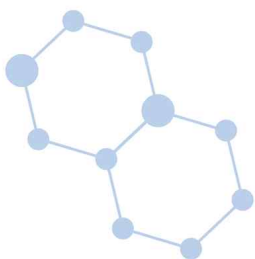


유해화학물질 함량 확인 방법에 관한 안내서(I)

2024



화학물질안전원
화학물질등록평가팀

발 간 사

「화학물질 등록 및 평가 등에 관한 법률」과 「화학물질관리법」에서는 유독물질, 제한물질, 금지물질 및 사고대비물질 등을 관리 대상 화학물질로 지정하면서, 대부분 해당 물질을 일정 수준 이상 함유하는 혼합물도 포함하고 있습니다. 즉, % 단위로 함량을 규정하고 있었고, 특히 GHS를 도입한 이후에는 법령에서 정하는 최저 함량(0.1%, 1%) 이상으로 유해성의 종류나 심각성 정도에 따라 함량을 부여해 왔습니다.

그러나 함량을 정량적으로 확인할 수 있는 시험방법 등의 수단은 갖고 있지 않았습니다. 대신, 혼합물에 함유된 각 성분과 함량을 적절하게 기술한 성분명세서가 있는 경우는 해당 함량을 인정하고, 유독물질 수입신고 등 법에서 요구하는 각종 신청 서류 작성의 근거자료로 활용할 수 있도록 하고 있습니다. 물론 일반 공업용 화학물질은 농약이나 의약품과 달리 그 종류가 너무 많고, 구조적 특성상 정량분석이 어려운 경우도 많다는 특성을 고려한 것이라 할 수 있습니다.

더욱이 발암성이나 생식독성 등을 이유로 유독물질로 지정되는 물질은 지정 함량이 각각 0.1%, 0.3% 매우 낮고, 위해 가능성도 크기 때문에 이러한 함량이 잘 지켜지고, 적정하게 관리되고 있는지 확인이 필요한 경우가 많아졌습니다. 또한 최소 함량에 근접할 뿐 관리 대상이 아니라고 하는 화학제품(혼합물)이 과연 그런지 정밀 검토가 필요할 수 있고, 산업체 또한 자신이 생산하는 혼합물이 불순물의 함유나 배합 원료 잘못 등으로 관리 대상 물질인지 확인해야 할 경우도 발생하고 있습니다.

이에 화학물질안전원은 2020년 함량 확인 시험법 마련을 위한 종합계획을 수립하고, 이를 기반으로 연차적으로 시험법을 개발, 검증 및 적용성 확인 연구를 수행하고 있고, 162개 물질에 대한 함량 확인 시험방법을 마련하게 되어, 해당 시험법에 쉽게 접근할 수 있도록 안내서를 발간하게 되었습니다. 본 안내서에는 간단한 시험방법 개요 외에도 총설, 함량 확인과 규정, 국내외 함량 시험방법, 결과의 기록 및 해석 방법 등도 기술되어 있습니다. 앞으로 안내서에는 전체 함량 시험법에 쉽게 접근하게 하고, 이해를 도울 수 있도록 각종 기기 분석법에 대한 원리 등 기초이론을 포함할 것입니다.

본 안내서는 아직 법적인 근거를 갖고 있지 않습니다. 앞으로 일정 수준 시험 방법이 마련되면 상위법에 근거를 마련하고, 함량 확인 방법은 고시의 형태로 발전시킬 계획입니다. 아울러 마련된 시험법에 대해서는 실제로 유통되는 다양한 제품을 대상으로 현장 검증을 수행하여 필요한 경우 수정·보완할 것이며, 아직 마련되지 않은 물질에 대해서도 시험법 마련에 박차를 가할 것입니다. 이를 통해 모든 관리 대상물질에 대하여 종합적인 안내서를 발간할 예정입니다.

2025.04

화학물질안전원장 박 봉균

목차

I. 총 설	1
II. 관리 대상 화학물질과 혼합물	7
III. 혼합물 중 관리 대상 화학물질 함량 확인	11
IV. 함량 확인 결과의 활용	18
V. 관리 대상 화학물질 목차	21
VI. 혼합물 중 관리 대상 화학물질 함량 분석법	31
VII. 찾아보기(해설서)	234

I. 총 설

1. 안내서 의미

‘유해화학물질 함량 확인 방법에 관한 안내서’ (이하 ‘안내서’)는 화학물질이 함유된 혼합물인 제품¹⁾을 제조, 수입, 사용, 판매, 보관·저장 등 취급하는 자가 자신이 취급하는 물질이 환경부 「화학물질의 등록 및 평가 등에 관한 법률」(이하 ‘화평법’)에서 지정한 유독물질 등 유해화학물질에 해당하는지 확인하는 절차와 방법을 안내하고자 작성되었다.

현재 대부분의 제품을 수입하는 자나 수입 또는 국내에서 제조된 제품을 사용하는 취급자는 제품을 구성하는 화학물질의 명칭, 함량, 식별정보(CAS No.) 등이 기재된 ‘성분명세서’를 통해 확인하고 있고(「화학물질관리법」(이하 ‘화관법’) 제9조), 물질안전보건자료나 화학물질안전정보에 유해화학물질의 명칭과 함량 정보를 기재하여 하위사용자 또는 판매자에게 제공하고 있다(화평법 제29조 및 제30조 등).

이에 화학제품(혼합물)을 수입·제조·판매·사용하는 모든 취급자는 자신의 제품에 대해 ‘성분명세서’ 등의 서류를 통해 먼저 확인하고, 이를 기반으로 유해화학물질의 분류·표시, 화관법의 각종 신청서 작성(유독물질의 수입신고, 유해화학물질 제조 등의 허가신청 등)을 하고 있다. 1991년 (구)「유해화학물질관리법」 시행 당시부터 성분명세서 등 실제 분석 결과가 아닌 책임있는 제조, 수입자 등이 작성·보유하는 정보에 기초하여 관련 규정을 준수할 수 있도록 해왔다.

그러나 지정 함량이 낮은 CMR(Carcinogenic, Mutagenic and Reproductive toxicity, 발암성·유전독성·생식독성) 물질이 다수 등장하고, 부정확한 방법으로 성분명세서 작성에 대응할 수단이 오랫동안 부재하여 일부 악용 사례도 지적되는 등 필요시 제품 중 특정 유해화학물질의 함량을 확인할 수 있는 대응방안이 필요하게 되었다. 또한, 유해성이 크게 우려되어 함량이 낮게 지정된 물질의 경우 환경이나 국민 건강의 목적상 해당 제품이 적정하게 취급되고 관리되는지 모니터링의 필요성도 제기되어 함량을 확인할 수 있는 시험 방법을 마련하게 되었다.

특히 2025년 하반기부터 시행되는 유독물질 개편에 따라 유해 특성별로 함량이 다르게 부여되고, 그 특성에 따라 화관법의 의무도 차별화됨에 따라 혼합물 중의 함량을 정확하게 확인하는 것이 산업체 입장에서도 매우 중요하게 되었다.

안내서는 유해화학물질이 함유된 제품이 유해화학물질 지정 함량 기준을 초과하거나 미달하는가를 산업체가 정량적으로 분석하거나, 규제기관에서 확인하고자 하는 경우 이를 위한 적절한 방법에 접근하고, 함량 확인과 분석에 대한 이해를 제고하기 위한 것이다. 따라서 이를 활용한 최종 분석 결과는 정부나 산업체가 성분명세서, 화학물질안전정보 등 정보제공 서류와 함께 유해화학물질에 대한 관리, 제반 규제의 준수 목적으로 활용될 수 있다. 다만, 본 안내서와 연계된 함량 확인 시험법에는 화학물질의 동질성을 확인·분석하는 절차를 포함하고 있지 않으므로 시험법 활용을 극대화하기 위해서는 충분한 사전 정보가 필요할 수 있다. 화학물질 명칭, 식별정보, 관련 분석 정보 및 함량을 추정하거나 예상할 수 있는 정보가 그 예라

1) 여기서 설명하는 “제품”이란 화평법 제2조 제15호에 따른 소비자 제품에 한정하지 않으며, 일반 사업장에서 취급하는 모든 혼합물과 화평법 적용 대상이 되는 제품을 포함한다.

할 수 있다.

참고로 향후 본 안내서에는 시험방법에 사용되는 분석기기에 대한 원리, 기본적인 시험 방법과 예시, 결과 해석 등의 내용을 포함할 예정이다.

2. 해설서 제공 관련 안내

본 안내서는 상세한 시험법을 포함하고 있지 않다. 현재 화평법과 화관법에서 규정하고 있는 유해화학물질은 기존화학물질에 등재된 물질만도 2,500종이 넘으므로 우선은 확인 시험법이 필요한 경우 해당 개별 물질에 대한 접근 방법을 안내하는 것이 우선은 중요할 것이다.

즉 본 안내서는 장기적으로 시험 분석이 가능한 모든 유해화학물질에 대해서 시험 분석이 필요한 경우 어떻게 분석 방법을 활용하고 또한 실제 분석에 앞서 어떠한 절차와 방법으로 관심 물질의 함량을 확인하고, 어떠한 분석 방법이 존재하고 활용할 수 있는가에 대한 정보를 제공할 것이다.

각 유해화학물질에 대한 상세한 확인 시험방법은 “유해화학물질 확인 방법 해설서”(이하 ‘해설서’)에 기술할 것이다. 해설서에는 유해화학물질 고유번호 순으로 해당 물질의 규제정보(지정 함량) 등 간단한 일반 정보와 시험 방법, 함량 계산 방법 등이 포함될 것이다. 동 해설서는 현재 검증 등 최종 검토가 끝난 시험법을 작성 중이며, 향후 새롭게 개발·검증되는 물질에 대한 시험법도 순차적으로 추가할 것이다.

본 안내서는 해설서와 직접 연결되어 있으므로 앞으로 확인 시험방법에 관하여 제공되는 모든 정보와도 연결할 수 있도록 구성되어 있다. 확인 시험방법을 제공하는 모든 유독물질, 제한물질, 금지물질, 사고대비물질 및 중점관리물질에 대한 정보와 여기에 포함된 각각의 개별 물질이 해설서 어디에 포함되어 있는지 알 수 있도록 기술되어 있다.

