

## HPLC 및 GC에 의한 농약분석에서 전처리에 대한 연구

吳寶泳<sup>\*</sup> · 裴俊鉉<sup>††</sup> · 姜俊吉 · 金演斗<sup>\*</sup>  
충남대학교 자연과학대학 화학과, <sup>†</sup>충청남도 보건환경연구원  
<sup>††</sup>안양대학교 환경공학과  
(1999. 9. 1 접수)

## Studies on Pretreatment for Analysis of Pesticides by Using HPLC and GC

Bo-Young Oh<sup>†</sup>, Jun-Hyun Bae<sup>††</sup>, Jun-Gill Kang and Youn-Doo Kim\*

Department of Chemistry, Chungnam National University, Taejeon 305-764, Korea

<sup>†</sup>Institute of Health and Environment in Chungnam, Taejeon 300-200, Korea

<sup>††</sup>Department of Environmental Engineering, Anyang University, Kyungki-do 430-714, Korea

(Received September 1, 1999)

**요 약.** HPLC/UV 및 GC/FPD 법을 사용하여 환경수에 존재하는 Diazinon, EPN, Fenitrothion, Phosalon 및 Phosmet 등 5종의 유기인계 잔류농약을 분석하였다. 전처리 과정으로 고체상추출법(SPE)과 용매추출법(LLE)을 각각 적용한 결과, 회수율과 재현성에 있어, HPLC/UV에서는 용매추출법(LLE)보다 고체상추출법(SPE)이 더 우수하였고, GC/FPD에서는 고체상추출법(SPE)보다 용매추출법(LLE)이 더 우수하였다. 또 수돗물 및 하천수(와룡천)에 일정량의 유기인계 농약을 가하여 만든 합성시료중 각 성분을 분석한 결과, SPE-HPLC/UV 법에서는 회수율이 101%, % RSD는 4.3~8.7이었고, LLE-GC/FPD 법에서는 회수율이 100%, % RSD는 3.2~9.5이었다. 이 결과는 두 방법 모두 유기인계 잔류농약 분석에 이용할 수 있는 우수한 방법임을 제시하고 있다.

**ABSTRACT.** For determination of separated pesticides by using GC and HPLC, liquid-liquid extraction(LLE) and solid phase extraction(SPE) have been carried out to separate and concentrate the organophosphorous pesticides such as Diazinon, Fenitrothion, Phosmet, Phosalon and EPN in environmental water samples. In determination of pesticides by HPLC/UV, SPE has resulted in higher recovery and more precision than LLE, while in determination of pesticides by GC/FPD, vice versa. HPLC/UV after the pretreatment process of sample by solid phase extraction (SPE-HPLC/UV) has suggested the possibility of determination of pesticides ppb level. In comparison of detection limit, both SPE-HPLC/UV and LLE-GC/FPD are reasonably suitable for analysis of residue pesticides. In the respect of the rapidity and the solvent required, SPE-HPLC/UV method has proven to be superior to LLE-GC/FPD.

### 서 론

자연계중 대부분의 농약은 강우, 증발, 광분해 및 미생물에 의해 분해·소실되지만 극히 일부분은 수질, 토양 및 수화물중에 남아 독성을 유발하고 있다. 따라서 잔류성이 큰 DDT, BHC와 같은 유기염소계 농약은 생산 및 사용이 금지되고, 상대적으로 잔류성이 적

은 유기인계 농약의 사용이 증가하는 추세에 있다.<sup>1</sup>

이와 같이 잔류농약으로 인한 오염이 심각해짐에 따라 이에 대한 대처방안이 절실히 요구되고 또 그 방안을 세우기 위해서는 정확한 분석방법이 선결되어야 한다. 잔류농약의 분석과정은 전처리와 측정의 두 단계로 이루어져 있다. 방해물질을 분리제거하고 분석성분

을 농축하는 전처리 과정에는 purge and trap(P&T),<sup>2,3</sup> closed-loop stripping analysis(CLSA),<sup>4,5</sup> head space analysis(HSA),<sup>6,7</sup> super critical fluid extraction (SFE),<sup>8</sup> liquid-liquid extraction(LLE)<sup>9,10</sup> 등이 알려져 있고, 또 측정방법에는 GC법,<sup>11,12</sup> HPLC법,<sup>13,14</sup> MS법,<sup>15</sup> GC-MS법,<sup>16</sup> LC-MS법,<sup>17</sup> 전기분석법,<sup>18</sup> 형광분석법<sup>19</sup> 등이 알려져 있으나, 미국환경청이 제시한 표준분석방법(EPA-507)으로, 널리 활용되고 있는 방법은 LLE-GC/NPD법이다.

