되어있다.

페놀 화합물을 분석하는 방법은 액·액추출을 기본으로 하고 있다. 이 방법은 수중의 페놀을 다량의 유기용매를 이용하여 추출해 낸 후 농축과정을 거쳐 가스크로마토그래프/질량분석계로 분석하는 방법이다. 그러나 액·액추출 시 사용하는 용매 및 추출 조건이 항목마다 달라 추가되는 페놀 화합물을 모두 분석하기 위해서는 여러 번의 추출과 분석이 필요한 실정이다. 또한 액·액추출은 유해한 용매가 다량 사용되므로 시험자의 건강상의 문제와 폐기물 처리문제가 동반된다(4).

현재 액·액추출을 대신할 유기물질의 분석법은 일반적으로 고체상추출(SPE, Solid Phase Extraction)이나 고체상미량추출법(SPME, Solid Phase Micro Extraction)방법이 사용되고 있다.

고체상 미량추출법(SPME)은 90년대 개발된 방법으로 흡착제를 fiber에 코팅하여 시료 중의 분석물질을 추출하는 전처리 방법이다(8). 추출방법은 SPME fiber를 액상 시료에 직접 담그거나 바이얼의 헤드스페이스 부분에 노출시키는 방법으로 나뉜다. 일정시간 동안 시료를 교반·가열하여 상평형에 도달하게 하여 분석대상물질을 fiber에 흡착한 후 GC 주입구의 온도를 높여 열탈착시켜 GC를 이용하여 분석한다. 이 기법은 용매를 사용하지 않으면서 자동화 할 수 있도록 알려진 방법으로 개발 초기에는 주로 휘발성유기화합물(VOCs)을 대상으로 응용되었으나, 점차 다양한 fiber의 개발과 기술의 향상으로 여러 매질에서 다양한 분석물질을 추출하는 응용개발이 이루어지고 있다. 현재 환경

물질, 농약, 비극성물질, 맛과 향 성분 및 천연물질, 체액중의 약물 등 다양한 시료에서 다양한 범위의 분석물질을 추출하는데 사용되고 있다(9).

SPME 전처리방법은 액·액 추출법, 고체상 추출법(SPE)과 비교하여 추출과 농축을 동시에 하면서 사용법이 간단하고 GC에 사용할 경우 용매가 불필요하며 추출 후 바로 GC로 주입하여 분석할 수 있다는 장점을 가지고 있다(8).

페놀화합물은 휘발성이 낮고 극성이 커서 가스 크로마토그래프로 분석 시 넓은 피크모양과 피크의 테일링 현상을 동반하여 회수율이 낮고 GC의 주입구나 컬럼 등에 흡착하여 감도가 매우 낮으며 또한 컬럼의 수명을 단축시키기도 한다(10). 이러한 문제를 해결하는 방법 중 하나가 유도체화이다. 페놀에 있는 -OH기의 극성을 비극성기로 전환시키면 물에 대한 용해도가 감소하여 추출율이 좋아지고 휘발성과 분리능이 증가하며, 열적으로 안정하여 감도와 선택성이 높아진다(10). 일반적으로 페놀기를 에스테르, 에테르, 시릴기로 유도체화 하는 방법이 많이 사용된다. 유도체화 시약으로는 acetic anhydride, diazomethane, 2,4-dinitrobenzene, heptafluorobutylimidazole, pentafluorobenzoyl chloride, pentafluorobenzoyl bromide, silaniz-

ing 등이 이용될 수 있다(11).

본 연구의 목적은 기존의 페놀류 분석법인 항목별 액·액추출법을 대체하기 위해 친환경적이며 동시분석 가능한 SPME-GC/MS 페놀 분석방법을 최적화하는 것이다. 탄산수소칼륨(KHCO<sub>3</sub>)의 존재하에 무수아세트산(acetic anhydride)을 유도체화 시약으로 하여 수중의 페놀을 아세틸화하여 SPME에 Headspace법으로 흡착 후 고온 탈착하여 가스 크로마토그래피로 분리 후 질량분석기로 정량하는 방법을 사용하였다. 또한 최적의 분석방법을 도출하기 위해 다양한 분석 조건을 실험하고 정도관리를 실시하였다. 적절한 희석배수를 구하기 위해 실제 폐수 중 페놀 농도를 분석하였다.