따라서 본 안내서에는 확인 시험방법이 상세하게 기술된 해설서의 위치(페이지)를 포함하고 있으므로 해당 목록과 찾아보기를 활용하는 것이 중요하다. 참고로 안내서와 해설서는 모두 화평법이나 화관법상 규제 물질 별, 그리고 각 화학물질의 고유번호 순으로 작성하여 안내서와 해설서를 쉽게 확인할 수 있도록 하였다. 아울러 온라인 제공 전까지는 CAS 번호로 해당 물질이 어떤 해설서에 포함되어 있는지를 알 수 있게 찾아보기 항목도 포함 하였다.

장기적으로 해설서 등 상세한 확인 시험방법은 온라인으로 제공할 계획이다. 이 경우에도 본 안내서는 빠르고, 쉽게 분석하고자 하는 물질에 대한 접근성이 향상되도록 도울 것이다.

3. 단계별 시험법 마련 및 갱신 절차

화평법과 화관법에서 규제하는 화학물질은 2,650²⁾종이 넘는다. 이 수많은 화학물질에 대해서

2) 특히 유독물질의 경우는 염류나 화합물의 형태로 지정된 물질의 경우 고시에서는 확인되지 않으나

일시에 확인 시험방법은 마련하는 것은 불가능하고, 한편으로는 불필요할 수도 있다. 사실 이 규제 화학물질 중에는 전혀 유통되지 않는 물질이나 유통량이 극히 미미한 물질, 동질성 확인이 곤란한 물질, 일부 농약 등 분석 방법이 있는 물질이 있고, 특히 중점관리물질 중에는 신규화학물질이 다수 포함되어 있다. 이러한 물질 분석 방법 마련은 시급성이 떨어질 것이다.

따라서 유통량이 많은 물질, 규제가 엄격한 물질, 지정 함량이 낮은 물질³⁾을 우선 대상으로 하되, 예산, 표준물질 확보 가능성, 확인 시험방법 마련에 필요한 분석 정보 확보 가능성, 시험법 마련 외에 확인과 검증 등에 필요한 물리적 여건 등을 종합적으로 고려하여 확인 시험방법을 마련하게 되었다. 다만, 최근에 화평법에 따라 다량 유통되는 기존 화학물질의 등록이 완료되면서 많은 물질이 유독물질로 지정되고 있어 이러한 물질은 앞서 선정된 우선 시험방법 마련 대상 물질과 동일한 우선순위를 두고 시험 방법을 마련할 계획이다.

화학물질안전원(2020년 당시에는 국립환경과학원)은 “유독물질 함량 확인 시험법 마련 중장기 계획”을 수립하였고, 2022년에는 제한물질, 금지물질 등 유해화학물질과 중점관리물질을 포함함에 따라 사실상 사고대비물질을 포함한 모든 관리 대상 물질을 함유하는 혼합물 함량 확인 방법으로 영역이 확대되었다. 따라서 함량 확인 시험 방법은 연차적으로, 그리고 더 장기적으로 추진되게 되었다. 참고로, 유독물질의 함량 확인 시험 방법을 개발하면서, 해당 물질이 제한물질, 금지물질 또는 사고대비물질이 되면서 유독물질과 함량이 다른 경우 이를 고려해야 하므로 그 범위가 확대되었다고 볼 수 있다.

애초 화학물질안전원은 720여종에 대한 5개년 시험방법 마련 계획을 수립하고, 2021년부터 관련 연구를 수행하였으며, 2022년 중점관리물질 등을 추가하며 이를 일부 수정하였다. 1차년도에 184종, 2차년도에 171종, 3차년도 216종(중점관리물질 22종 포함), 그리고 이번 4차년도 236종(중점관리물질 20종, 앞서 미개발 물질 일부 포함)을 대상 물질로 함량 시험방법을 연구하여, 2차년도에 162종, 3차년도에 127종에 대해 검증, 적용성 평가를 마무리하였다. 현재 나머지 물질에 대한 시험방법 및 검증, 적용성 평가를 진행 중이다.

참고로 안내서와 해설서의 경우 형식, 포함 내용과 기술 방법에 관해 향후 법령과의 관계, 고시 등의 형태로 하는 경우의 구성 체계를 추가로 검토할 필요가 있어 선행 연구에서 완성분을 발간하지 않았다. 이번 연구 사업에서 안내서는 가이드 기능을 하는 총설 등(본 안내서 I ~ V)을 추가하되, 확인 시험방법은 분석법별로 압축 형태로 하고, 해설서는 분석 대상 물질의 특성과 분석 방법 개요를 고유번호 순으로 권, 호 등으로 구분하여 서로 연계하기로 함에 따라 본 안내서를 발간하는 것이다.

확인 시험방법에 대한 정해진 갱신 절차는 아직 없다. 그러나 시험방법을 마련하고, 검증 및 확인한 내용을 안내서와 해설서에 포함한 후에는 정부나 산업체에서 이를 활용하게 될 것이고, 해당 시험방법의 문제점, 개선점이 제시될 수 있을 것이다. 또한 단계적 시험방법 개발 과정에서 기개발된 시험방법의 단점이 확인되기도 할 것이다. 이 경우 화학물질안전원은 적절한 절차를 통해 해당 시험법을 개정할 것이다. 특히 확인 시험방법에 대해 화평법이나 화관법에 근거 규정이 마련되고, 해당 시험방법이 고시 등의 형태가 되면 화학물질안전원은 시험방법

화학물질정보처리시스템에서는 규제 물질로 검색되는 물질, 신규 화학물질인 중점관리물질을 포함한 수치임

3) 지정 함량이 높은 물질(예, 25%)의 경우 만성독성 우려가 낮고, 유해성이 지정 기준과 유사하여 상대적으로 유해 가능성이 비교적 낮을 것임

제개정 논의를 심의 규정과 위원회 설치 근거를 마련할 것이다.

4. 안내서와 해설서 발간

연차별 확인 시험법 개발 계획에 따라 시험방법을 마련, 검증·적용성 평가 등이 완료되면 이에 대한 안내서와 해설서를 발간하게 된다.

개발이 가능한 유해화학물질의 확인 시험법이 어느 정도 마련되기 전까지는 안내서 또한 연차별로 발간할 수밖에 없으며, 안내서가 누적되면 기본 틀(안)*에 따라 일종의 종합 안내서 형식으로 발간될 것이다.

*** 안내서 기본 틀(안) : 현재의 안내서 I ~ V + 모든 시험 방법 마련 물질 목록 + 활용되는 기기 분석법의 원리 + (찾아보기 - CAS No.)**

다만 본 연구에서의 안내서에는 확인 시험방법의 대상물질과 혼합물, 함량을 확인하는 방법, 분석 결과의 해석, 162종의 고유번호 순 목록과 1차년부터 마련된 시험 방법을 방법별로 간단하게 기술되어 있다. 또한, 고유번호가 아닌 CAS No.로도 해당 물질의 정보에 접근할 수 있도록 별도로 CAS No. Index(찾아보기)를 추가하였다.

참고로 향후 마련될 전체 물질에 대한 안내서에는 시험 방법별 개요를 소개하지 않고, 앞서 기술한 안내서 기본 틀(안)에 따라 기술할 것이고, 모든 분석 가능 유해화학물질에 대하여 해당 물질의 시험 방법이 해설서 어디에 기술되었는지에 대한 상세 목차를 제공하고, 아울러 모든 물질을 검색할 수 있는 찾아보기도 포함하게 될 것이다.

즉 안내서는 산업체 등 사용자가 어떤 혼합물을 분석할 수 있는지, 분석할 수 있다면 해당 분석방법에 어떻게 접근하고, 해석할 수 있게 할 목적으로 작성, 발간될 것이다.

해설서에는 분석 대상물질에 대한 일반정보와 함량 분석 방법을 포함하게 될 것이며, 특히 표준물질 정보 외에도 시료 채취와 관리 절차, QA/QC 절차, 시험방법 및 함량 계산식이 기술될 것이다. 일단 이러한 해설서는 확인 시험방법이 마련되고, 검증·확인되는 물질에 대해 연차별로 발간될 것이다.

해설서는 확인 시험방법을 부분부분 만들지만 그 완성 시기와 상관없이 고유번호 순으로 작성될 것이며, 동일 고유번호 내에 복수의 물질이 있는 경우는 해당 고유번호 맨 앞 페이지에 별도로 목차를 두어 이용자의 편의를 제고할 것이다.

향후 어느 정도 함량 확인 시험방법이 만들어지면 유해성 물질(2025년부터 유독물질이 개편됨), 제한 및 금지물질, 중점관리물질, 사고대비물질을 ‘권’ 으로 묶고, 권별로 자료가 많으면 ‘호’ 를 부여하여 나누어, 권(호)로 표기하여 분석하고자 하는 물질이 어디에 기술되어 있는지 알기 쉽게 할 예정이다. 그리고 이러한 권(호) 및 페이지는 안내서의 전체 관리 대상물질 목록에도 표기하여 안내서와 해설서가 상호 활용이 되도록 할 것이다.

물론 향후 종합적인 안내서와 해설서의 형식과 내용 등에 대해서는 정보제공의 효율성이나 다음에 소개될 온라인 제공 방향 등을 고려하여 결정할 예정이다.

5. 발간 자료 온라인 제공

안내서는 말 그대로 안내(guide) 기능을 하도록 모든 분석 대상 물질에 대한 간결한 접근 방법 제공을 위해 한 권으로 발행될 것이다.

해설서와 기타 개발한 시험자료 원문의 경우는 자료의 양이 너무 방대하고, 개발 일정상 자주 내용이 변경될 수밖에 없고, 활용하면서 수정·개편도 불가피할 것이므로 인쇄물보다는 온라인 형태로 제공하는 것이 더 편리할 것이다. 예를 들어 해설서의 경우 한 개 물질에 5~6페이지인 경우 1,000종만 되어도 인쇄물로의 관리는 불가능하다.