용매추출법(liquid-liquid extraction: LLE)은 수용액과 추출용매간 분배계수의 차이를 이용한 분리방법으로, 특별한 장치가 필요치 않으면서 극성이 광범위한 유기화합물을 포함한 시료에는 비교적 회수율이 높아서 널리 이용되고 있으나, 추출시간이 길고 사용되는 용매의 양이 많은 단점이 있다.

이러한 관점에서 80년대 후반부터는, 칼럼에 충진된 고체 흡착제에 흡착된 분석성분을 소량의 유기용매로써 용·리 시킬 때 분리 및 농축이 가능한 고체상추출법(solid phase extraction: SPE)의 활용에 대한 연구가 수행되어 왔다.

SPE를 농약분석에 활용한 연구논문을 보면, 1989 Hinckley 등은 C<sub>18</sub> bondedphase 카트리지를 이용하여 수질중 유기인계 및 유기염소계 농약을 분리·농축하였고,<sup>20</sup> 1989 Bacaloni 등은 organochlorinate pesticides를 흑연탄소에 흡착·농축시킨 후 여러 가지 유기용매에 대한 탈착거동을 연구하였으며,<sup>21</sup> 1990 Valls 등은 LLE와 SPE를 결합시킨 흡착제를 이용하여 도시폐수중 290여종의 오염물질을 분리·확인하였다.<sup>22</sup> 또한 1993, Beltran 등은 C<sub>18</sub> 카트리지와 C<sub>18</sub> 엠포 디스크(empose disc)를 이용하여 지하수 중 잔류농약을 비교 분석하였고,<sup>23</sup> 1996 Magdic 등은 마이크로 고체상추출법을 이용하여 환경수중 20여종의 유기인계 농약을 분석하였다.<sup>24</sup>

본 연구에서는 HPLC/UV와 GC/FPD를 이용하여 환경수 중에 잔류하고 있는 미량의 유기인계 농약을

분석할 때 전처리 방법으로 용매추출법(LLE)과 고체상 추출법(SPE)을 각각 적용하여 최적분리조건을 검토하고, 그 조건에서 정확성과 재현성을 비교함으로써 앞으로 농약 분석분야에 활용가능 여부를 확인하고자 한다. 시료로 사용한 유기인계 농약들은 Table 1에서 보는 바와 같다.

## 실험

### 시약 및 기기

WAKO사의 Diazinon 및 Phosalon, Labor Dr. Ehrenstorfer의 Fenitrothion 및 Phosmet 그리고 CHEM service의 EPN 등 제품을 정제하지 않고 Merck사의 acetonitrile 혹은 methyl ter-butyl ether(MTBE)에 녹인 다음 필요에 따라 회석시켜 사용하였고, methanol, methylene chloride 등 용매도 Merck의 HPLC 분석용을 사용하였다.

액체크로마토그래피는 Waters사의 시스템으로 501 HPLC Pump, Automated Gradient Controller 486, Tunable Absorbance UV-VIS Detector, 시료 주입기는 U6K(10 μl loop), 적분계는 746 Data Module을 사용하였으며, 기체크로마토그래피는 Flame Photometric Detecter(FPD)가 장착된 Perkin Elmer Autosystem GC이고, 연료기체는 수소와 공기, 운반기체는 순수급 질소를 사용하였다.

초음파 진동기는 Fisher Scientific사의 state/ultrasonic FS-28을 사용하였고, 또 고체상추출에서 octadecyl bonded silica가 1 g 들어있는 Superclean LC-18 SPE 튜브 카트리지와 SIBATA circulating aspirator WJ-15 흡입기를 사용하였다.

