

고속 액체크로마토그래피에 의한 o-dichlorobenzene과 3,5-dimethylphenol의 분리 정량에 관한 연구

毒劇物科

沈 載 弼·尹 源 庸·李 夏 鵬

Studies on the analysis of o-dichlorobenzene and 3,5-dimethylphenol by High Pressure Liquid Chromatography

Toxicology Division

Jae Pil Shim, Won Yong Yoon and Ha Boong Lee

=Abstract=

High Pressure Liquid Chromatograph Method has been developed for the assay of o-dichlorobenzene and 3,5-dimethylphenol in disinfectant preparations. Recovery of o-dichlorobenzene, 3,5-dimethylphenol from mixed artificial preparations was 96.6%, 97.2% respectively.

This method was rapid, accurate and gave good reproducibility and high sensitivity.

It was considered that this method could be applied to the quality control for these disinfectant preparations.

서 론

유기염소 화합물인 o-dichlorobenzene은 살충, 살균 구취제거, 파리 모기유충 구제제로 3,5-dimethylphenol과 혼합제로 사용되고 있다.

o-dichlorobenzene 및 3,5-dimethylphenol혼합제의 분석법으로는 현재 환경청 고시 제 83-1호에 수제되어 있는 독극물 시험기준 및 시험법이 있으나 이 방법은 조작이 복잡하고 장시간을 요하는 단점이 있다.¹⁾ 이에 저자들은 J. Burke가 유기인, 염소제를 GC로 분리 확인 보고 한 바 있어²⁾ 이에 착안하여 HPLC를 이용하여 o-dichlorobenzene,과 3,5-dimethylphenol의 동시 분리 정량을 검토하였던 바 양호한 결과를 얻었기에 보고하고자 한다.

실 험 방 법

1. 사용 기기 및 시약

본 시험에 사용한 시약은 HPLC 용 methanol과

HPLC 용 증류수를 사용하였으며 기기는 Waters Model 244 HPLC를 사용하였다.

2. 표준품 및 시료

표준품은 순도 99%의 o-dichlorobenzene(日本三井東壓 Co) 및 순도 98%의 3,5-dimethylphenol(日本三井東壓 Co)을 사용하였으며 시료는 Table I 과 같은 조성을 가진 제품을 사용하였다.

Table I. Components of Sample

o-dichlorobenzene	: 72.5g/100ml
3,5-dimethylphenol	: 7.5g/100ml
emulsifier	: 10.0g/100ml
solvent (methanol)	: q.s

3. 표준액의 조제

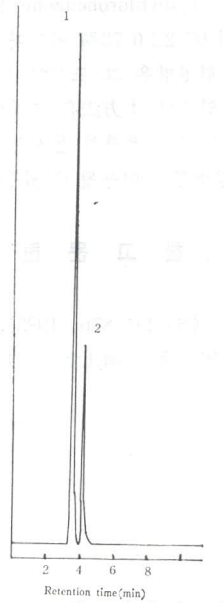
o-dichlorobenzene 및 3,5-dimethylphenol 일정량을 취하여 methanol에 녹여 o-dichlorobenzene은 14.5mg/ml, 3,5-dimethylphenol은 1.5mg/ml되게 조제하여 표준액으로 하였다.

4. 시료액의 조제

분석시료는 o-dichlorobenzene 및 3,5-dimethylphenol의 농도가 표준액의 농도와 같게 methanol에 그대로 녹여 시료액으로 사용하였다.

(조 건)

Column : μ -Bondapak C₁₈
 Mobile phase : methanol-water (9 : 1)
 Dectector : uv280nm (1.0 aufs)
 Flow Rate : 0.9ml/min (700 psig)
 Chart Speed : 5mm/min
 Sample size : 5 μ l



1. 3,5-dimethyl phenol
 2. o-dichlorobenzene

Fig. 1. Chromatogram of o-dichlorobenzene, 3,5-dimethylphenol

1. 3,5-dimethylphenol 2. o-dichlorobenzene

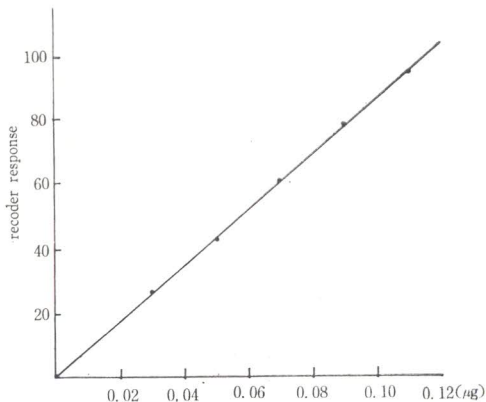


Fig. 2. Calibration curve of 3,5-dimethylphenol

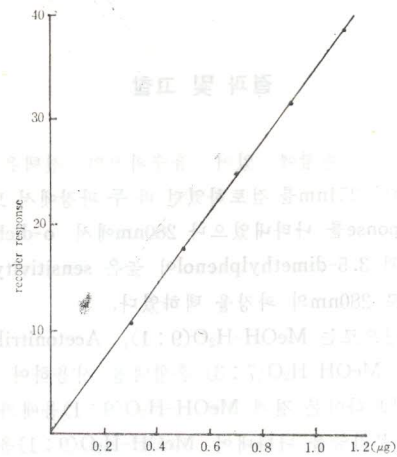


Fig. 3. Calibration curve of o-dichlorobenzene

5. 정량법

시료용액을 상기와 같은 조건에서 HPLC를 행하여 얻은 Chromaogram (fig1)을 Retention time으로 부터 확인하고 미리 작성한 검량선(fig II fig III)에 따라 정량