따라서 앞서 개발되는 3~400여종에 대한 해설서는 인쇄물로 발간하되, 검증·확인되는 물질이 증가하는 경우 온라인 방식으로 전환이 필요할 것이다. 물론 이를 위해서는 현재의 화학물질정보처리시스템의 활용 등을 연구하고, 새로운 설계도 필요할 것이다.

즉 부피가 많은 확인 시험방법 해설서 및 필요한 경우 개발 시험법 원문을 온라인 방식으로 제공하도록 하여 자신이 원하는 물질에 대한 수 페이지 자료를 다운받을 수 있도록 하는 것이 필요하며, 이것이 좀 시간이 소요되거나 복잡한 경우는 우선 웹북 형태로 제공하는 것도 고려하고 있다.

화학물질안전원은 향후 함량 확인 시험방법에 대한 정보제공 방법을 종합적으로 검토할 예정이며, 특히 유독물질 개편 내용 등을 함께 고려하여 추진할 예정이다.

6. 약어

약어	원어	한글
ICP-OES	Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry(Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry)	유도결합플라즈마 원자방출분광법 ※ spectrometer, chromatograph 등은 분석 기기를 의미함
CV-AAS	Cold Vapor Atomic Absorption Spectrometry	냉증기-원자흡수분광광도법
UV/VIS	UV/Visible Spectrometry	자외선/가시광선 흡광광도법
IC	Ion Chromatography	이온 크로마토그래프법
GC	Gas Chromatography	가스 크로마토그래프법
FID	Flame Ionization Detector	불꽃 이온 검출기법
ECD	Electron Capture Detector	전자포획검출기
LC	Liquid Chromatography	액체 크로마토그래프법

HPLC	High Performance Liquid Chromatography	고속 액체 크로마토그래프법
UVD	UV/VIS Detector	지외선/가시광선 검출기
DAD	Diode Array Detector	다이오드 어레이 검출기
FLD	Fluorescence Detector	형광 검출기
MS	Mass spectrometry	질량분석기법
ODS	Octadecylsilane	옥타데실실란
RSD	Relative Standard Deviation	상대표준편차
CMR	Carcinogenic/Mutagenic/Reproductive toxicity	발암성·유전독성·생식독성
PBT	Persistent, Bioaccumulative and Toxic substances	잔류성·생물농축성·독성물질
vPvB	very Persistent, very Bioaccumulative	고잔류성·고생물농축성
STOT	Specific Target Organ Toxicity	특정표적장기독성
EDCs	Endocrine-Disrupting Chemicals	내분비계 장애물질
SVHC	Substances of very high concern	고위험성우려물질
AOAC	Association of Official Analytical Chemists	공정분석화학협의회
ASTM	American Society for Testing and Materials	미국 재료시험학회
IEC	International Electrotechnical Commission	국제전기기술위원회
ISO	International Organization for Standardization	국제표준기구
CEN	European Committee for Standardization	유럽표준화기구

II. 관리 대상 화학물질과 혼합물

1. 관리 대상 화학물질

화평법의 주요 규제 대상물질은 유독물질, 허가물질, 제한물질, 금지물질, 중점관리물질 및 화관법에서는 사고대비물질(이하 이 모두를 ‘관리 대상 화학물질’)이다. 중점관리물질은 화평법에 따라 대상이 되고, 일정 수량이 되는 경우 신고하여야 하며, 나머지 물질은 화관법에 따른 유해화학물질 영업허가, 유독물질 수입신고 등 관련 규정을 준수해야 한다. 이렇게 규제되는 화학물질은 대부분 해당 물질을 함유하는 혼합물도 지정된 합량 범위 이상인 경우 동일한 규제를 받고, 관련 규정을 준수해야 하므로 산업체는 합량을 확인하는 것이 매우 중요하다.

따라서 혼합물 형태인 제품을 취급하는 자(혼합물 수입자, 생산자, 사용자 등)는 자신이 취급하는 제품에 관리 대상 화학물질이 함유되어 있는지 확인해야 하고, 만약 관리 대상 화학물질이 함유되어 있다면 그 함유량(또는 합량 범위) 정보도 확인하여 관련 규정을 준수해야 하는가를 판단해야 한다.

혼합물은 두 가지 이상의 물질로 구성된 물질 또는 용액(화평법 제2조 제3호)을 말하며, 단일 물질이 아닌 모든 물질을 말한다. 합금은 기계적 수단으로 쉽게 분리할 수 없는 2종 이상의 원소로 구성된 거시적 규모로 균질한 금속 물질로서 혼합물로 간주한다. 또한 화평법이나 화관법에서 유해화학물질은 의도적인 성분 첨가와 관계없이 불순물 또는 기타 부산물이 규제 대상 물질인 경우도 그 물질은 구성 성분으로 본다.

합량 확인을 위한 분석 대상 물질은 앞서 소개한 유독물질, 허가물질, 제한물질, 금지물질, 중점관리물질 및 사고 대비 물질을 함유하는 혼합물을 말한다. 따라서 분석 대상이 될 수 있는 혼합물은 관리 대상 화학물질을 함유하는 혼합물이라고 할 수 있다. 당연히 관리 대상 화학물질을 함유하지 않는다는 증거가 있는 경우라면 해당 혼합물을 분석할 필요는 없다.

2. 유독물질과 혼합물

유독물질을 함유하는 혼합물은 가장 대표적인 분석 대상이다. 현재 수은(97-1-140), Indoxacarb (98-1-486) 등 극히 일부 유독물질을 제외하고는 이를 함유하는 혼합물도 유독물질로 지정되어 있다.

“유독물질”은 유해성이 있는 화학물질로서 대통령령으로 정하는 기준(화평법 시행령 제3조 별표 1)에 따라 환경부장관이 지정(화학물질안전원장에 위임)하여 고시한 것이다(참고로 화관법에서도 시행령 제2조에 지정 기준을 갖고 있으나 화평법을 원용함. 화평법에 따라 지정 고시된 유독물질은 화관법에 의한 유독물질이 됨). 유독물질 지정기준은 급성독성(경구, 경피 및 흡입), 피부 부식성, 반복투여독성, CMR 및 수생태 독성(급성, 만성)에 대해서 정해져 있으며, 해당하는 물질을 0.1% 이상(CMR 물질) 또는 1% 이상(그 이외 유해성) 함유하는 혼합물도 기준(유독물질 지정기준의 카목)에 포함되어 있다. 화학물질안전원은 0.1% 및 1% 합량의 범위

에서 유해성의 심각성을 고려하여 함량을 정하여 해당 화학물질의 유독물질로의 고시와 동시에 함량을 지정한다. 유독물질은 그 명칭이 일부 변경되기는 했지만 「유해화학물질관리법」에서 부터 주요 관리 대상이 된 화학물질이다.

실제 유독물질의 함량은 매우 복잡하게 결정된다. 위의 일반적인 기준 외에도 화평법 시행령 [별표1] 유독물질 지정기준의 비고 4)에 의하면, 해당 화학물질의 분해산물이 유독물질 지정기준에 해당되는 경우 모화합물을 유독물질로 지정할 수 있는데 이 경우 함량은 생성되는 분해산물의 양을 고려해야 한다.

따라서 혼합물의 함량은 매우 복잡하다. 2024년 현재까지 고시된 유독물질(화학물질안전원고시 제2024-34호, 「유독물질의 지정고시」)은 총 1,220종으로 이중 혼합물의 함량 기준이 25% > 1% > 0.1% 순으로 많으며, 기타 0.005%, 0.025%, 0.3%, 2.5%, 6%, 17% 및 85%인 유독물질도 다수 있다.

2025년 후반기부터는 유독물질의 명칭이 인체급성유해성(급성독성, 피부부식성, 특정표적장기 1회 노출) 물질, 인체만성유해성(반복투여독성, CMR) 및 생태유해성(급성, 만성독성) 물질로 변경되고, 해당 유독물질이 이중 어떤 유해 특성을 갖느냐에 따라 함량을 각각 가지며, 그 함량이 같을 수도 있고, 다를 수도 있다. 즉 어떤 물질은 인체만성유해성물질로만 분류되어 혼합물의 함량 기준이 0.3%만 부여되는가 하면, 어떤 물질은 3가지 유해 특성을 모두 가지고 함량도 달리하여 각각의 혼합물에 대한 함량 기준이 25%, 0.1% 및 2.5%가 될 수도 있다.

특히 개편되는 경우 일부 화합물이나 염류 등 복수의 물질이 포함되도록 지정된 물질의 경우 여러 함량 조합이 있을 수 있어 현재와 달리 물질별 기준 함량이 다를 수 있다(표 1 참고). 현재 무기시안 화합물은 함량 기준이 1%이지만 앞으로는 물질과 함량에 따라 명칭이 달라질 수 있다.

표 1. 개편되는 경우 혼합물에 대한 함량 부여 예시(검토 중인 초안)

고유번호	소번호	화학물질 명칭	CAS No.	혼합물 중 함량(%)		
		영문명		급성 유해성	만성 유해성	생태 유해성
97-1-90	1	Inorganic cyanides(excluding ferric ferrocyanide(14038-43-8), ferrocyanide salts, ferricyanide salts), with the exception of those specified elsewhere in this notice.	-	1	-	25
	2	Silver cyanide	506-64-9	1	-	2.5
		Copper cyanide	544-92-3			
3	Sodium cyanide Potassium cyanide	143-33-9 151-50-8	1	10	25	
97-1-91	1	Inorganic zinc salts(excluding zinc carbonate(3846-35-9), zinc fulminate), with the exception of those specified elsewhere in this notice.	-	-	-	25
	2	Zinc borate	1332-07-6, 12767-90-7	-	0.3	25
	3	Zinc chloride	7646-85-7	25	-	25

3. 허가물질, 제한물질 및 금지물질과 혼합물

“허가물질”이란 위해성(危害性)이 있다고 우려되는 화학물질로서 환경부장관의 허가를 받아 제조, 수입, 사용하도록 환경부장관이 관계 중앙행정기관의 장과의 협의와 화평법 제7조에 따른 화학물질평가위원회의 심의를 거쳐 고시한 것을 말한다(화평법 제2조 제7호). 2024년 현재 허가물질로 지정된 물질은 없다.

