

폐콘덴서의 絶緣油 中에 含有된 PCB 分析에 關한 研究

김 귀 자 · 박 재 주

환경관리공단

A Study on PCB Analysis of Insulating Oil in Waste Condenser

Kim Gui Ja, Park Jae Joo

Environemetal Management Corp. Seoul, Korea, 134-240

ABSTRACT

A quantitative analytical method of highly concentrated PCB is established in the research. With the quantitative analytical method PCB of insulating oil was examined.

The following conclusions are derived from this research.

1. The recovery ratio was 95.7% with the quantitative analytical method, which indicates it can be used for the analysis of PCB.
2. PCB concentration of insulation oil in waste condenser was found to be 21.2% thru 13.85%, which was highly concentrated.
3. PCB insulation oil in waste condenser was same as PCB-42.

서 론

Polychlorinated biphenyls(이하 PCB로 생략)는 전기 절연성이 높아 콘덴서의 絶緣油로서 널리 이용되어 왔다¹⁾.

그러나 1936년 chlorinated naphthalene과 PCB 혼합물로 사망예가 보고된 이래 직업병의 原因物質로 認識되어 生體오염을 대상으로 많은 연구가 진해 되었다^{2~6)}.

우리나라에서도 PCB를 特定有害物質(유해산업

폐기물질)로 規定하고 그 排出許容基準值를 0.003 ppm이하로 規制하여⁷⁾ 그 분석방법을 환경오염공정 시험법(이하 고정시험법으로 생략)에 수록하고 있다⁸⁾.

그러나 現在 韓國電力公社(이하 한전으로 생략)에서 廢棄시키고 있는 폐콘덴서중의 PCB의 濃度는 高濃度인 關係로 공정시험법에 수록된 PCB 미량 分析法으로 분석할 경우에는 分析時間이 많이 所要될 뿐만 아니라 높은 회석배수에 따른 測定誤差가 생길 수 있다.

따라서 이 研究에서는 고농도 PCB 분석법을 확

립할 필요가 있다고 생각되어 고정시험법을 응용하여 고농도 PCB정량 분석법을 考案했으며, 이 새로운 정량법으로 한전에서 수거한 폐콘덴서 中の PCB의 濃度를 求했다.

재료 및 방법

1. 시약 및 기구

N-hexane, 殘留農藥試驗用

Sodium sulfate anhydrous, PCB 分析用

Acetonitril, PCB 분석용

Florisil 60-80 mesh, PCB 分析用

Silical gel, PCB 定量用

이외의 시약은 모두 特級品을 사용했다. 시약 및 증류수는 hexane으로 세정한 후 사용했다. 또한 기구는 물로 잘 씻은 후 蒸留水, acetone 및 hexane의 순으로 再洗滌하여 使用했다.

2. 기 구

Gas chromatography: Shimadzu GC 7A,
Chromatopac C-RIB

3. 실험방법

1) 표준원액 및 표준액 조제

표준원액 조제: PCB-42(日本 東京 化成工業株式會社) 44.24 mg을 hexane 20 ml에 녹여 標準原液으로 하였다.

표준액 조제: 標準原液을 hexane을 溶媒로 하여 단계적으로 1000倍 稀釋한 액을 표준용액으로 하였다.

2) 시료액 조제

시료 채취: 한전에서 수거한 廢콘덴서를 解체하며 그속의 絶緣유를 무색의 유리병에 받아 시료로 하였다. 콘덴서의 종류 및 콘덴서 제조일 Table 1에 나타내었다.

시료액 조제: 採取한 節燃油 1g를 취하여 hexane에 용해시켜 100 ml로 한 다음 시료액으로 하였다.

Table 1. Types of waste condenser.

Sampling No.	Type of condenser	Date of manufacture
1	Type PED Serial No.48737	1968. 9.
2	Type PED Serial No.8C08683	1978. 3.
3	Type PED Serial No.8E100462	1978. 4.