## 재료 및 방법

본 실험에서는 Shimadzu사(Japan)의 QP-2020 GC/MSD를 사용하였으며 컬럼은 Rtx-5MS(30 m × 0.25 μm × 0.25 mm)를 사용하였다. GC/MS 분석 조건 및 정량이온과 확인이온을 표 1, 2에 나타내었다.

분석물질 및 내부표준물질(IS)은 Accustandard

**Table 1.** Analytical conditions used for GC/MSD

| Parameter       | Condition   |
|-----------------|---|
| Column          | Rtx-5MS, Crossbond diphenyl dimethyl polysiloxane(30 m × 0.25 μm × 0.25 mm) |
| Oven Temp.      | 60°C(2 min) → 15°C/min → 115°C(5 min) → 3°C/min → 175°C                     |
| Injection Temp. | 270°C   |
| Carrier gas     | He  |
| Inj. mode       | Split mode, split ratio 5.0   |
| Column Flow     | 1.0 mL/min  |

**Table 2.** Retention time and selected ions for the target compounds

|                      | retention time | m/z | reference ion |
|----------------------|----------------|-----|---------------|
| Phenol               | 6.328          | 94  | 66            |
| 2,4-Dimethylphenol   | 9.967          | 122 | 107, 121      |
| Pentachlorophenol    | 30.908         | 266 | 268, 264      |
| Phenanthrene-d10(IS) | 29.375         | 188 | 187, 189      |

(USA)로부터 구매하여 사용하였으며 실험에 사용된 NaCl, KHCO<sub>3</sub>, acetic anhydride 시약은 sigma-aldrich(USA)사의 제품을 사용하였다. 표준품의 희석을 위해 사용한 메탄올, 아세톤 등의 용매는 Wako(Japan)사의 제품을 사용하였다. 또한 시험에 사용되는 정제수는 Fisher로부터 구매하여 사용하였다.

페놀, 펜타클로로페놀, 2,4-디메틸페놀 인증표준물질(1.0 mg/mL)을 메탄올을 이용하여 단계적으로 희석하여 0.1 mg/L, 0.01 mg/L의 혼합표준용액을 조제하였고, 내부표준물질로 사용한 Phenanthrene-d10(4.0 mg/mL)은 아세톤을 이

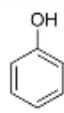
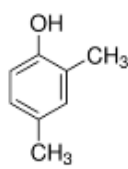
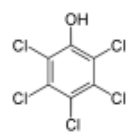
용하여 단계별 희석하여 0.1 mg/L의 농도로 조제하여 사용하였다. 표 3에 분석대상물질에 대하여 나타내었다.

추출에 사용된 SPME Fiber는 Supelco(USA)로부터 5종을 구입하여 사용하였으며 그 종류는 각각 표 4에 제시하였다.

페놀의 극성과 휘발성을 낮추고 안정성을 증가시키기 위하여 KHCO<sub>3</sub> 첨가 후 무수아세트산을 이용하여 페놀의 수산화기(-OH기)를 아실기(RCO-)로 유도체화 분석하였다(3).

또한 용액의 이온세기를 증가시키기 위하여 염화나트륨을 첨가하였다. 이는 극성을 띄는 유기물

**Table 3.** Phenol compounds list analysed in this study

| Name                             | Chemical Formula   | CAS No.  | Molecular Structure   |
|----------------------------------|--|----------|---|
| Phenol                           | C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH                                 | 108-95-2 |   |
| 2,4-Dimethyl Phenol<br>(2,4-DMP) | (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>3</sub> OH | 105-67-9 |  |
| Pentachlorophenol<br>(PCP)       | C <sub>6</sub> HCl <sub>5</sub> O                                | 87-86-5  |  |