“제한물질”이란 특정 용도로 사용되는 경우 위해성이 크다고 인정되는 화학물질로서 그 용도로의 제조, 수입, 판매, 보관·저장, 운반 또는 사용을 금지하기 위하여 환경부장관이 관계 중앙행정기관의 장과의 협의와 화평법 제7조에 따른 화학물질평가위원회의 심의를 거쳐 고시한 것을 말한다(화평법 제2조 제8호). 현재 기준(환경부고시 제2022-248호, 「제한물질·금지물질 지정」) 모두 14종(고유번호 기준)이 고시되어 있고, 혼합물 함량기준은 0.009, 0.1, 1%이며, 유독물질과 중복되는 물질의 경우 보통 유독물질에 대한 함량과 다르다.

“금지물질”이란 위해성이 크다고 인정되는 화학물질로서 모든 용도로의 제조, 수입, 판매, 보관·저장, 운반 또는 사용을 금지하기 위하여 환경부장관이 관계 중앙행정기관의 장과의 협의와 화평법 제7조에 따른 화학물질평가위원회의 심의를 거쳐 고시한 것을 말한다(화평법 제2조 제9호). 현재 기준(환경부고시 제2022-248호, 「제한물질·금지물질 지정」) 모두 60종이 지정되어 있으며, 혼합물 함량기준은 대부분 0.1 또는 1%이며, 기타 0.005, 1.5, 6, 25, 50% 등이 있다. 특히 금지물질인 1,2-Dibromoethane(06-4-55)은 혼합물 함량기준이 50%이지만, 유독물질(97-1-418) 지정 고시에서의 함량 기준은 0.1% 다. 따라서 이 물질의 경우 혼합물 중 함량이 0.1% 미만이면 관리 대상이 아니지만, 0.1~50%이면 유독물질, 50% 이상이면 유독물질이면서 금지물질이 된다.

이와 같이 제한물질이나 금지물질도 해당 물질을 함유하는 혼합물도 규제 대상으로 하고 있고, 따라서 혼합물 중 함량을 확인하는 것이 중요하다. 많은 산업체에서 자신의 제품은 제한물질 등 규제 물질을 함유하고 있으나 함량이 지정 함량 미만이라서 규제 대상이 아니라고 판단하는 경우가 있는데 확실한 근거를 확보하는 것이 중요하다. 특히 그 함량 기준이 유독물질에 대한 함량 기준 보다 낮은 경우는 유의하여야 한다.

4. 중점관리물질과 혼합물

“중점관리물질”이란 화평법 시행령 제3조의 2 별표의 제1호 내지 제4호의 기준에 해당되는 물질로 환경부 장관이 고시한 물질을 말한다. 중점관리물질은 2024년 현재(환경부고시 제2022-79호, 「중점관리물질의 지정」) 699개 물질이 고시되어 있으며, 물질별로 CMR물질, PBT(Persistent, Bioaccumulative and Toxic, 잔류성·생물농축성·독성) 물질, vPvB(very Persistent, very Bioaccumulative, 高잔류성·高생물농축성) 물질, STOT(Specific Target Organ Toxicity, 특정표적장기독성) 물질, EDCs(Endocrine Disrupting Chemicals, 내분비계 장애물질) 등의 지정 근거가 함께 기술되어 있다.

중점관리물질이 들어있는 제품을 생산하거나 수입하는 자는 해당 제품에 들어있는 중점관리

물질의 함량이 0.1%를 초과하고, 전체 제품에 들어 있는 총량이 1톤을 초과하는 경우 그 명칭, 함량 및 유해성정보, 노출정보, 제품에 들어있는 중점관리물질의 용도에 대하여 생산 또는 수입 전에 환경부장관에게 신고하여야 한다.

즉 다른 규제 대상물질과 달리 물질별 함량이 정해진 것이 아니라 대상이 되는 제품에 0.1% 이상 함유되는 경우 일단 신고 후보가 되므로, 함량 기준은 일괄적으로 0.1%라 할 수 있다. 다만 다른 규제물질에 비해 함량 기준이 상대적으로 매우 낮으므로 유의하여야 하며, 또한 중점관리물질이면서 유독물질 등 다른 관리 대상 화학물질에 해당되는 경우 함량기준을 동시에 확인하여야 한다. 다만 중점관리물질에는 신규화학물질, 유통되지 않는 기존화학물질이 다수 포함되어 있어 실제 함량 확인 시험방법을 마련해야 하는 경우는 많지 않다.

5. 사고대비물질과 혼합물

“사고대비물질”이란 화학물질 중에서 급성독성(急性毒性)·폭발성 등이 강하여 화학사고의 발생 가능성이 높거나 화학사고가 발생하면 그 피해 규모가 클 것으로 우려되는 화학물질로서 화학사고 대비가 필요하다고 인정하여 화관법 제39조에 따라 환경부장관이 지정·고시한 화학물질을 말한다(화관법 제2조 제6호).

화관법 제2조제6호에 따른 사고대비물질은 동법 시행규칙 별표 3의2 [유해화학물질별 수량기준] 제1호에 규정된 물질을 말하며 현재 기준(환경부고시 제2021-75호, 「사고대비물질의 지정」)에서 97종이 지정되어 있다. 혼합물의 함량 기준은 0.1, 1, 5, 10, 25, 33, 35, 85 및 98% 등으로 다양하다.

참고로 사고대비물질이면서 유독물질 등 다른 규제물질에 해당하면 그 함량 기준과 규제 내용을 반드시 확인하여야 한다.

Ⅲ. 혼합물 중 관리 대상 화학물질 함량 확인

1. 필요성

제조하거나 수입하는 물질 등 자신이 취급하는 화학물질의 관리 대상 여부는 정확한 화학물질 명칭과 CAS No. 등 식별번호가 있는 경우 관련 규제 물질 지정고시나 화학물질정보처리시스템 (<https://kreach.me.go.kr/repwrt/index.do>)에서 검색하는 경우 쉽게 확인할 수 있다. 이때 유의해야 하는 것은 취급하는 물질이 검색하는 화학물질과 동일해야 하며, 이 정보는 보통 거래처로부터 확보하는 자료로 정확하게 판단해야 한다. 화학물질 명칭과 식별번호(CAS No. 등) 일치가 중요하지만, CAS No.는 보조 기능을 하는 것이므로 확실한 화학물질 명칭을 확보하는 것이 중요하다.

관리되는 함량 정보 또한 화학물질정보처리시스템에서 쉽게 확인할 수 있다. 문제는 자신의 제품 중 함량이 어느 정도인지 확인하기 어려운 경우다. 물론 관리 되는 함량 기준이 매우 낮고(예를 들어 0.1%), 자신이 일상적으로 취급하는 제품 중에는 보통 10% 이상 함유되어 있는 경우처럼 함량 차이가 분명하다면 해당 증거를 보유하면서 관리 대상 물질로서 제반 규정을 준수하면 될 것이다.

그러나 다음과 같은 경우는 복잡하고, 불안할 수 있다.

첫째, 규제 함량에 비해 약간 함량이 낮거나 높은 경우다. 특히 함량이 약간 낮다고 판단하여 관리 대상 화학물질로 판단하지 않는 경우로, 그 함량이 공정에 따라서 가변적일 수 있다면 범위반을 고민하게 될 것이다. 이 경우는 함량 기준이 높거나 낮거나 상관없이 문제가 생길 수 있다. 특히 규제 함량이 매우 낮은 경우에는 그 물질이 불순물이나 부산물로 함유되어 실제로는 함량 기준을 초과할 수도 있어 주의가 필요할 것이다.

둘째, 제공받은 함량이 범위로 되어있거나 불확실한 경우다. 일부 산업체는 규제물질에 대한 함량을 범위로 확보하고 있거나 불충분하게 제공(예, X% 이상 또는 미만 등)되는 경우가 있다. 범위로 제공되면 가장 보수적인 함량을 적용할 수 있으면 그에 따라 관리하면 되지만 그렇게 못한 경우 또는 세 번째 같은 경우는 분석을 해야만 정확한 판단을 할 수 있다. 불충분하게 제공받는 경우도 해당 정보로 판단할 수 있다면 어느 정도 이를 기반으로 관리할 수 있으나 원칙적으로는 더 정확한 함량 정보가 필요할 것이다.

셋째, 유독물질이 개편되는 경우로 유해 특성별 함량이 다른 경우다. 특히 유해 특성별 함량 범위가 클 경우 더 상세한 함량 정보를 확인할 필요가 있으며, 함량이 범위인 경우, 불확실한 경우는 사실상 정확하게 유해 특성별 함량과 비교할 수 없다. 이러한 판단을 하는 경우로 정확한 함량 정보를 확보할 수 없다면 분석이 필요할 것이다.

1991년 「유해화학물질관리법」 시행 전부터 존재하던 유독물질에 대하여 함량을 확인하는 공식적인 분석법은 매우 제한적으로 활용되었다(과거 살서제 등 특정 제제, 「유해화학물질 공정시험기준」(국립 환경과학원고시 제2019-39호)이 규정된 물질). 그러나 특히 GHS 도입 이후 함량이 다양하게 부여되고, CMR 물질에 대하여 0.1~0.3%의 낮은 함량 기준이 규정됨에 따라 혼합물이 관리 대상, 특히 유독물질 여부를 판단하는 것이 매우 중요하게 되었다. 또한 일부 제한물질의 경우 매우

낮은 함량(0.009%)로 지정되어 있음에도 이를 확인할 수 있는 공식적인 시험방법이 규정된 것이 없는 실정이다.