3) 측정방법

시료액 5 ml를 活性化하지 않은 florisil 20 ml를 채운 column에 주입하고, hexane 5 ml로 용기를 洗淨하여 洗淨液을 column에 注入한 후 窒素가스를 column하부에서 부터 통기시켜 hexane을 完全히 제거한 후 70% acetonitril 水溶液 200 ml를 1 drop/sec의 速度로 column 上部에서 주입하고 column 下部에서 三角플라스크로 받는다. 三角플라스크에 받은 액을 1l의 분액여두에 넣고 hexane 100 ml로 三角플라스크를 씻어 세정액을 分液濾斗에 넣고 증류수 500 ml를 가한 다음 1N-NaOH로서 약 알칼리성으로 추출한 후 水層을 分離하여 버린다. hexane층을 취하여 여기에 증류수를 200 ml씩 加하여 3회 洗淨한 후 hexane層을 sodium sulfate로 脫水하고 hexane으로 正確히 100 ml로 맞춘다. 이 중 5 ml를 正確히 取하여 silica gel 20 g 및 sodium sulfate 4 g을 채운 column위에 注入하여 sodium sulfate층에 완전히 스며들게 한 다음 hexane 400 ml를 column상부에 주입하여 1 drop/sec의 속도로 hexane을 流出시켜 column하부에서 받아, 처음 100 ml는 버린다. 나머지 액을 취하여

Table 2. Operating conditions of gas chromatography.

Model of Instrument	Schimadzu GC 7A Chromatopac C-RIB
Column	2% Silicone OV-1 Uniport HP 60-80 mesh 3 mm×2 m glass
Temperature	Col. 180°C Inj. 250°C
Carrier gas	N ₂ 60 ml/min
Detector	ECD (⁶³ Ni)

hexane으로 정확히 300 ml로 맞춘 후 GC에 주입하고 peak의 面積을 測定하여 미리 작성한 표준액의 chromatogram을 基準하여 시료액중의 PCB의 濃度를 求한다.

實驗方法을 scheme 1에 나타내었다. 이 때 GC 조건은 Table 2 와 같다.

4) 농도계산

시료액의 농도 (ppm)

$$= C \times 100 \times \frac{A'}{A} \times \frac{100}{5} \times \frac{300}{5} \times \frac{100}{R}$$

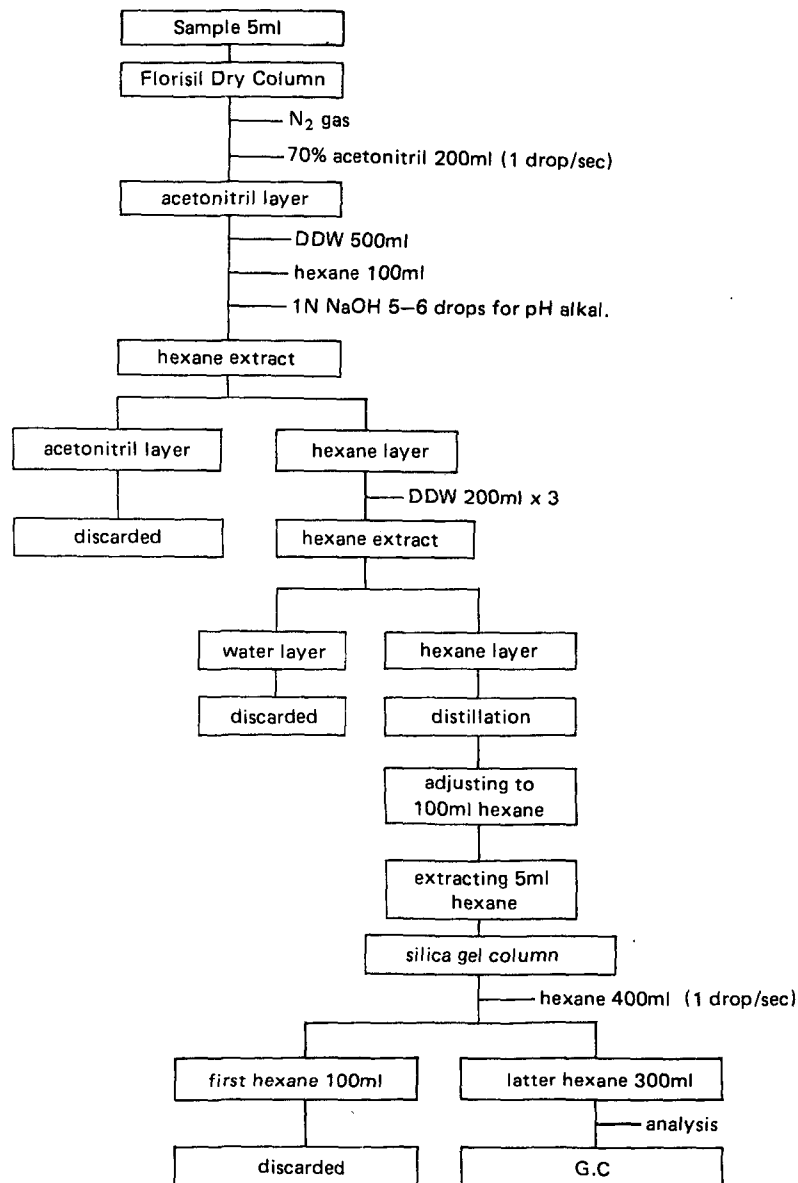
C = PCB-42 표준용액의 농도 (ppm)