## 실험 방법

### 측정조건

**HPLC/UV:** Column은 μ-Bondapak C<sub>18</sub> 3.9×300

Table 1. The IUPAC names of organophosphorous pesticides

Common name	IUPAC name	mol wt	mp
Diazinon	Thiophosphoric acid 2-isopropyl-4-methyl-6-pyrimidyl diethyl ester	304.4	-
Fenitrothion	O,O-dimethyl O-4-nitro-m-tolyl phosphorothioate	277.3	3.4
Phosmet	Phosphorodithioic acid O,O-dimethyl ester S-ester with N-(mercaptopethyl) phthalimide	317.3	71.9
Phosalone	Phosphorodithioic acid O,O-dimethyl ester S-ester with 6-chloro-3-(mercaptopethyl)-2-benzoxazolinone	367.8	47.5
EPN	O-ethyl O-p-nitrophenyl phenylphosphonothioate	323.3	36.0

mm 칼럼을 사용하였으며 이동상은 아세토니트릴-물(60:40), 유속은 1  $\mu\text{L}/\text{min}$  이었다. 측정파장은 230 nm, absorption unit full scale(AUFS)는 0.1, 시료 주입량은 10  $\mu\text{L}$  이었다.

**GC/FPD:** 칼럼으로 모세관 칼럼 30 m  $\times$  0.25 mm i.d.(0.25  $\mu\text{m}$ ) Rtx-1(100% dimethyl polysiloxane)을 사용하였다. 칼럼 내의 질소 유속을 1 mL/min로 유지시켰으며, 칼럼의 온도는 5개 유기인계 농약의 동시 분리를 위해 60 °C에서 1분간 유지시킨 후 6 °C/min으로 가열했다. 온도가 120 °C에 도달했을 때 1분간 온도를 유지시켰으며, 그 후 3 °C/min로 승온시켰다. 다시 180 °C에서 2분간 유지시키고 8 °C/min로 260 °C까지 승온시켜 3분간 유지하였다. 시료 주입구의 온도는 230 °C, 시료 주입량은 2.0  $\mu\text{L}$  이었다. 검출기는 EPA 507에서 사용하였던 NPD 대신 FPD로 바꾸어 사용하였다.

#### 전처리 방법

**SPE:** 고체상 추출장치는 Fig. 1과 같다. 1 L 분액깔대기에 500 mL의 물을 취하고 각 농도별로 조제된 농약 표준용액 1 mL씩을 첨가한 후 이 용액을 5 mL/min 속도로, 아세토니트릴과 메탄올 10 mL씩으로 씻은 후 물 10 mL로 다시 씻은 Supelclean LC-18 SPE 튜브 카트리지 속으로 통과시켰다.

흡착이 끝나면 소량의 물로 분액깔대기와 solvent reservoir을 씻어 내리고 진공상태로 2분간 방치하여 카트리지를 건조시킨 다음, 저 진공에서 아세토니트릴을 통과시키면서 카트리지 속에 흡착된 농약성분을 서

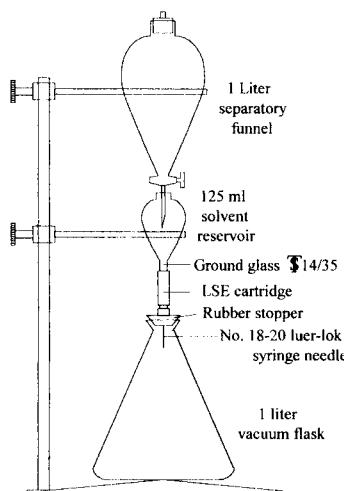


Fig. 1. Solide phase extraction apparatus.

서히 용리시켰다.

15 mL의 Rohre tube에 모아진 용리액은 35 °C 수조에서 질소를 이용하여 최종 1.0 mL가 되도록 농축시켜 HPLC의 시료로 하였고, 또 GC에서는 무수황산나트륨으로 용리액 중 수분을 제거한 다음, 질소를 이용하여 용매를 날려보낸 후, MTBE를 가하여 최종 1.0 mL되게 하였다.

**LLE:** 용매추출은 미국환경청이 질소와 인계 농약분석법으로 지정한 EPA Method 507법에 따라 실험을 하였다. 즉, 1 L 분액깔대기에 물 500 mL와 농도를 달리한 농약 표준용액 1 mL 씩을 취하고, pH 7의 인산염 완충액 25 mL와 50 g의 염화나트륨을 가한 다음 잘 혼들어 주었다. 메틸렌클로라이드 30 mL 씩으로 3회 반복 추출하여 삼각플라스크에 옮기고, 무수황산나트륨 2.5 g을 이용하여 탈수시켰다. 35 °C 수조에서 회전 진공증발기를 이용하여 메틸렌클로라이드를 거의 날려보낸 후, 아세토니트릴로서 6 mL되게 하였다. HPLC에서는 질소를 이용하여 총 1.0 mL 되도록 농축시켜 시료로 하였고, 또 GC에서는 메틸렌클로라이드를 거의 날려보낸 후, 아세토니트릴 대신 MTBE로서 최종 1.0 mL 되게 하였다.