**Table 4.** List of SPME fibers used in the study(12)

| Polymer coating and thickness                             | Abbreviation | Application   |
|---|--------------|---|
| divinylbenzene/carboxen/polydimethylsiloxane,<br>50/30 μm | DVB/CAR/PDMS | Flavor compounds: volatiles and semi-volatiles, C3-C20(MW 40-275) |
| Polydimethylsiloxane, 100 μm                              | PDMS         | Volatiles(MW60-275)   |
| Polyacrylate, 85 μm                                       | PA           | Polar semi-volatiles (MW80-300)                                   |
| carboxen/polydimethylsiloxane,<br>85 μm                   | CAR/PDMS     | Gases and low molecular weight compounds (MW30-225)               |
| polydimethylsiloxane/divinylbenzene,<br>65 μm             | PDMS/DVB     | Volatiles, amines and nitro-aromatic compounds(MW50-300)          |

들의 용해도를 감소시키고 분배계수를 증가시키며 결과적으로 SPME 반응도를 상승시킨다(13).

KHCO<sub>3</sub> 와 염화나트륨을 첨가한 20 mL 헤드스페이스 바이알에 10 mL의 정제수를 넣고 희석표준물질과 내부표준물질을 첨가한 후 무수아세트산을 소량 첨가하여 페놀의 작용기를 유도체화 한 후 SPME fiber에 흡착·고온탈착시켜 GC/MS로 분석하는 방법을 선택하였다. 이 때 페놀 3종을 동시 분석하기에 적합한 fiber를 우선 선택하였고, 적정 흡착온도 및 시간, 무수아세트산 및 염화나트륨의 적정 첨가량을 각각 실험을 통하여 최적화하였다.

## 결과 및 고찰

### 1. 최적 분석조건 검토

SPME-GC/MS에 의한 페놀화합물 분석법 확립을 위하여 표준물질을 이용하여 최적 분석조건을 검토하였다. 먼저 SPME Fiber를 선택한 후 incubation 온도 및 흡착시간, 흡착온도, 염류의 영향, 유도체화 시약의 적정 주입량 등을 실험을 통하여 최적조건을 도출하였다.

#### 1) SPME Fiber의 선택

PDMS, PDMS/DVB, DVB/CAR/PDMS, CAR/PDMS, PA 5종의 SPME Fiber를 대상으로 하여 페놀, 2,4-디메틸페놀, 펜타클로로페놀 3종의 혼합액에 대한 최적 SPME Fiber를 선정하기 위한 실험을 진행하였다. 동일농도(0.2 µg/L)의 혼합액을 동일 조건에서 SPME Fiber 종류를 달리하여 흡착과 탈착을 진행하여 각 물질의 면적값을 비교하였다.

분석결과 페놀은 PDMS/DVB와 DVB/CAR/PDMS Fiber에서 검출이 잘 되었고, 2,4-디메틸페놀은 DVB/CAR/PDMS Fiber가 가장 우수하였으며, 펜타클로로페놀은 PDMS Fiber가 면적값이 가장 큰 것으로 나타났다.

물질별로 차이가 있기는 하였으나 세 가지 물질을 동시에 검출하는 경우 PDMS/DVB, DVB/CAR/PDMS, CAR/PDMS 세 가지 Fiber가 사용이 가

능할 것으로 보이나, DVB/CAR/PDMS, CAR/PDMS Fiber의 경우 페놀의 피크에서 tailing 현상이 확인되어 정량에 어려움이 있었고, 이에 따라 검정곡선의 직선성이 낮은 것으로 나타났다. 이에 페놀 3종을 동시에 분석하기에는 PDMS/DVB Fiber가 가장 적합한 것으로 판단되었다.

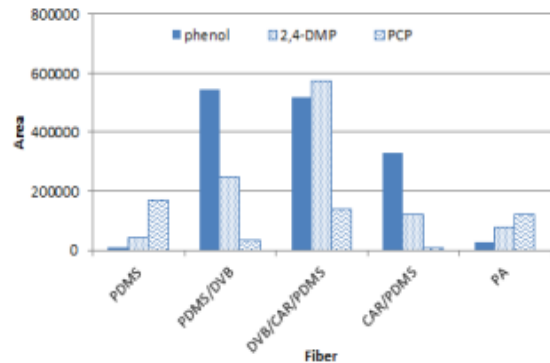


Fig. 1. Comparison of the peak area by SPME fiber types on the extraction of three phenol compounds.