A = PCB-42 표준용액의 peak면적

A' = 시료액의 peak 面積

R = 回收率

Scheme 1. Analytical procedure of PCB by a new method.



결과 및 고찰

1. 회수율 실험

PCB-42 표준원액 5 ml를 scheme 1의 방법으로 회수율 실험을 한 결과를 Table 3에 나타내었다. 또한 1 chromatogram을 Fig. 1에 나타내고, PCB

-42의 표준용액의 chromatogram을 Fig. 2에 나타내었다.

Table 3. Recovery of PCB-42 by a new analytical method.

Compound	Amount added (mg/l)	Recovery(%)
PCB-42	2212	95.7

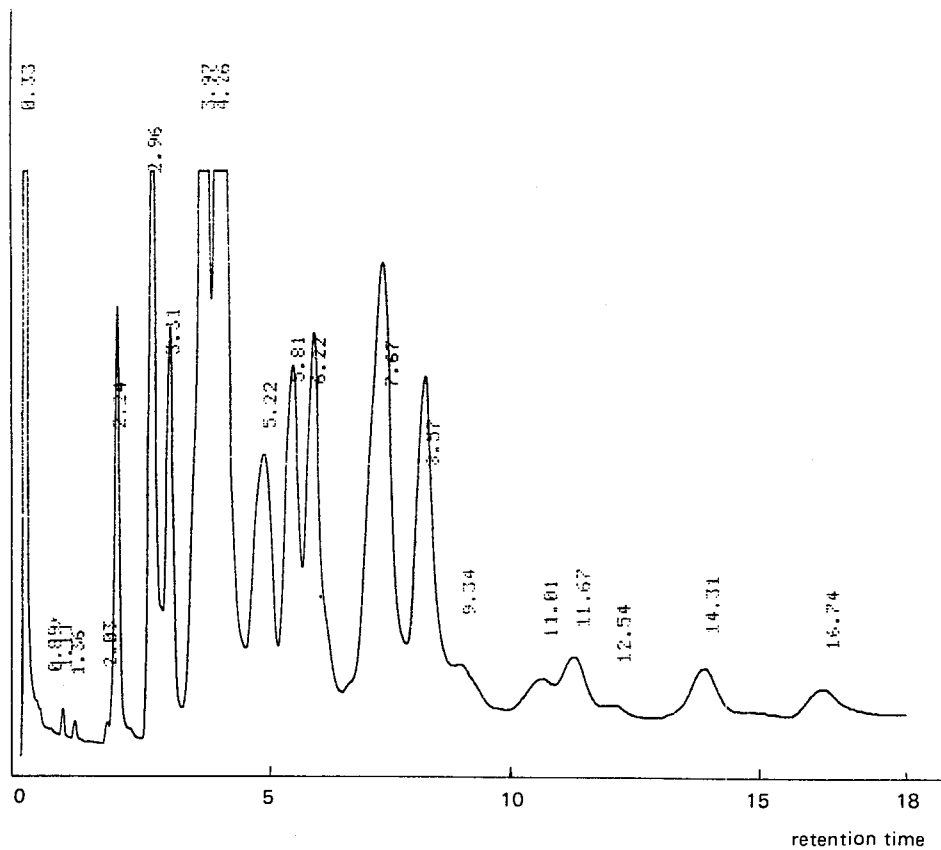


Fig. 1. Gas chromatogram of PCB-42 extracted with a new method.