**계산:** HPLC 및 GC에 대한 표준검량선은 0.1, 0.2, 0.5, 1.0, 2.0, 5.0 및 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 의 농도에 따른 피아크의 면적을 측정하여 얻었으며, 농약의 정량은 봉우리 면적을 측정한 후 검량선에 대입하여 주입된 화합물의 양을 확인한 후 그 값을 이용하여 계산하였다. 또 SPE 및 LLE을 통한 모든 회수율(Recovery)과 % RSD는 동일 실험을 3회 반복하여 얻은 수치를 통계 처리하여 구했고, 특히 수질시료에의 적용에서는 동일 실험을 5회 반복하여 처리하였다.

$$\text{Recovery} = 100 \times (X - B) / (X + B)$$

X: The concentration for each analyte

B: The background concentration

#### 결과 및 고찰

##### HPLC/UV에 의한 잔류농약 분석

농도를 달리한 5종의 유기인계 농약표준물질 각각을 HPLC/UV로서 측정하여 얻은 표준검량선은 Fig. 2에서 보는바와 같이 좋은 직선을 나타내고 있다.

**고체상추출(SPE)법.** 5종의 농약을 일정비율로 혼합시킨 시료 중 각각을 SPE-HPLC/UV로서 분석하여

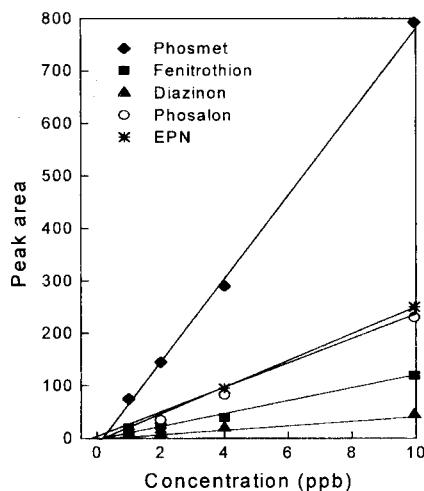


Fig. 2. Calibration curves for HPLC/UV.

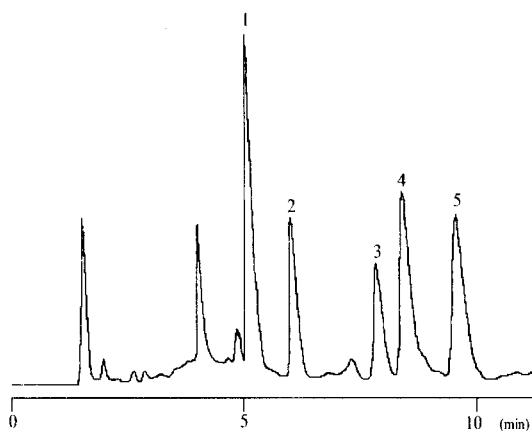


Fig. 3. HPLC chromatogram of pesticides after solid phase Extraction; 1: phosmet (2.5 µg/L), 2: fenitrothion (10 µg/L), 3: diazinon (20 µg/L), 4: phosalon (10 µg/L), 5: EPN (10 µg/L).

Fig. 3과 Table 2을 얻었다. Fig. 3에 의하면 이들 농약의 분리·확인이 용이하고, 또 Table 2의 결과를 보면 1 ppb 이하에서는 회수율은 다소 낮고 % RSD는 다소 높았지만, 2 ppb 이상에서는 회수율(95~109

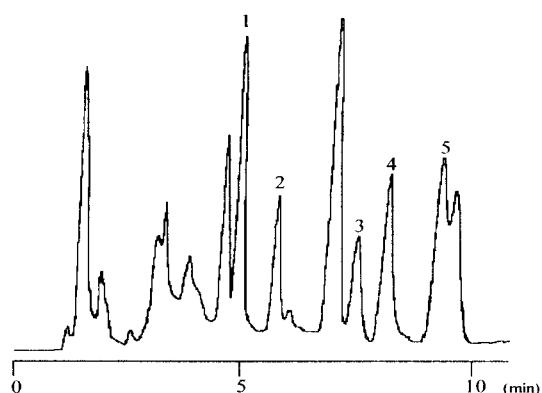


Fig. 4. HPLC chromatogram of pesticides after liquid-liquid Extraction; 1: phosmet (2.5 µg/L), 2: fenitrothion (10 µg/L), 3: diazinon (20 µg/L), 4: phosalon (10 µg/L), 5: EPN (10 µg/L).