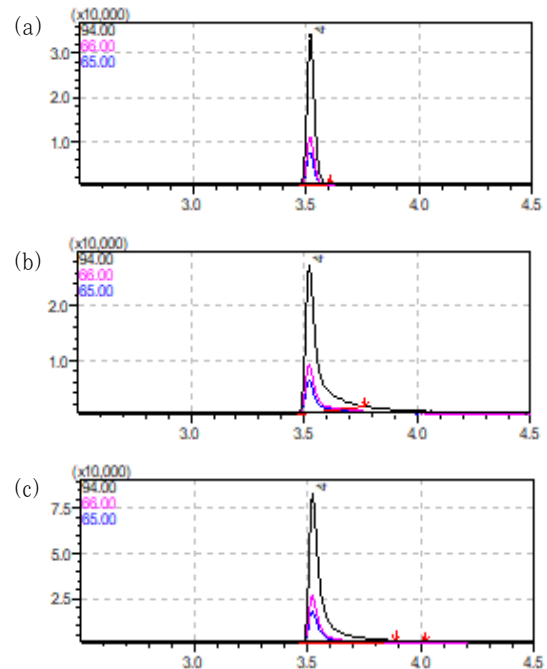


Fig. 2. Chromatograms of phenol used with different SPME fibers, (a)PDMS/DVB, (b)DVB/CAR/PDMS and (c)CAR/PDMS.

## 2) 추출온도 및 흡착시간의 최적화

SPME에서 추출온도가 상승할수록 분석대상물질의 분산계수(diffusion coefficient)가 커지는 반면, 추출온도가 상승할수록 분석대상물질의 분포상수(distribution constant)는 줄어든다. 일반적으로 페놀의 SPME법에서의 추출온도는 40°C와 50°C 사이에서 결정된다(4).

PDMS/DVB Fiber를 이용하여 최적 추출온도와 시간을 정하기 위한 실험을 진행하였다. 우선 추출시간을 40분으로 고정하고 추출온도를 30°C부터 50°C까지 5°C 간격으로 달리 하여 각 피크의 면적값을 비교한 결과 2,4디메틸페놀과 펜타클로로페놀은 온도가 높아질수록 면적값이 증가하는 경향을 보였으나 페놀의 경우 40°C까지 증가하다가 오히려 온도가 높아질수록 반응값이 낮아지는 결과가 나타났다. 따라서 40°C를 추출온도로 정하고 추출시간을 10분, 20분, 30분, 60분, 90분, 120분으로 분석한 결과 그림과 같이 2,4-디메틸페놀은 150분 추출시간에도 계속 증가하는 경향을

보였으나 페놀의 경우 60분 이후부터는 증가속도가 완만하게 줄어 면적값이 크게 늘지는 않는 경향을 보였다. 이 결과, 효율적인 분석을 위하여 추출시간은 60분으로 결정하였다.

## 3) 유도체화 시약 및 염류의 영향

다음으로 페놀의 아세틸화를 위한 무수아세트산의 첨가량을 확인하기 위하여 실험을 진행하였다. 표준물질을 첨가한 정제수 10 mL에 대하여 무수아세트산 10 μL부터 100 μL까지 변화시켜 분석 후 면적값을 확인해 본 결과 무수아세트산의 첨가량의 증가에 따른 면적값의 변화는 크지 않았다. 다음으로 탄산수소칼륨의 첨가량에 따른 면적값을 비교해 보았다. 시료 10 mL에 대하여 탄산수소칼륨의 첨가량을 0.1 g에서 3 g까지 변화시켜 분석한 결과 페놀과 펜타클로로페놀은 탄산수소칼륨의 첨가량이 증가할수록 반응값이 낮아지는 결과를 보였으며, 2,4-디메틸페놀은 증가하는 경향을 보였다. 이에 세물질 모두를 동시분석하기 위하여 시료 10 mL에 대하여