Fig. 1, Fig. 2의 比較에서 볼 수 있는 것과 같이 retention time 1.72와 2.52의 peak를 除外한 모든 peak가 제현 됨을 알 수 있다.

또한 Table 3과 같이 95.7%의 높은 회수율을 나타낸다.

이상의 결과에서 새로 確立한 定量 分析法은 고농도 절연유 분석에 있어서도 실제 이용이 가능함을 알 수 있다.

2. 절연유 중의 PCB분석

절연유 중의 PCB분석 결과 Table 4에 나타내었고, 각 시료의 chromatogram을 Fig. 3, Fig. 4 및 Fig. 5에 나타내었다. Fig. 3, Fig. 4 및 Fig. 5에서 나타난 것과 같이 시료 1, 시료 2는 동일성상의 물질이고 시료 3은 조금 다르나 모두 PCB-42에 해당됨을 알 수 있다. 또한 각 시료의 농도는 Table 4와

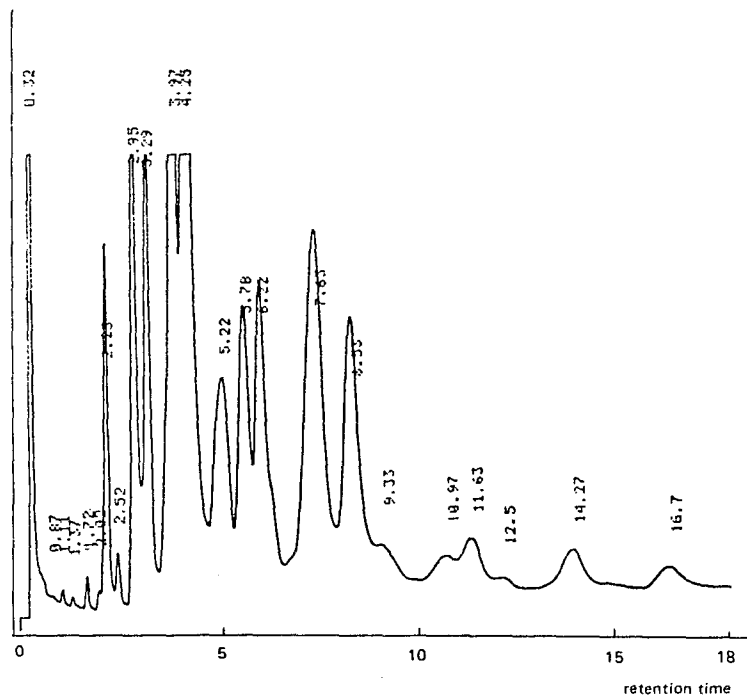


Fig. 2. Gas chromatogram of PCB-42 standard solution in hexane.