앞서도 언급했지만 1998년에 만들어진 유해화학물질공정시험기준은 분석 대상이 농약 등 매우 제한적이고(140여종), 미량 분석에 초점을 두고 있어 % 단위의 함량분석으로 활용에 한계가 있고, 화평법에 따른 CMR 물질, PBT 물질 등 위해성이 우려되어 지정된 유독물질과 중점관리물질은 전혀 포함되지 않아 새로운 함량 확인 시험법 개발이 필요하다.

2. 함량 확인방법

함량 확인방법은 매우 다양하다. 특히 화평법이나 화관법에서는 책임자가 올바르고, 정확하게 작성한 성분명세서를 가장 많이 활용하고, 각종 신청서의 첨부서류로 인정하고 있다. 혼합물 제품을 생산하는 산업체는 목적인 제품 규격을 만족시키기 위한 일종의 제품 제조 규격서를 갖고 있고, 제품을 생산하기 위한 원료목록, 원료 배합비에 대한 정보를 갖추고 있어 혼합물 중 함량을 추정하거나 판단할 수 있는 자료도 있다. 이러한 자료를 조합하여 활용하면 비교적 정확한 함량 정보를 확보할 수 있으며, 이러한 노력에도 불구하고 배합 원료 자체에 혼합물이 포함되어 있는 등의 이유로 함량 판단이 곤란한 경우는 분석이 필요할 것이다.

1) 성분명세서

화관법 제9조에 따라 화학물질을 제조하거나 수입하는 자는 화학물질 확인을 하고, 그 내용을 환경부 장관에게 제출하여야 한다(표 2).

표 2. 화관법 제9조 화학물질확인 규정

제9조(화학물질확인) ① 화학물질을 제조하거나 수입하려는 자(수입을 수입 대행자에게 위탁한 경우에는 그 위탁한 자를 말한다. 이하 같다)는 환경부령으로 정하는 바에 따라 해당 화학물질이나 그 성분이 다음 각 호의 어느 하나에 해당하는지를 확인(이하 “화학물질확인”이라 한다)하고, 그 내용을 환경부장관에게 제출하여야 한다.

1. 「화학물질의 등록 및 평가 등에 관한 법률」 제2조제3호에 따른 기존화학물질
2. 「화학물질의 등록 및 평가 등에 관한 법률」 제2조제4호에 따른 신규화학물질
3. 유독물질
4. 허가물질
5. 제한물질
6. 금지물질
7. 사고대비물질

② 제1항에도 불구하고 특정한 고체 형태로 일정한 기능을 발휘하는 제품에 들어있어 그 사용 과정에서 유출되지 아니하는 등 환경부장관이 정하여 고시하는 기준에 해당하

는 경우에는 그러하지 아니하다. <개정 2020. 5. 26.>

③ 제1항에 따라 화학물질을 제조하거나 수입하려는 자는 화학물질확인을 위하여 필요하다고 인정하면 환경부령으로 정하는 자료를 첨부하여 환경부장관에게 해당 화학물질이나 그 성분이 제1항 각 호의 어느 하나에 해당하는지에 관한 증명을 신청할 수 있다.

화학물질 확인을 위해서는 화관법 시행규칙 서식 1을 작성해야 하는데, 여기에는 각 물질에 대한 동질성 정보와 함량을 기재해야 하며, 그 근거로 화관법 시행규칙 제2조에 따른 서류를 첨부해야 하는데 이 자료의 핵심이 성분명세서다. 성분명세서는 “제조하거나 수입하려는 제품을 구성하는 화학물질명, 함량, CAS No. 등을 기입한 서류”를 말한다.

표 3. 화관법 시행규칙 서식1에 포함된 작성해야 할 관리 대상 화학물질 및 함량 정보

유독물질	화학물질명[화학물질 식별번호(CAS No.)]
	함량 또는 함량범위(%)
허가물질	화학물질명[화학물질 식별번호(CAS No.)]
	함량 또는 함량범위(%)
제한물질	화학물질명[화학물질 식별번호(CAS No.)]
	함량 또는 함량범위(%)
금지물질	화학물질명[화학물질 식별번호(CAS No.)]
	함량 또는 함량범위(%)
사고대비물질	화학물질명[화학물질 식별번호(CAS No.)]
	함량 또는 함량범위(%)

성분명세서는 관련 제품에 함유된 모든 성분과 각 성분의 함량을 모두 공개하는 경우(함량의 합이 100%), 모든 성분을 제시하되 규제물질의 함량만을 제시하면서 이 외의 물질은 함유하지 않는다는 방식으로 공개하는 경우가 있다. 물론 화학물질관리협회로부터 확인증명서를 받아도 되지만 이 경우 역시 성분명세서가 필요하다(참고로 2025년부터 화학물질 확인증명서 발급은 한국환경공단에서 수행).

성분명세서가 확보된 경우는 별도의 분석 없이도 유독물질 수입신고 등 관련 규정 이행을 위한 신청서에 이를 근거로 함량을 기재할 수 있는 등 함량 근거자료로 활용할 수 있다. 물론 정부 기관 등 관련기관에서 필요에 따라서는 이를 추가로 확인할 수 있다. 다만 주의할 사항은 위와 같은 성분명세서에는 불순물이나 부산물이 포함되지 않을 수 있으니 이러한 정보를 서로 교환하여 정확한 성분명세서를 확보해야 한다.

참고로 「산업안전보건법」에 의한 화학물질안전보건자료에도 함량이 제시되어 있으나, 화관법 제9조의 화학물질확인을 위한 증빙자료로 인정되지 않는다.

2) 기타 현장 확인 또는 통계조사자료 등

제품 중 함량을 추정하거나 확인할 수 있는 관련 정보로는 생산(혼합 공정도), 원료 배합 비율, 원료 구매 내역, 화관법 제10조에 따른 통계조사 결과 등을 예로 들 수 있다. 개별 정보로는 입증에 불분명할 수 있으나 서로 정보를 연계하면 일정 부분 함량을 설명할 수 있다. 특히 특정 성분의 부재, 충분히 많은 특정 성분의 존재와 함량을 규제 이행에 충분한 정보를 확보할 수도 있다.

제조 원료 중에 CMR 물질이 있는 경우는 미반응 물질 등 불순물의 존재와 함량에 특히 유의해야 한다. 이 경우에는 반드시 불순물 분석 및 확인 자료를 확보하여 유지·관리하여 자체적인 관리 대상 물질 포함 여부 확인에 활용하고, 하위사용자에게 관련 정보를 제공하는 것이 중요하다.

마찬가지로 고분자의 경우 여러 단량체를 사용하고, 이러한 단량체 중에는 CMR 물질이 포함될 수 있다. 이러한 CMR 물질인 단량체가 0.1~0.3% 존재하는 경우 해당 고분자도 규제 대상이 되므로 잔류 단량체 분석 자료를 보유하는 것도 중요하다. 고분자 잔류 단량체는 batch에 따라, 그리고 원하는 분자량 크기 등에 따라 다를 수 있으므로 자료 유지에 유의해야 한다.

화관법 제10조에 따라 환경부는 2년마다 화학물질 취급과 관련된 취급현황, 취급시설 등에 대한 통계조사를 하고 있다. 통계조사 내용에는 제조·수입·판매·사용 등 취급하는 화학물질의 종류, 용도, 제품명 및 취급량(화관법 시행규칙 제4조제2항제2호), 화학물질의 입·출고량, 보관·저장량 및 수출입량 등의 유통량(화관법 시행규칙 제4조제2항제3호) 등이 포함된다. 이러한 정보를 체계적으로 관리하고, 특히 앞서 설명한 자료와 서로 연계하면 생산하거나 제조하는 제품의 양, 제품에 들어가는 성분과 그 함량 정보를 파악할 수 있을 것이다.

3) 직접 분석

기본적으로 화평법이나 화관법에서는 상기 1) 또는 2)에서 확보한 성분 및 함량 정보로 법 준수에 필요한 의무 이행이나 유독물질 수입신고, 유해화학물질 제조 등의 허가 등 신청서류 작성 및 제출에 활용할 수 있다. 즉, 1) 또는 2)의 과정에서 함량 정보를 얻는 것에 실패하거나, 확보한 정보에 대해 추가 확인이 필요한 경우, 규제기관에서 법 준수 확인 목적상 필요한 경우 등에는 마지막 수단으로 함량분석을 한다.

특히 1) 또는 2)에서 확보한 정보가 규제 기준에 근접(미달 또는 초과)하거나, 시설 운영조건에 따라 함량에 변화가 생길 수 있는 등 확실한 함량 정보가 필요하면 분석할 수 있다.

3. 함량분석 방법

화평법이나 화관법에서 분석해야 하는 관리 대상물질에는 다양한 종류가 포함되어 있다. 특히 농약, 의약품, 살생물질 등 특정의 용도로 사용되는 물질의 경우 해당 전문 영역에서 시험방법을 발간하거나 법적으로 규정하고 있어 물질에 따라서는 이를 활용할 수 있다. 또한 국제적으로 사용되거나 특정 국가에서 법적 규정에 근거하여 운영되는 시험법도 사용할 수 있다. 물론 화평법에 따른 적절한 시험방법법이 없거나, 제품의 특성상 제공하는 시험법을 적용하기 어려운 경우에는

더 적극적으로 활용할 수 있다.

1) 국내 분석방법 활용

① 농약

농촌진흥청은 “농약의 공정분석법(2020)”을 발간하여 유통되는 농약제품 중 활성성분의 함량을 분석하는 공식 방법으로 제공하고 있다. 살균제, 살충제 및 제초제를 중심으로 460여 성분의 분석 방법이 포함되어 있으며, 분석법 이외도 분석 대상 농약의 구조, 물리·화학적 특성 정보도 제공하여 활용이 편리하다. 이외에도 본 공정분석법에는 농약 원제에 존재하는 유해성분에 대한 분석법도 포함되어 있다. 본 공정분석법은 법적 근거가 부족하지만 책자에는 공식 분석법이라고 기술되어 있어 신뢰성도 비교적 높다. 화평법과 화관법의 관리 대상 화학물질 중에는 농약이 수백여종에 이르며, 농촌진흥청의 공정분석법에는 이 중 100종 이상이 포함되어 있다.