%)과 % RSD(0.3~8.8)가 우수하였다.

특히, Phosmet은 머무름 시간이 짧고 감도가 예민하였으나 반대로 Diazinon은 타 성분에 비해 회수율과 감도가 다소 낮았다. 그 이유는 칼럼을 통과하는 동안에 일부의 Diazinon이 가수분해를 한 탓으로 생각되나 전체에 대한 평균회수율은 EPA법의 권고치(70~130%)를 만족시키고 있다.

**용매추출(LLE)법.** 5종의 농약을 일정비율로 혼합시킨 시료중 각각을 LLE-HPLC/UV로서 분석하여 Fig. 4와 Table 3을 얻었다. Fig. 4에 의하면 2 ppb 이상에서는 분석성분들의 피크와 겹치지 않지만, 용매에 의한 피크가 너무 크게 나타나기 때문에 1 ppb 이하의 분석에서는 확인이 어려웠다.

또 Table 3의 결과를 보면 2 ppb 이상의 EPN, Fenitrothion 및 Phosalon 등의 분석에서는 회수율과 재현성이 비교적 무난하였으나, 1 ppb 이하에서는 분석자체가 쉽지 않았다. 특히 Diazinon과 Phosmet의 분석에서 전반적으로 회수율이 낮은 이유는 추출용매로 사용된 메틸렌클로라이드에 의한 영향으로 생각된다.

#### SPE-HPLC/UV와 LLE-HPLC/UV의 비교. 일정비

Table 2. Analytical results of pesticides by HPLC/UV after SPE treatment

Compound	Recovery (% RSD)				
	0.4 µg/L	1.0 µg/L	2.0 µg/L	4.0 µg/L	10.0 µg/L
Diazinon	84(12.9)	89(10.6)	96(7.3)	95(5.8)	99(4.8)
EPN	88(15.3)	103( 8.9)	106(6.6)	109(7.8)	105(4.7)
Fenitrothion	91(10.6)	110( 9.9)	103(6.3)	104(5.8)	106(0.3)
Phosalon	89(13.3)	92( 3.3)	99(8.8)	108(8.4)	107(5.7)
Phosmet	92(12.0)	94( 9.2)	97(6.6)	98(6.1)	101(2.6)

Table 3. Analytical results of pesticides by HPLC/UV after LLE treatment

Compound	Recovery (% RSD)			
	1.0 µg/L	2.0 µg/L	4.0 µg/L	10.0 µg/L
Diazinon	—	88(15.8)	81(11.5)	91(8.5)
EPN	97(11.7)	98(13.5)	97(12.0)	95(7.1)
Fenitrothion	110(13.1)	106(12.1)	101(1.1)	97(3.5)
Phosalon	97(8.9)	103(4.4)	110(10.7)	102(3.3)
Phosmet	94(4.7)	97(2.6)	91(4.0)	91(1.9)

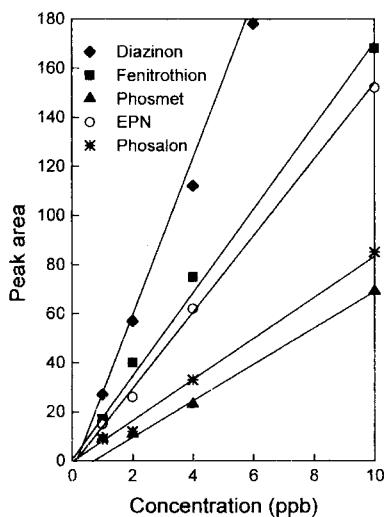


Fig. 5. Calibration curve for GC/FPD.

을로 혼합시킨 농약시료 중 각각을 SPE-HPLC/UV 및 LLE-HPLC/UV로서 비교분석한 결과 LLE-HPLC/UV에서는 잔류용매에 의한 피아크가 너무 크게 나타나, 1 ppb 이하에서는 분리·확인이 어려워 분석자체가 쉽지 않았고, 특히 Diazinon과 Phosmet에서는 회수율이 낮았다.

반면에 SPE-HPLC/UV에서는 전반적으로 회수율과 재현성이 우수하였다.