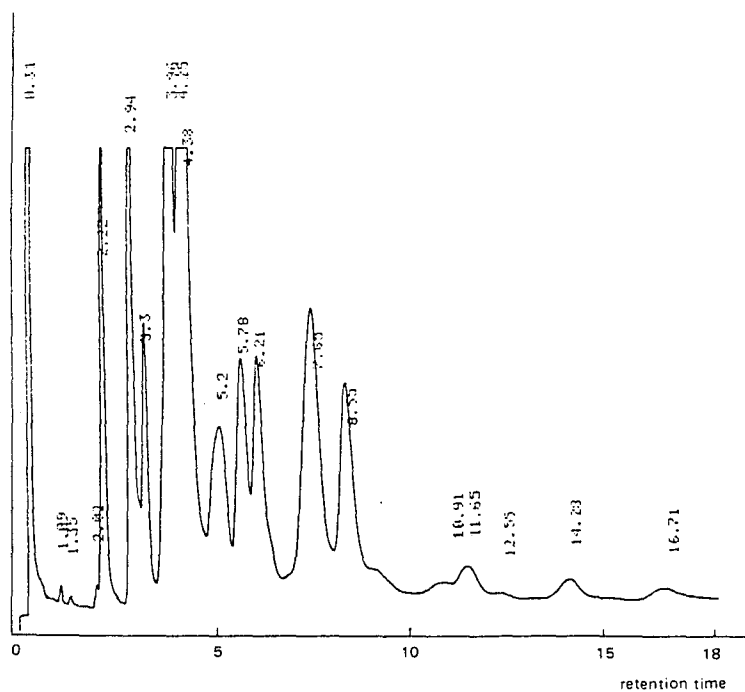


Fig. 3. Gas chromatogram of sampling 1.

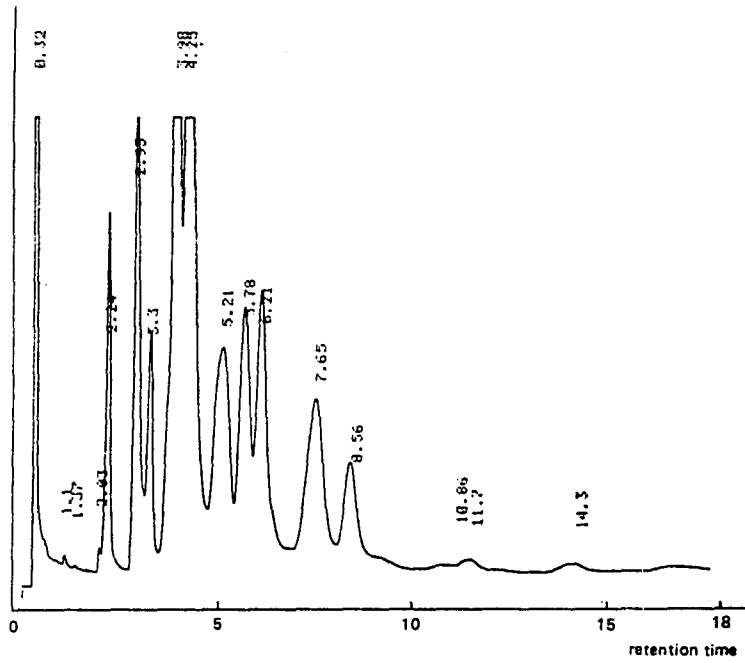


Fig. 4. Gas chromatogram of sampling 2.