식품의약품안전처 고시 제2024-71호(「식품의 기준 및 규격」) 제8 일반시험법의 7호에는 잔류농약 분석법이, 8호에는 잔류동물의약품 분석법이 그리고 9호에는 식품 중 유해물질 분석법을 상세하게 규정하고 있다. 아울러 식품의약품안전평가원은 “식품공전 잔류농약 분석법 실무 해설서(6판)”를 식품 중 잔류하는 농약 분석에 활용하도록 발간하였다. 극미량의 농약을 분석하는 방법으로 제품 중 농약 분석과 다를 수 있으나 분석 대상 농약의 특성 정보, 추출 및 정제 정보 등을 포함하고 있어 분석에 필요한 정보에 접근할 수 있다.

② 화장품

식품의약품안전처는 “화장품 중 배합금지성분 분석법 가이드라인(2024)”, “화장품 시험법(2016)”, “화장품 중 배합한도 성분 분석법(2017)” 등을 발간하였다. 이러한 분석법은 주기적으로 갱신되고, 새로운 성분이 추가되고 있다. 여기에 포함된 성분 중에는 예를 들어 Cetrimonium chloride & bromide(2000-1-509), Triclosan(2009-1-599) 등은 유독물질로 해당 정보를 분석에 활용할 수 있을 것이다.

식품의약품안전처 고시 제2024-9호(「화장품 안전기준 등에 관한 규정」)에 따른 유통화장품 안전관리 시험방법(별표4), 식품의약품안전처 고시 제2020-132호(「기능성화장품 기준 및 시험방법」)에 규정된 일반시험법(별표 10) 등에도 법적으로 유효한 시험법을 제공하고 있어 관심 관리 대상 물질이 여기에 포함된 경우는 이를 활용할 수 있다.

③ 생활화학제품

많은 관리 대상 화학물질은 「생활화학제품 및 살생물제의 안전관리에 관한 법률」의 「안전확인대상 생활화학제품의 안전기준·표시기준」(환경부 고시 제2024-89호)에 포함되어 있다. 함유 금지물질에 해당하는 납(97-1-7), 비소(97-1-119), 카드뮴(97-1-250), 수은(97-1-140), 6가크롬(06-5-10), Formaldehyde(97-1-345), Glutaraldehyde(97-1-5), 수많은 휘발성 유기화합물은 유독물질, 제한물질 등에 해당된다. 이러한 많은 관리 대상물질은 다음에 규정된 표준 시험절차에 따라 함량을 분석할 수 있다.

화학물질안전원고시 제2024-30호(「안전확인대상생활화학제품 시험·검사 기준 및 방법 등에 관한 규정」)에는 함유될 수 없는 화학물질 확인을 위한 표준시험절차(별표의 제4장), 함유된

함량제한물질 및 방출량제한물질 확인을 위한 표준시험절차(별표의 제5장의 1), 함유된 사용물질 및 사용가능 주성분 확인을 위한 표준시험절차에 물질별로 상세한 분석방법이 기술되어 있다. 다만 관리 대상물질에 비해 그 분석농도가 낮아, 함량이 높은 물질을 분석하는 경우 많은 주의가 요구된다.

④ 기타

식품의약품안전처고시 제2022-55호(「식품첨가물의 기준 및 규격」)에는 식품 첨가제, 특히 살균제, 일반 중금속 및 합성 향료 중에는 관리 대상 화학물질이 다수 포함되어 있다. 예를 들어 과산화수소(97-1-2), 붕산나트륨(2020-1-998) 등 무기물과, 4급 암모늄화합물(97-1-200 등), PHMB(97-1-467) 및 Troclosen 나트륨(2014-1-688) 등 유기화합물에 대한 분석법이 해당 고시에 규정되어 있다.

식품의약품안전처의 “식품용 기구 및 용기·포장 공전(2021)”에는 기구 및 용기·포장의 시험법을 상세하게 제시하고 있다. 특히 항목별 시험법에는 시료 중 잔류하는 납(97-1-7), 카드뮴(97-1-250), 수은(97-1-140), 6가 크롬(06-5-10), 비소(97-1-119) 등에 무기물에 대한 시험법, Toluene(97-1-298), Vinyl chloride(2001-1-519), phthalates(2006-1-556, 2006-1-557 등), phenol(97-1-332) 등 유기화합물에 대한 시험법도 기술되어 있다.

환경부는 「잔류성유기오염물질관리법」과 「폐기물관리법」과 관련하여 「잔류성유기오염물질 공정시기준」(국립환경과학원고시 제2022-37호)을 규정하고 있다. 본 규정에는 수질, 대기 등 여러 매체를 대상으로 POPs(Persistent Organic Pollutants, 잔류성유기오염물질)에 대한 미량물질 분석법이 기술되어 있다. 관리 대상 물질로는 PCBs(97-1-394), PBBs(99-1-502), PFOS(2010-1-612), HBCD(2021-1-1043) 등 다수의 물질이 포함되어 있다.

의약품이나 의약외품의 경우 개별물질 분석방법보다 시험방법 밸리데이션 가이드라인을 정확하게 제시하여 업체가 이를 준수하여 의약품을 분석하게 하고 있다. 다만 의약외품에 함유된 일부 유해물질에 대한 분석방법을 “전자식 금연보조제 액상 중 유해물질 분석법(2016)”을 발간하였다. 여기에 포함된 관리 대상 물질로는 Formaldehyde(97-1-345), Acetaldehyde(2020-1-96), Acrolein(97-1-168), Crotonaldehyde(97-1-270), Nicotine(97-1-11, 2017-1-795) 등이 포함되어 있다(이 부분은 2020년 액상형 전자담배 중 니코틴 성분 분석법 개발 연구보고서를 추가 발간). 다만 정량한계가 매우 낮아 직접 활용하는 경우 주의가 필요하다.

이외에도 KS 규격으로 시험법이 표준으로 고시된 경우, ISO를 인용하여 고시된 경우(KS I ISO 11083 : 수질 중 6가 크롬 분석, KS M ISO 11890-1 : 휘발성 유기화합물 함량 측정(GC)) 및 IEC 방법을 인용한 경우(KS C IEC 62321-4 : 전기전자제품 중 수은 분석) 등 다양한 방법이 규정되어 있다.

2) 국외 분석방법 활용

미국, 유럽 및 국제기구나 위원회 등에서는 매체별, 분야별 다양한 분석 방법을 제공하고 있다. 미국 EPA의 경우 EPA 500 series(음용 수 중 유기화합물 분석, 휘발성 유기화합물, 농약, 합성 유기화합물 포함, 508A는 PCBs 분석 방법), EPA 600 series(폐수 등 폐기물 중 유기오염물질 분석, 수질청정법), EPA 8000 series(지하 수 중 유기오염물질 분석), EPA 8021B(고체 폐기물

중 휘발성 유기오염물질 분석) 등이 그 예다. EPA는 또한 별도로 특정 매체에 대한 유기·무기 물질 분석법을 발간하고 있다. 음용수(EPA/7600/R-92/129(1992), 대기(EPA/625/R-96/010b(1999), 증보판(2000.4) 등을 예로 들 수 있다.

ASTM(American Society for Testing and Materials, 미국재료시험학회)에서도 유·무기 화합물에 대한 시험법을 제공하고 있는데, 예를 들어 ASTM D5317(물에서 염소화 유기산 화합물을 GC/ECD로 분석하는 표준시험 방법), ASTM E350(금속의 화학분석을 위한 표준시험 방법), ASTM E168/E169(적외선 분광법/UV-VIS을 활용한 화합물의 정성 및 정량분석 방법)를 들 수 있다.

EU의 경우 개별물질에 대한 분석법보다는 분석법을 만들고, 활용하는 절차와 밸리데이션 원칙을 주로 규정하고 있다. 다만 유럽표준위원회(CEN, European Committee for Standardization)는 일부 분석법이나 추출 방법을 정하고 있으며(예, EN 71-3(장난감 안정성 규격, 장난감 내 중금속 함량분석 포함), ISO(International Organization for Standardization, 국제표준화기수)와 공동으로 발표하는 예도 많다(EN ISO 17294-2: 유도결합플라즈마 질량분석법(ICP-MS)을 사용한 물질 분석)

이 밖에도 AOAC(Association of Official Analytical Chemist, 공정분석화학자협회)법에는 51개로 구분하여 물질 공정분석법을 제공하고 있으며, 여기에는 유해물질(8장), 잔류농약 및 화학물질(10장) 등도 포함되어 있어 널리 활용되고 있다. 또한 IEC 62321에는 전기전자 제품 중 납(97-1-7), 수은(97-1-140), PBBs(99-1-502) 등 6개 규제물질 분석방법을 제시하고 있다(우리나라도 거의 이것을 인용, 예 KS C IEC 62321-4는 전기전자 제품 중 수은 분석법을 말함).

3) 화평법에 따른 분석 방법 활용

화평법에 유독물질 등 관리 대상 물질의 함량을 확인하기 위한 분석법을 규정하는 근거는 아직 없지만 본 안내서와 별도로 발간될 해설서를 활용하여 대상 혼합물을 분석할 수 있다. 분석방법을 마련하여야 할 대상이 너무 많고, 유통량·지정 함량·긴급성 등의 고려가 필요하여 현재 연차적으로 초안을 마련하고, 검증·확인을 거쳐 이를 안내서와 해설서에 반영하고 있다. 따라서 해설서에 포함된 것이 확인되는 경우 이를 활용할 수 있다.

현재까지 3차년에 걸쳐 시험방법 마련을 위한 연구가 진행되었고, 검토가 완료된 163종이 우선 안내서와 해설서에 포함되어 아직은 활용이 제한적이다. 163종 이외에 진행된 물질과 금년 연구결과로 확정된 물질도 2025년 중에는 안내서와 해설서로 발간할 예정으로 유통량이 비교적 많은 관리 대상물질의 혼합물은 분석이 가능할 것이다.