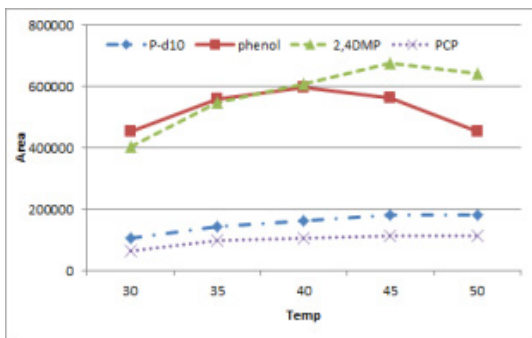


Fig. 3. Effect of headspace extraction temperature.

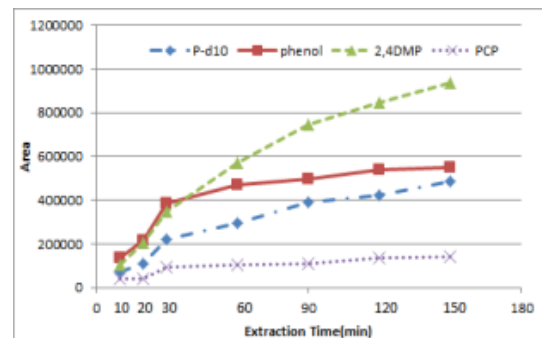


Fig. 4. Effect of headspace incubation time.

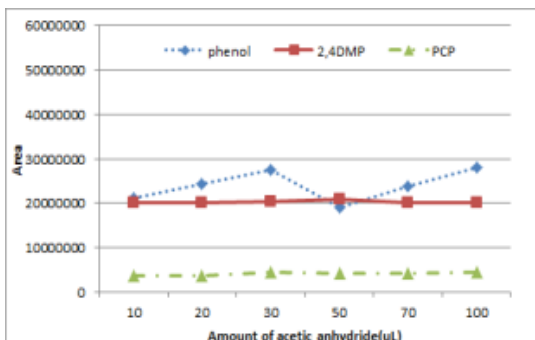


Fig. 5. Effect of amount of acetic anhydride.

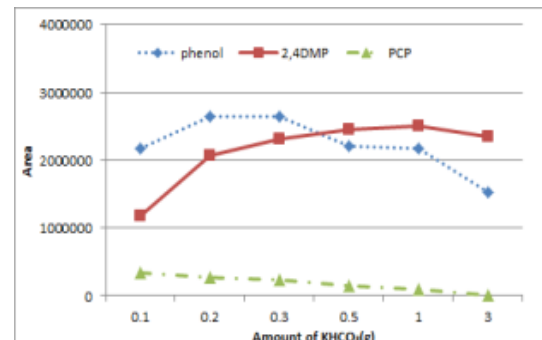


Fig. 6. Effect of amount of  $\text{KHCO}_3$ .

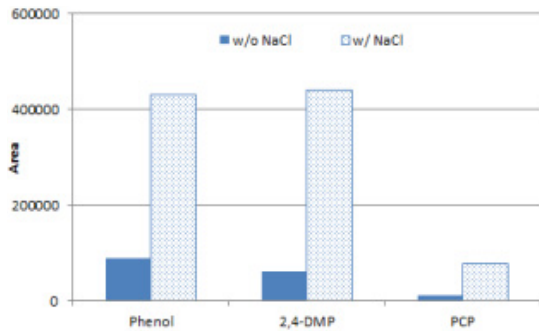


Fig. 7. Salting out effect in derivatization of phenol compounds.

탄산수소칼륨의 첨가량은 0.2 g으로 정하였다.

염화나트륨 같은 염의 첨가는 용액의 이온의 세기를 증가시켜 분석대상물질의 용해도를 감소시키고 분배계수를 상승시키는 역할을 한다(4). 이에 염화나트륨을 30% 정도 첨가하였을 경우와 첨가하지 않은 경우를 비교한 결과 염화나트륨을 첨가한 경우 면적값이 최소 4.8배에서 7.2배까지 상승하는 것으로 확인되어 시료 10 mL당 염화나트륨은 3 g 씩 첨가하는 것이 적절할 것으로 판단되었다.