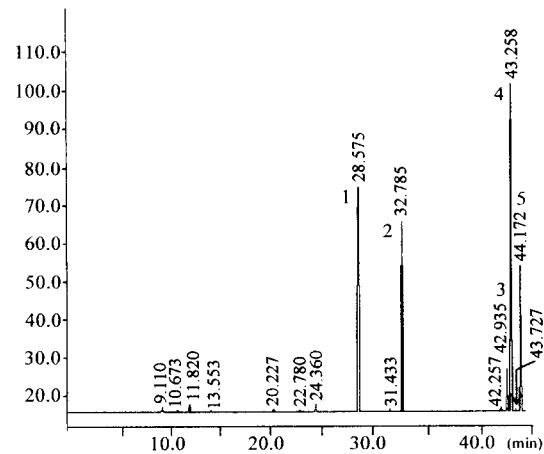


Fig. 6. GC Chromatogram of pesticides after solid phase extraction; 1: diazinon (5 µg/L), 2: fenitrothion (10 µg/L), 3: phosmet (20 µg/L), 4: EPN (10 µg/L), 5: phosalon (10 µg/L).

### GC/FPD에 의한 잔류농약 분석

농도를 달리한 5종의 유기인계농약 표준물질 각각을 GC/FPD로서 측정하여 얻은 표준검량선은 Fig. 5에서 보는 바와 같이 직선을 나타내고 있다.

**고체상추출(SPE)법.** 5종의 농약을 일정비율로 혼합시킨 시료중 각각을 SPE-GC/FPD로서 분석하여 Fig. 6과 Table 4를 얻었다. Fig. 6에 의하면 이들 농약의 분리·확인은 용이하나, 특히 Phosmet의 경우 피아크가 작게 나타났다. 그 이유는 잔류하고있던 용리액이 FPD에 대한 Phosmet의 상대감응을 낮게 한 것으로 생각된다.

또 Table 4의 결과를 보면, Diazinon, EPN 및 Fenitrothion에서는 회수율이 낮고, Phosalon 및 Phosmet에서는 회수율과 % RSD가 전반적으로 높았다. 따라서 SPE-GC/FPD법은 유기인계 농약분석에 적합한 방법이라고 볼수가 없다.

**용매추출(LLE)법.** 5종의 농약을 일정비율로 혼합시

Table 4. Analytical Results of Pesticides by GC/FPD after SPE treatment

Compound	Recovery (%RSD)				
	0.4 µg/L	1.0 µg/L	2.0 µg/L	4.0 µg/L	10.0 µg/L
Diazinon	85(25.8)	81(7.4)	95(6.4)	94(14.8)	—
EPN	94(13.0)	92(2.9)	95(8.7)	92(9.3)	90(9.6)
Fenitrothion	88(17.3)	83(14.6)	92(9.0)	105(7.1)	95(19.5)
Phosalon	122(18.4)	108(6.2)	105(10.4)	106(11.4)	106(12.1)
Phosmet	116(20.8)	105(4.9)	104(10.3)	114(13.7)	110(14.8)

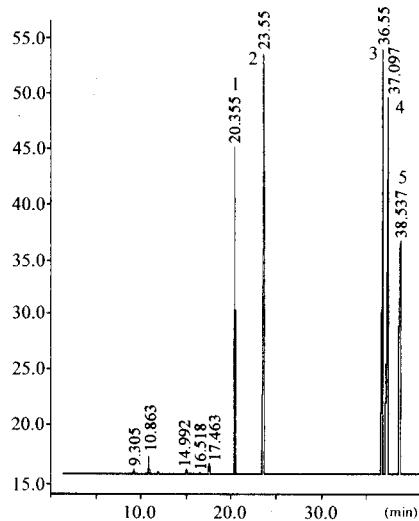


Fig. 7. GC Chromatogram of pesticides after liquid-liquid Extraction; 1: diazinon (5 µg/L), 2: fenitrothion (10 µg/L), 3: phosmet (20 µg/L), 4: EPN (10 µg/L), 5: phosalon (10 µg/L).