Table II. Recovery test of o-dichlorobenzene, 3,5-dimethylphenol from standardized sample

O-Dichlorobenzene	Taken (μ g)	Found (μ g)	Recovery (%)
run 1	0.7250	0.7064	97.4
2	0.7250	0.7167	98.9
3	0.7250	0.6843	94.4
4	0.7250	0.6917	95.4
5	0.7250	0.7013	96.7
Mean \pm SE			96.6 \pm 0.70

3,5-dmethylphenol	Taken (μ g)	Found (μ g)	Recovery (%)
run 1	0.0750	0.0738	98.4
2	0.0750	0.0721	96.1
3	0.0750	0.0748	99.7
4	0.0750	0.0727	96.9
5	0.0750	0.0713	95.1
Mean \pm SE			97.2 \pm 0.73

Table III. Analysis of preparations

Sample	o-Dichlorobenzene	3,5-Dimethylphenol
run 1	96.8	96.7
2	99.7	96.3
3	97.4	97.7
4	96.8	101.4
5	97.1	98.2
Mean \pm SE	97.6 \pm 0.49	98.1 \pm 0.81

하였다.

결과 및 고찰

본시험을 행함에 있어 흡수파장의 선택은 파장 280nm와 254nm를 검토하였던 바 두 파장에서 모두 높은 Response를 나타내었으나 280nm에서 o-dichlorobenzene과 3,5-dimethylphenol이 높은 sensitivity를 나타내므로 280nm의 파장을 택하였다.

이동상으로는 MeOH-H₂O(9:1), Acetonitrile-H₂O(6:4), MeOH-H₂O(7:3) 혼합액을 사용하여 분리양상을 검토하여본 결과 MeOH-H₂O(9:1)용매가 가장 양호한 분리능을 나타내어 MeOH-H₂O(9:1)을 이동상으로 사용하였으며 Retention time을 보면 o-dichlorobenzene은 4.1분, 3,5-dimethylphenol은 3.4분에서 Peak가 나타났다.

검량선의 작성시 농도와 Peak 높이 간에 양호한 직선을 나타내었으며 (fig II, fig III) 또한 표준품 o-dichlorobenzene, 3,5-dimethylphenol을 각각 72.5g, 7.5g씩을 취하여 유화제 10g을 넣고 methanol을 넣어 녹여 100ml로한 표준시료를 만들어 Recovery test를 한

결과 Table II에 표시한 바와 같이 o-dichlorobenzene 96.6±0.7%, 3,5-dimethylphenol 97.2±0.73%의 양호한 회수율을 나타냈으며 실제 시료를 분석한 결과는 Table III에 표시 하였다.

결론

1. 복합살충제를 칼럼 μ -Bondapak C₁₈을 써서 HPLC로 분리정량한 바 o-dichlorobenzene 97.6±0.49%, 3,5-dimethylphenol 98.1±0.81%의 양호한 성적을 얻었으며 회수율은 o-dichlorobenzene 96.6±0.70, 3,5-dimethylphenol 97.2±0.73% 이었다.
2. 기존의 시험방법은 그 조작이 복잡하고 장시간을 요하는 단점이 있으나 本方法은 조작이 간편하고 공존물질의 방해없이 신속 정확히 동시분리정량할 수 있어 실질적으로 검정업무에 이용될 수 있을것으로 사료된다.

참고 문헌

1. 환경청고시 제83-1호 87p (1983).
2. 最新裁判化學：東京 南江堂 p.241-246. (1971).

Retention Time (min)	Found (%)	Taken (%)	o-Dichlorobenzene
4.1	96.6	97.5	1
3.4	97.2	97.5	2
3.4	97.2	97.5	3
3.4	97.2	97.5	4
3.4	97.2	97.5	5
Mean ± SE			
	96.6 ± 0.7		

Retention Time (min)	Found (%)	Taken (%)	3,5-Dimethylphenol
3.4	97.2	97.5	1
3.4	97.2	97.5	2
3.4	97.2	97.5	3
3.4	97.2	97.5	4
3.4	97.2	97.5	5
Mean ± SE			
	97.2 ± 0.73		

Table III. Analysis of preparations

Sample	o-Dichlorobenzene (%)	3,5-Dimethylphenol (%)
run 1	96.8	96.7
2	96.7	96.3
3	97.4	97.7
4	96.8	96.4
5	97.1	96.5
Mean ± SE		
	97.0 ± 0.49	96.7 ± 0.73