장기적으로는 추가로 시험법이 개발·보완되고, 법적인 효력을 갖는 고시 등의 형태로 발전될 뿐만 아니라, 해설서와 개발 시험법 원문 등이 온라인으로 제공되는 경우 다양한 방식으로 화평법에 따른 시험방법이 활용될 것이다.

IV. 함량 확인 결과의 활용

1. 대표시료 확보

「안전확인대상생활화학제품 안전기준 확인을 위한 표준시험절차」(화학물질안전원고시 제 2024-30호)의 [별표] 제3장 ‘시료의 채취 및 보존’에 따라 채취도구는 시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 깨끗한 유리병 또는 시료와 반응하지 않는 적절한 용기에 약 100g의 시료를 넣고 각각 밀봉한 다음 내용품명, 수량, 채취일시와 장소, 채취자 성명을 기입하고 봉인한다. 시료는 최소 3병 이상을 채취한다. 휘발성 시료의 경우 용기 상단에 공기가 없도록 시료 병에 시료를 가득 채워 담고 유리 또는 테프론 재질의 마개로 밀봉한다. 채취한 시료는 직사광, 습기, 열 등을 피하면서 실험실로 운반하여 0℃ ~ 4℃의 냉장고에 보관하고 되도록 빨리 시험에 착수해야 한다.

동 고시의 1. 일반시험방법의 ‘ES 08101 시료의 처리방법’에 따라 검체 용기를 개봉하기 전에 그 포장상태, 봉인, 외관, 표기사항, 중량 등을 조사 기록한다. 시료 중 1/2 이상은 남겨두어 보관하고 나머지 1/2를 분석에 사용한다. 시료를 다룰 때는 시료가 신체 부위에 직접 접촉되지 않도록 주의하고 환기 시설이 갖추어진 곳에서 시험한다.

이외에도 앞서 소개된 국내외 시험법에 규정된 시료를 채취, 운반 및 보관 방법을 분석 대상 물질의 특성을 고려하여 활용할 수 있다.

2. 최소 반복 수 등

‘살생물제품 승인을 위한 제출자료 작성 안내서(화학물질안전원, 2024)’ 등을 활용하여 결정한다. 동 안내서에 의하면 시료 분석은 같은 시료에서 별도로 채취된 3개의 시료에 대해 실시하며, 물질별 평균적인 함량(평균값 \pm 3×표준편차)을 최대 및 최소 함량과 함께 % w/w로 분석 결과를 작성한다. 다만, 반복시험의 결과값이 상대표준편차 30% 초과시 2회 추가 반복시험(총 5 회)을 추가로 진행하여 최소값과 최대값을 제외한 나머지 시험결과를 토대로 평균적인 함량(평균값 \pm 3×표준편차) 결과를 처리한다.

살생물제품을 예로 드는 경우 생산 원용액(technical concentrate) 형태로 제조되는 경우, 건조중량 규격을 제시하여야 한다. 분석 결과와 함께, 정도관리 결과, 시료정보(배치 별 제조일자 및 배치 크기 등)에 대한 정보를 시험보고서에 제시하여야 한다. 살생물제품 내 살생물물질의 성분분석 시, 시료채취 및 분석 오차 등으로 인해 배치 별 시료분석 시 편차가 발생할 수 있으므로, 살생물제품의 함량 수준에 따른 허용오차범위 설정이 필요하다. 그 외 물질의 경우 화학물질안전원장의 검토결과 확인이 필요한 경우 추가 자료 및 살생물제품과 함유된 살생물물질 시료를 요구할 수 있다.

분석결과의 신뢰성 확보를 위해 국제적으로 인정한 기관(예: ISO/IEC 17025)과 같이 분석능력을 검증할 수 있는 수준의 시험 기관에서 수행하는 것이 원칙이다. 또한 승인 기관에

서 분석결과의 확인이 필요하므로 분석시료의 제출 또는 모든 분석관련 자료(원자료 포함)의 제출이 요구될 수 있으므로 관련 자료 등을 일정 기간 보관하여야 한다. 향후 화평법에 의한 시험법이 법제화되는 경우 상세한 내용을 규정할 것이다.

참고로, 살생물제품 성분분석 자료의 경우 기본적으로 최근 5년 이내의 성분분석 자료를 제출해야 한다. 또한 살생물 제품 성분분석 자료의 경우 자료 생산 당시와 현재의 제조원 및 제조공정이 변경되지 않은 경우에만 유효하다. 최근 5년 이내에 만들어진 자료가 아닌 경우, 10년 이내 자료에 한하여 신뢰성 확인을 위한 추가검증이 요구될 수 있다. 살생물제품의 성분분석에 대한 작성 방법은 「살생물물질과 살생물제품 승인신청자료의 작성범위 및 작성방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-23호)」 [별표 5]를 참고한다(표 4. 참고).

표 4. 살생물제품 내 살생물물질(유효성분)의 표시함량에 따른 허용한계

살생물물질의 표시 함량		허용 한계
[g/kg 또는 g/L]	% w/w	
25 까지	2.5 까지	균일 제형에 대해 표시 함량의 $\pm 15\%$ 불균일 제제에 대해 표시된 함량의 $\pm 25\%$
25 초과 100 까지	2.5 초과 10.0 까지	표시 함량의 $\pm 10\%$
100 초과 250 까지	10.0 초과 25.0 까지	표시 함량의 $\pm 6\%$
250 초과 500 까지	25.0 초과 50.0 까지	표시 함량의 $\pm 5\%$
500 초과	50.0 초과	표시 함량의 $\pm 25\text{g/kg}$ (또는 g/L) 또는 표시 함량의 $\pm 2.5\%$ w/w

3. 분석 결과의 기술 방식 (유효숫자 처리)

평균값의 자릿수는 물질별 지정기준에서 정한 자릿수(n 자리)보다 두 자릿수($n+2$)까지 더 구한 결과를 KS Q 5002(데이터의 통계적 해석방법-제 1부 : 데이터 통계적 기술)의 수치 뺏음법에 따라 계산하여 지정기준 자릿수($n+1$)까지 기술한다.

표준편차의 자릿수는 물질별 지정기준에서 정한 자릿수(n 자리)보다 세 자릿수($n+3$)까지 더 구한 결과를 KS Q 5002(데이터의 통계적 해석방법-제 1부 : 데이터 통계적 기술)의 수치 뺏음법에 따라 계산하여 지정기준 자릿수($n+2$)까지 기술한다.

최대 및 최소함량의 자릿수는 평균값과 동일하게 지정기준 자릿수($n+1$)까지 기술한다.

예시. 평균값 및 표준편차, 최대, 최소 함량 기술 방법

구분	분석결과1	분석결과2	분석결과3	지정기준
함량(%)	0.081	0.087	0.088	0.1

(평균값) 3회 분석결과와 평균값은 지정기준 자릿수(n+1)까지 0.09 %로 나타낸다

(표준편차) 3회 분석결과와 표준편차는 지정기준 자릿수(n+2)까지 0.004 %로 나타낸다.

(최대 및 최소 함량) 다음과 같은 방법으로 지정기준 자릿수(n+1)까지 나타낸다.

- 최대함량 : $x + 3s = 0.09 + 3 \times 0.004 = 0.09 + 0.012 = 0.10\%$
- 최소함량 : $x - 3s = 0.09 - 3 \times 0.004 = 0.09 - 0.012 = 0.08 \%$

4. 분석 결과의 해석

관리 대상이 아닌 것으로 취급되고 있는 특정 유해화학물질 함유 혼합물을 분석한 결과 그 값이 함량 기준과 같거나 초과하는 경우(유독물질이 개편되는 경우 유해 특성별 특성의 함량 기준과 같거나 초과하는 경우를 포함) 해당 제품(혼합물)은 적절하게 관리되거나 화평법 또는 화관법 의무 사항 준수 대상이 된다.

함량 기준과 같거나 초과한다는 판단은 매우 신중할 수밖에 없다. 분석 결과가 함량 기준 미만이지만 표준편차의 3배 범위에 있거나, 함량 기준에 매우 가까우나(반올림 하면 같아지는 경우) 미만인 경우 또는 표준편차가 큰 경우 등이 그렇다.

최종적인 결과 해석은 평균값 $\pm 3 \times$ 표준편차의 하한계가 함량 기준과 같거나 초과하는 경우 관리 대상 물질에 해당하는 것으로 판별한다. 3.에서의 설명과 같이 3회 반복측정의 상대표준편차가 30%를 초과하는 경우, 추가 시험에 의한 값을 사용한다.

V. 관리 대상 화학물질 목차

1. 유독물질

고유번호	화학물질 명칭(영문)	CAS No	분석법	권(호)	페이지
97-1-11	니코틴(Nicotine)	54-11-5	LC-DAD		22
	타르타르산 니코틴(Nicotine hydrogen tartrate; Nicotine ditartrate)	65-31-6	GC-FID		29
97-1-12	니트로벤젠(Nitrobenzene)	98-95-3	GC-FID		35
97-1-90	청화금나트륨(Sodiumcyanaurate)	15280-09-8	UV/VIS		42
	(Dipotassium tetracyanonicolate)	14220-17-8	UV/VIS		50
	시안화아연(Zinc cyanide)	557-21-1	UV/VIS		58
	신안화나트륨(Sodium cyanide)	143-33-9	UV/VIS		66
	(Potassium dicyanoaurate)	13967-50-5	UV/VIS		74
	시안화칼륨(Potassium cyanide)	151-50-8	UV/VIS		82
	(Tripotassium hexacyanocobaltate)	13963-58-1	UV/VIS		90
	나트륨시아노트리히드로 보레이트(Sodium cyanotrihydroborate)	25895-60-7	UV/VIS		98
	(Potassium dicyanoargentate; Potassium silver cyanide)	506-61-6	UV/VIS		106
	시안화은(Silver cyanide)	506-64-9	UV/VIS		114
	시안화금(Gold monocyanoide)	506-65-0	UV/VIS		122
	시안화구리(Copper cyanide)	544-92-3	UV/VIS		130
97-1-94	무수 크롬산(Chromic anhydride)	1333-82-0	UV/VIS		138
97-1-102	벤지딘(Benzidine)	92-87-5	GC-MS		146
97-1-111	브롬(Bromine)	7726-95-6	IC		153
97-1-114	브롬화 수소(Hydrogen bromine)	10035-10-6	IC		161
97-1-118	비나파크릴(Binapacryl)	485-31-4	GC-FID		169