## 2. 분석정도관리

0.01~10 µg/L의 농도범위가 되도록 표준물질을 첨가한 8개의 시료를 준비하여 분석후 정량범위를 확인하였다. 농도가 높아질수록 세 항목 모두에서 직선이 휘어지는 경향이 나타났고, 이는 SPME Fiber의 포화에 따른 것으로 예상된다. 직선범위에서의 검정곡선을 확인한 결과 직선성이

0.99 이상으로 양호하게 나타났으며 정량범위 및 직선성을 표에 나타내었다.

정도관리를 위하여 정제수에 0.2 µg/L로 표준물질을 첨가한 시료 7개를 전처리 후 분석하였다. 표준편차를 구하여 자유도 6에서의 student t값 (3.14)을 곱하여 방법검출한계(MDL : Method Detection Level)로 하였으며 표준편차에 10을 곱한 값을 정량한계(LOQ : Limit of quantification)로 산정하였다. 또한 정제수에 0.5 µg/L로 표준물질을 첨가한 시료를 여러 개 준비하여 동일한 전처리과정을 거친 후 반복 시험한 결과값과 인증값과의 상대백분율을 구하여 정확도를 산정하였다. 정밀도는 상대표준편차(RSD : relative standard deviation)를 평균값으로 나눈 후 백분율 값으로 나타내었다. 또한, 전처리과정의 오차를 확인하기 위하여 정제수를 동일한 전처리과정으로 처리한 방법바탕시료를 분석하여 시험과정에서 오염이 없음을 확인하였으며 이중시료(Duplicate)를 각각 분석하여 두 시료의 측정값 차를 두 시료 측정값의 평균값으로 나누어 상대편차백분율(RPD : relative percent difference)를 구하였다. 항목별 방법검출한계와 정량한계, 정확도 및 정밀도 결과를 표 5에 나타낸 바와 같이 정확도 74.4~127.8%, 정밀도 11.8% 이내로 나타나 본 분석방법이 유효함을 확인하였다.

## 3. 폐수시료에의 적용

실제 병원과 실험실 폐수 5점에 대하여 분석을 진행하였다. 폐수시료의 특성 상 여러 가지 다양한

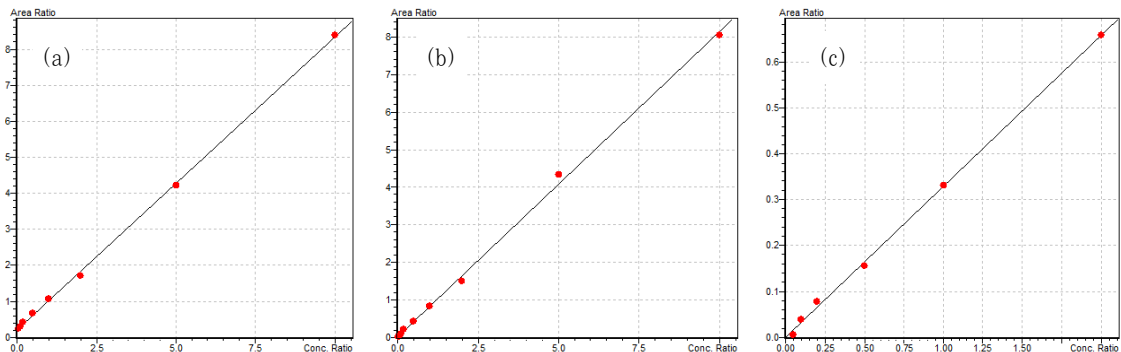
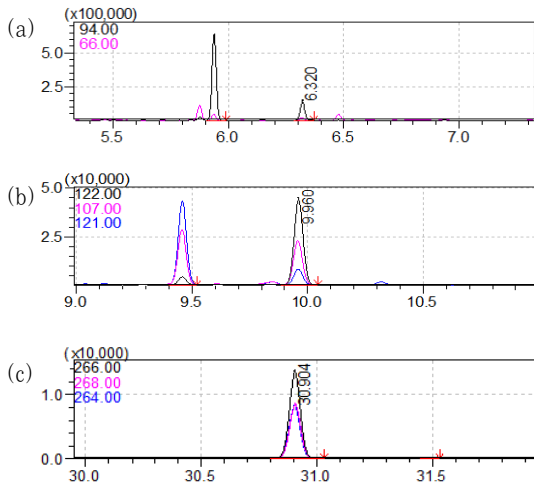