Table 5. Analytical results of pesticides by GC/FPD after LLE treatment

Compound	Recovery (%RSD)			
	1.0 µg/L	2.0 µg/L	4.0 µg/L	10.0 µg/L
Diazinon	90(3.8)	102(6.2)	101(1.1)	-
EPN	91(14.3)	98(9.5)	101(5.2)	97(4.0)
Fenitrothion	91(12.6)	102(5.6)	100(2.3)	96(2.9)
Phosalon	110(11.3)	108(8.9)	101(5.4)	101(5.4)
Phosmet	118(14.9)	113(7.5)	104(5.5)	105(6.0)

건 시료중 각각을 LLE-GC/FPD로서 분석하여 Fig. 7 과 Table 5를 얻었다. Fig. 7에 의하면 이들 농약들의 분리·확인이 용이하고, 또 Table 5에 의하면 2 ppb 이상에서는 평균 회수율은 96~113%이고, % RSD는 1.1~9.5로 분석 결과가 우수하였다.

**SPE-GC/FPD와 LLE-GC/FPD의 비교.** 일정비율로 혼합시킨 농약시료중 각각을 SPE-GC/FPD 및 LLE-

GC/FPD로서 비교분석한 결과, SPE-GC/FPD에서는 Phosmet의 피크가 너무 작게 나타나고, Diazinon, EPN 및 Fenitrothion 등은 회수율이 낮았다. 또 Phosalon과 Phosmet은 회수율이 너무 높고 재현성은 크게 떨어졌다.

반면에 LLE-GC/FPD에서는 전반적으로 회수율과 재현성이 우수하였다.

### 수질시료에 적용

수돗물 및 하천수(아룡천)에 5종의 유기인계 농약을 각각 10 ppb<sup>o</sup> 되도록 가하여 만든 합성시료에, 앞에서 실험을 통하여 회수율과 재현성의 우수함을 확인한 바있는 SPE-HPLC/UV법과, 또 미국환경청이 질소와 인계 농약분석법으로 지정한 LLE-GC/FPD(EPA Method 507)법을, 각각 5회 반복적용하여 처리한 분석결과는 Table 6에서 보는 바와 같다.

Tap Water 시료 중 5종의 유기인계 농약에 대한 분석 값을 보면 SPE-HPLC/UV법에서는 평균 회수율이 101%<sup>o</sup>고 % RSD는 4.3~8.7%<sup>o</sup>며, LLE-GC/FPD 법에서는 평균 회수율이 99%<sup>o</sup>고 % RSD는 3.2~9.5%<sup>o</sup>였다.

또 River Water 시료중에 대한 분석값을 보면 SPE-HPLC/UV법에서는 101%과 5.1~7.5%<sup>o</sup>이고, LLE-GC/FPD법에서는 101%과 3.9~6.2%<sup>o</sup>였다. 회수율이나 재현성으로 보아 두 방법 모두 유기인계 잔류농약 분석에 적합한 방법이라 생각된다. 차이가 있다면, SPE-HPLC/UV법에서는 Diazinon의 회수율이, 또 LLE-GC/ FPD법에서는 EPN의 회수율이 다른 성분에 비하여 다소 떨어질 뿐이다.

### 결 론

HPLC/UV 및 GC/FPD로서 환경수중 Diazinon, EPN, Fenitrothion, Phosalon 및 Phosmet 등 5종의 유기인계 잔류농약을 분석하기 위한 전처리 과정으로

Table 6. Recoveries and reproducibilities for tap and river water

Compound	Tap Water		River Water	
	SPE-HPLC	LLE-GC	SPE-HPLC	LLE-GC
Diazinon	94(7.8)	106(3.2)	97(5.1)	103(6.2)
EPN	103(4.3)	91(9.5)	105(7.2)	94(5.4)
Fenitrothion	104(6.6)	94(6.2)	101(6.3)	98(3.9)
Phosalon	108(8.7)	102(6.9)	105(5.8)	105(5.7)
Phosmet	96(5.9)	106(4.5)	99(7.5)	104(6.0)

고체상추출법(SPE)과 용매추출법(LLE)을 각각 적용하여 얻은 결론은 다음과 같다.

HPLC/UV에 의한 분석결과, 용매추출법(LLE)은 용매에 의한 페이크가 너무 크게 나타나, 1 ppb 이하에서는 분리·확인이 어려워 분석자체가 쉽지 않았고, 특히 Diazinon과 Phosmet의 회수율이 낮은 반면, 고체상추출법(SPE)은 전반적으로 회수율과 재현성이 우수하였다.