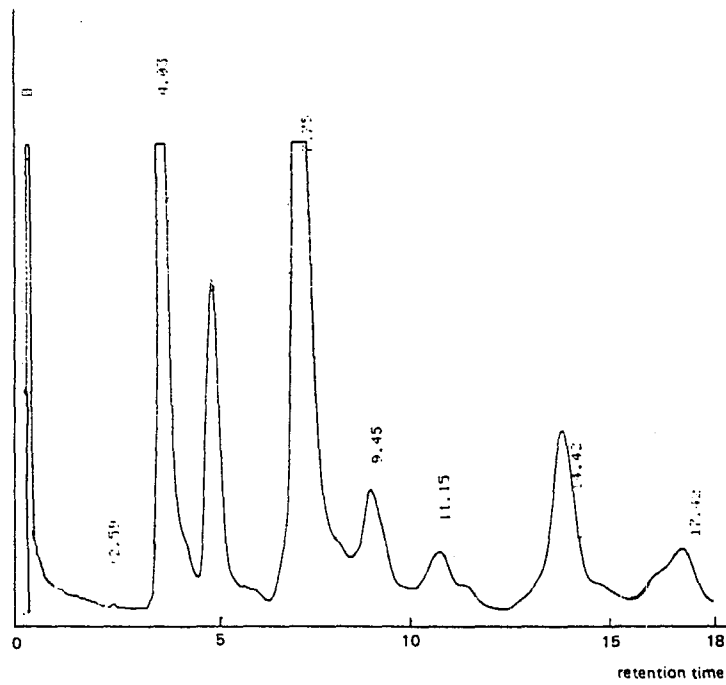


Fig. 5. Gas chromatogram of sampling 3.

Table 4. The concentration of insulating oil in waste condensers.

Sampling No.	Concentration(%)
1	21.21
2	17.90
3	13.85

같이 21.21%, 17.90% 및 13.86%로서 PCB含有量이 높은 節燃油로 나타났다.

결 론

廢콘덴서 中の 節燃油에 含有된 PCB는 高濃度이다. 高濃度の PCB 分析을 公定 試驗法에 基準하여 分析할 경우에는 높은 稀釋배수 및 3回の 農縮으로 因하여 분석에 시간이 많이 所要되고 農縮시 오염될 可能性이 크다. 따라서 이 實驗에서는 高濃度 PCB 定量分析法을 確立할 必要가 있다고 생각되어, 公定試驗法을 應用한 새로운 高濃度 PCB 定量 分析法을 考案했으며, 새로운 分析法の 回收率을 求하여 實際 利用이 可能함을 確認했고, 이 分析法을 이용하여 절연유 中の PCB濃度를 求한 結果, 다음과 같았다.

1. 회수율은 95.7%로서 이 새로운 정량 分析法을 고농도 PCB分析에 이용할 수 있음을 確認했다.
2. 廢콘덴서 中の 절연유의 PCB濃度는 21.21% -13.85%로서 高농도였다.
3. 폐콘덴서 中の 절연유의 PCB는 PCB-42와 동일했다.

참 고 문 헌

1. Kiichi Ueda.: Polychlorinated biphenyl and the environment. 公害と對策, 8, 917-958(1972)
2. Prestt, IAN, D.J. Jefferies and N.W. Moore: Polychlorinated biphenyl in wild birds in Britain and their avian toxicity. *Environmental Pollution* 1, 3-26 (1970)
3. Guthrie, J.E., and O.E. Acres: Toxicity to fish to two organic reactor coolants. *Bulletin of Enviromental Contamination and Toxicology*, 5 145-151 (1970)
4. Hansen, D.J., P.R. Parrish, J.I. Lowe, A.J. Wilson, and P.D. Wilson: Chronic toxicity uptake and retention of Aroclor 1254 in two estuarine fishes. *Bulletin of Enviromental Contamination and Toxicology* 6 113-119 (1971)
5. Vos, J. G., and J.H. Koeman.: Comparative toxicologic study with polychlorinated biphenyl in chickens with special reference to porphyria, edema formation, liver necrosis and tissue residues. *Toxicology and Applied Pharmacology*, 17, 656-667 (1970)
6. Vos, J.G., W.A. Strik, and J.H. Pennings: Polychlorinated biphenyl as inducers of hepatic porphyria in Japanese quail, with special reference to 8-aminolevulinic acid synthetase activity, fluorescense and residues in the liver. *Toxicology and Applied Pharmacology*, 20, 232-240 (1971)
7. 환경관리인협회, 환경보전법 (1987)
8. 환경오염공정시험법, 동화기술편찬위원회 (1987)