Fig. 8. Calibration curve of (a)phenol, (b)2,4-DMP and (c)PCP.



**Fig. 9.** Chromatograms of (a)Phenol, (b)2,4-DMP and (c)PCP.

유기물이 존재할 것으로 예상하여 SPME Fiber가 포화될 우려로 10배, 100배 희석한 시료를 각각 분석하였고, 각 시료에 표준물질을 첨가하여 분석 후 회수율을 측정하였다. 분석결과 10배 희석 시는 표준물질 첨가량이 정량적으로 늘어나지 않았으며 100배 희석 시 첨가한 만큼 결과값이 증가하여 회수율을 계산하였다. 항목별 회수율은 페놀

98.5~109.4%, 2,4-디메틸페놀 74.6~132.8%, 펜타클로로페놀 71~112.4%로 나타나 실제 폐수 시료 분석 시에는 100배 희석이 적절할 것으로 판단된다. 폐수시료에 대한 100배 희석 시의 분석결과와 회수율을 표 6에 나타내었다.

이중시료(Duplicate)를 각각 분석하여 두 시료의 측정값 차를 두 시료 측정값의 평균값으로 나누어 상대편차백분율(RPD : relative percent difference)를 계산하였으며, 그 결과는 10% 이내로 나타났다. 또한 UV로 분석한 페놀류의 결과와 본 법으로 분석한 페놀류의 함에 대한 결과를 비교하였다. 현재 분석한 폐수의 경우 페놀만 검출되었으며 2,4-디메틸페놀과 펜타클로로페놀의 경우 검출되지 않아 페놀항목에 대한 비교가 되었다. 두 가지 방법의 페놀 결과에 대한 RPD값을 계산한 결과 5.5~11.2%로 나타났다.

## 결론

페놀, 2,4-디메틸페놀, 펜타클로로페놀에 대하여 acetylation 유도체화를 통하여 SPME-GC/MS

**Table 5.** Method quality control data for the target compounds

|         | Conc. Range<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | Linearity<br>( $r^2$ ) | MDL<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | LOQ<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | Accuracy<br>(%) | Precision<br>(RSD%) |
|---------|------------------------------------|------------------------|----------------------------|----------------------------|-----------------|---------------------|
| Phenol  | 0.01~2                             | 0.999                  | 0.093                      | 0.297                      | 74.4~119.8      | 11.1                |
| 2,4-DMP | 0.01~2                             | 0.998                  | 0.088                      | 0.281                      | 104.8~127.8     | 11.8                |
| PCP     | 0.01~2                             | 0.999                  | 0.046                      | 0.149                      | 88.4~115.4      | 6.7                 |

**Table 6.** Concentration of phenol compounds in wastewater samples

|   | Phenol                    |             | 2,4-DMP                   |             | PCP                       |             |
|---|---------------------------|-------------|---------------------------|-------------|---------------------------|-------------|
|   | Result( $\mu\text{g/L}$ ) | Recovery(%) | Result( $\mu\text{g/L}$ ) | Recovery(%) | Result( $\mu\text{g/L}$ ) | Recovery(%) |
| a | 0.051                     | 109.4       | N.D.                      | 132.8       | N.D.                      | 86.8        |
| b | 2.501                     | 101.3       | N.D.                      | 125.6       | N.D.                      | 112.4       |
| c | 1.828                     | 98.5        | N.D.                      | 109.2       | N.D.                      | 114         |
| d | N.D.                      | 107.4       | N.D.                      | 83.2        | N.D.                      | 71          |
| e | N.D.                      | 108.2       | N.D.                      | 74.6        | N.D.                      | 77          |