GC/FPD에 의한 분석결과, 고체상추출법(SPE)에서는 Diazinon, Fenitrothion 및 EPN 등의 회수율은 낮고, Phosalon 및 Phosmet의 회수율은 너무 높으면서 재현성이 크게 떨어진 반면, 용매추출법(LLE)에서는 전반적으로 회수율과 재현성이 우수하였다.

SPE-HPLC/UV법 및 LLE-GC/FPD법으로 수돗물 및 하천수(와룡천)에 일정량의 유기인계 농약을 가하여 만든 합성시료중 각 성분을 비교 분석한 결과 두 방법은 모두 회수율과 재현성이 우수하였다.

종합하면 유기인계 잔류농약 분석에 SPE-HPLC/UV법과 LLE-GC/FPD법을 적용해 본 결과, 회수율과 재현성에 있어서는 두 방법 모두 우수하으나, 실험 조작에 있어서는 SPE-HPLC/UV법이 LLE-GC/FPD법 보다 간편하고, 여러개의 시료를 동시에 전처리할 수 있어 신속하고 또 용매를 절약할 수 있는 장점이 있다.

따라서 SPE-HPLC/UV법은 LLE-GC/FPD법과 상호보완적으로 환경수 분석에 활용화가 서둘러 이루어져야 할 것이다.

### 인 용 문 헌

- Martinez, R. C.; Gonzalo, E. R.; Garay, F.; Mendez, J. H. *J. Chromatogr.* **1993**, 644, 49.
- Cailleux, A.; Turcant, A.; Allain, P. *J. Chromatogr.* **1987**, 391, 280.
- Eichelberger, J. W.; Bellar, T. A.; Donnelly, J. P.; Budde, W. L. *J. Chromatogr. Sci.* **1990**, 28, 460.
- Graydon, J. W.; Grob, K.; Zuercher, F.; Giger, W. *J. Chromatogr.* **1984**, 285, 307.
- Boren, H.; Grimvall, A.; Palmborg, J.; Wigilius, Bo *J. Chromatogr.* **1985**, 348, 67.
- Schnable, J. C.; Dussert, B.; Suffet, I. H. *J. Chromatogr.* **1990**, 513, 47.
- Mehran, M.; Cooper, W. J.; Jennigs, W. *J. Chromatogr. Sci.* **1986**, 24, 142.
- Langeufeld, J. J.; Hawthorne, S. B.; Millwler, D. J.; Pawliszyn, J. *Anal. Chem.* **1994**, 66, 909.
- Eichelberger, J. W.; Kerns, E. H.; Budde, W. L. *Anal. Chem.* **1983**, 55, 1471.
- Bellar, T. A.; Budde, W. L. *Anal. Chem.* **1988**, 60, 2076.
- Lacorte, S.; Molina, C.; Barcelo, D. *Anal. Chim. Acta.* **1993**, 281, 71.
- Psathaki, N.; Manoussaridou, E.; Stephanou, E. G. *J. Chromatogr. A.* **1994**, 667, 241.
- Clark, G. J.; Goodin, R. R.; Smiley, J. W. *Anal. Chem.* **1985**, 57, 2223.
- Hennion, M. C.; Coquart, V. *J. Chromatogr.* **1993**, 642, 211.
- Brinkman, U. A. Th.; Kok, A. De; Greedink, R. B. *J. Chromatogr.* **1984**, 283, 113.
- Ting, K.; Tamashiro, G. S. *J. Chromatogr. A.* **1996**, 754, 455.
- Lacorte, S.; Barselo, D. *J. Chromatogr. A.* **1995**, 712, 103.
- Thomas, M. B.; Sturrock, P. E. *J. Chromatogr.* **1986**, 357, 318.
- Krause, R. T.; August, E. M. *J. Assoc. off. Anal. Chem.* **1983**, 66, 234.
- Hinckley, D. A.; Bibieman, T. F. *Environ. Sci. Technol.* **1989**, 23, 995.
- Bacaloni, A.; Goretti, G.; Lagana, A.; Petronio, B.; Rotatori, M. *Anal. Chem.* **1989**, 21, 435.
- Valls, M.; Bayona, J. M.; Albaiges, J. *Int. J. Environ. Anal. Chem.* **1990**, 39, 329.
- Beltran, J.; Lopez, F. J.; Hernandez, F. *Analtica Chimica Acta.* **1993**, 283, 297.
- Magdic, S.; Boyd-Boland, A.; Jinno, K.; Pawliszyn, J. *B. J. Chromatogr. A.* **1996**, 736, 219.