방법으로 동시 분석하는 방법에 대한 최적화를 진행하였으며 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 3종류의 페놀을 동시분석하기 위하여 탄산수소칼륨과 무수아세트산을 첨가하여 SPME에 흡착 후 고온탈착하여 가스크로마토그래피로 분리하여 질량분석기로 검출하였으며 정량범위는 각 물질별 방법검출한계는 0.046~0.093  $\mu\text{g/L}$ 였다.
2. 세 가지 종류(페놀, 2,4-디메틸페놀, 펜타클로로페놀)의 페놀을 동시에 분석하기 위한 최적 SPME Fiber는 PDMS/DVB로 나타났으며 최적흡착조건은 40°C, 60분이었고, 시료 10 mL에 대하여 탄산수소칼륨과 염화나트륨의 최적 주입량은 0.2 g, 3 g으로 나타났다.
3. 실제 의뢰된 병원과 실험실 폐수에 대하여 분석한 결과 100배 희석하여 분석하며 시료에 표준물질을 추가하여 회수율을 분석한 결과 71~132.8%의 범위로 나타났으며 분광광도법으로 분석한 페놀류와의 차이도 5.5~11.2% 범위로 나타나 폐수시료에 적용이 가능할 것으로 판단된다.

## 참고문헌

1. 식품의약품안전평가원 독성정보제공시스템 : <http://www.nifds.go.kr/toxinfo/web/toxinfo/user/index/pdf/T1000000338.pdf>, 2018. 01.
2. 국립환경과학원 : 기존특정수질유해물질(10종)의 지정 및 배출허용기준 타당성 연구, p.101~113, 2010.
3. 국립환경과학원, 고시 2017-57호, 수질오염 공정시험기준, 2017. 12. 22.
4. Cristina Mahugo Santana, Zoraida Sosa Ferrera, M. Esther Torres Padron, Jose Juan Santana Rodriguez : Methodologies for the Extraction of Phenolic Compounds from Environmental Samples : New Approaches, *Molecules*, 14:298~320, 2009.
5. US EPA, Priority Pollutant List, 2014, <https://www.epa.gov/sites/production/files/2015-09/documents/priority-pollutant-list-epa.pdf>, 2018. 01.
6. EU, [http://ec.europa.eu/environment/archives/dansub/home\\_en.htm](http://ec.europa.eu/environment/archives/dansub/home_en.htm), 2018. 01.
7. 국가법령정보센터, 2018. 01.
8. <https://youngin.com/product/applicationView.do?seq=1352>, 2018. 01
9. 고체상미량분석법(SPME)에 의한 NDMA(N-Nitrodimethylamine) 최적 분석법 개발 : 장순웅, 한국환경분석학회지, 10(1):1~7, 2007.
10. 유도체화와 GC/MS를 이용한 물중의 페놀류 분석, 박교범, 이석근 : *Analytical Science & Technology*, 18(6):453~459, 2005.
11. M-R. Lee : Phenols, *Gas Chromatography*, Academic Press, p.3760~3766, 2000.
12. <https://www.sigmaaldrich.com/technical-documents/articles/analytical/selecting-spme-fibers.html>, 2018. 01.
13. Maria Llompart, Mercedes Lourido, Pedro Landin, Carmen Garcia-Jares, Rafael Cela, Optimization of a derivatization-solid-phase microextraction method for the analysis of thirty phenolic pollutants in water samples, *Journal of chromatography A*, 963:137~148, 2002.
14. 이종숙, 정진미, 이한선, 염혜선, 이상기, 박유신, 정희선 : HS-SPME-GC/MS에 의한 혈액중 17종 유기인계 농약의 동시분석법, *약학회지*, 54(6):429~440, 2010.
15. M. Moeder, S. Schrader, M. Winkler, P. Popp : Solid-phase microextraction-gas chromatography-mass spectrometry of biologically active substances in water samples, *Journal of chromatography A*, 873, p.95~106, 2000.