고유번호	화학물질 명칭(영문)	CAS No	분석법	권(호)	페이지
97-1-119	갈륨아르세니드(Gallium arsenide)	1303-00-0	ICP-OES		176
	오산화 비소(Arsenic pentoxide)	1303-28-2	ICP-OES		184
	황화비소(Arsenic sulfides)	1303-33-9	ICP-OES		192
	비소(Arsenic)	7440-38-2	ICP-OES		200
	비산 칼슘(Calcium arsenate)	7778-44-1	ICP-OES		208
	(Sodium dioxoarsenate)	7784-46-5	ICP-OES		216
	(Zinc arsenide (ZnAs ₂))	12044-55-2	ICP-OES		224
	비산나트륨 칠수화물(Disodium arsenate heptahydrate)	10048-95-0	ICP-OES		232
97-1-128	산화 펜브타틴(Fenbutatin oxide)	13356-08-6	LC-MS		240
97-1-129	산화 프로필렌(Propylene oxide)	75-56-9	GC-FID		247
97-1-130	산화니켈(Nickel(IV)oxide)	12035-36-8	ICP-OES		254
	황화니켈(Nickel sulfide)	12035-72-2	ICP-OES		261
	산화니켈(Nickel(II)oxide)	1313-99-1	ICP-OES		268
97-1-134	아셀렌산(Selenious acid)	7783-00-8	ICP-OES		276
	셀렌산 나트륨(Selenic acid disodium salt)	13410-01-0	ICP-OES		283
	사염화셀레늄(Selenium tetrachloride)	10026-03-6	ICP-OES		290
	셀렌화 주석(Tin selenide (SnSe) ; Tin selenide)	1315-06-6	ICP-OES		297
	이산화 셀레늄(Selenium dioxide)	7446-08-4	ICP-OES		304
	셀렌산(Selenic acid)	7783-08-6	ICP-OES		311
	셀레늄 화아연(Zinc selenide)	1315-09-9	ICP-OES		318
	아셀레늄산나트륨(Sodium selenite)	10102-18-8	ICP-OES		325
	셀렌화 카드뮴(Cadmium selenide)	1306-24-7	ICP-OES		332
	셀레노시아나산칼륨(Potassium selenocyanate)	3425-46-5	ICP-OES		339
	셀레늄(Selenium)	7782-49-2	ICP-OES		346

고유번호	화학물질 명칭(영문)	CAS No	분석법	권(호)	페이지
97-1-134	셀레늄산칼륨(Potassium selenate)	7790-59-2	ICP-OES		353
	(Sodium selenite pentahydrate)	26970-82-1	ICP-OES		360
97-1-139	산화트리부틸주석 (Tributyltin oxide ; TBTO)	56-35-9	GC-MS		368
	트리부틸주석 수소화물(Tributyltin hydride)	688-73-3	GC-MS		376
97-1-140	아세트산수은(II)(Mercuric acetate)	1600-27-7	CV-AAS		385
	요오드화 수은(Mercury diiodide)	7774-29-0	CV-AAS		392
	(Dipotassium tetraiodomercurate)	7783-33-7	CV-AAS		399
	질산수은 일수화물(Mercury nitrate monohydrate)	7783-34-8	CV-AAS		406
	황산수은(Mercury sulfate)	7783-35-9	CV-AAS		413
	브롬화수은(Mercury dibromide)	7789-47-1	CV-AAS		420
	산화수은(Mercuric monoxide)	21908-53-2	CV-AAS		427
	티오시아나산수은(Mercuric thiocyanate)	592-85-8	CV-AAS		434
	염화수은 (Dimercury dichloride ; Mercury chloride)	10112-91-1	CV-AAS		441
	이염화수은(Mercury dichloride ; mercuric chloride)	7487-94-7	CV-AAS		448
	수은(Mercury)	7439-97-6	CV-AAS		455
97-1-147	시클로헥시미드(Cycloheximide)	66-81-9	HPLC-UVD		462
97-1-152	싸이플루트린 (Cyfluthrin)	68359-37-5	GC-FID		469
97-1-162	아세트산 탈륨(Thallium acetate)	563-68-8	ICP-OES		475
97-1-164	아조시클로틴(Azocyclotin)	41083-11-8	LC-MS		482

고유번호	화학물질 명칭(영문)	CAS No	분석법	권(호)	페이지
97-1-170	아크릴로니트릴(Acrylonitrile)	107-13-1	GC-FID		489
97-1-171	아크릴아마이드(Acrylamide)	79-06-1	HPLC-UVD		496
97-1-176	(Potassium hexahydroxoantimonate)	12208-13-8	ICP-OES		503
	오염화안티몬(Antimony pentachloride)	7647-18-9	ICP-OES		510
	황산안티몬(Diantimony tris(sulfate))	7446-32-4	ICP-OES		517
	삼아이오딘화 안티몬(Antimony triiodide)	7790-44-5	ICP-OES		524
	삼불화안티몬(Antimony trifluoride)	7783-56-4	ICP-OES		531
	삼산화안티몬 (Diantimony trioxide ; Antimony(III) trioxide)	1309-64-4	ICP-OES		538
	삼염화안티몬(Antimony trichloride)	10025-91-9	ICP-OES		545
	Aluminium compd. with antimony (1:1)	25152-52-7	ICP-OES		552
97-1-178	알드린(Aldrin)	309-00-2	GC-FID		559
97-1-192	(R)-(-)-에피클로로히드린((R)-Ephichlorohydrin)	51594-55-9	GC-FID		566
	(S)-(+)-에피클로로히드린((S)-Ephichlorohydrin)	67843-74-7	GC-FID		572
97-1-198	염소산칼륨(Potassium chlorate)	3811-04-9	IC		579
	염소산나트륨(Sodium chlorate)	7775-09-9	IC		587
97-1-219	왈파린(Warfarin)	81-81-2	HPLC-UVD		595
97-1-220	요오드화 메틸(Methyl iodide)	74-88-4	GC-FID		602
97-1-239	이황화탄소(Carbon disulfide)	75-15-0	GC-FID (GC-MS)		608
97-1-241	인화 아연(Zinc phosphide)	1314-84-7	ICP-OES		614
97-1-242	인화 알루미늄(Aluminum phosphide)	20859-73-8	ICP-OES		621
97-1-245	질산 탈륨(Thallium nitrate)	10102-45-1	ICP-OES		628
97-1-260	캡타폴(Captafol)	2425-06-1	GC-FID		635

고유번호	화학물질 명칭(영문)	CAS No	분석법	권(호)	페이지
97-1-271	크롬산칼륨(Potassium chromate)	7789-00-6	UV/VIS		642
	크롬산스트론튬(Strontium chromate)	7789-06-2	UV/VIS		650
	크롬산나트륨(Sodium chromate)	7775-11-3	UV/VIS		658
	크롬산칼슘(Calcium chromate)	13765-19-0	UV/VIS		666
	크롬산바륨(Barium chromate)	10294-40-3	UV/VIS		674
	크롬산 아연(Zinc chromate)	13530-65-9	UV/VIS		682
	크롬산 나트륨 사수화물(Sodium chromate tetrahydrate)	10034-82-9	UV/VIS		690
	크롬산납(Lead chromate ; Lead(II) chromate)	7758-97-6	UV/VIS		698
	크롬산암모늄(Ammonium chromate)	7788-98-9	UV/VIS		706
97-1-297	테트라클로로에틸렌(Tetrachloroethylene)	127-18-4	GC-FID		714
97-1-309	트리클로로에틸렌(Trichloroethylene)	79-01-6	GC-FID		721
97-1-406	황산 디메틸(Dimethyl sulfate)	77-78-1	GC-FID		728
97-1-407	황산 디에틸 (Diethyl sulfate)	64-67-5	GC-FID (GC-MS)		735
97-1-408	황산탈륨(Dithallium sulphate ; Thallium sulfate)	7446-18-6	ICP-OES		742
97-1-409	히드라진(Hydrazine)	302-01-2	GC-MS		749
97-1-411	히드록실아민 염산염(Hydroxylamine hydrochloride ; Hydroxylammonium chloride)	5470-11-1	HPLC-DAD		757
	히드록실아민(Hydroxylamine)	7803-49-8	HPLC-DAD		765

고유번호	화학물질 명칭(영문)	CAS No	분석법	권(호)	페이지
97-1-411	히드록실아민 황산염 (Bis(hydroxylammonium) sulfate)	10039-54-0	HPLC-DAD		772
97-1-412	2-나프틸아민(2-Naphthylam ine)	91-59-8	GC-MS		780
97-1-418	1,2-디브로모에탄(1,2-Dibro moethane)	106-93-4	GC-FID		787
97-1-419	1,2-디브로모-3-클로로프로 판(1,2-Dibromo-3-chloropr opane)	96-12-8	GC-FID		794
97-1-427	1,3-디클로로-2-프로판올(1, 3-Dichloro-2-propanol)	96-23-1	GC-FID		801
97-1-445	4-아미노비페닐(4-Aminobip henyl)	92-67-1	GC-MS		808
97-1-447	p-아미노아조벤젠(p-Aminoa zobezene)	60-09-3	GC-MS		815
97-1-471	13-cis-레틴산(13-cis-Reti noic acid)	4759-48-2	HPLC-UVD		822
98-1-479	4,4 '-메틸렌비스(2-클로로아 닐린) (4,4 '-Methylene bis(2-chloroaniline)	101-14-4	GC-MS		829
98-1-481	(에폭시에틸)벤젠((Epoxyethy l)benzene)	96-09-3	GC-FID		836
99-1-506	중크롬산암모늄(Ammoniumdic hromate)	7789-09-5	UV/VIS		844
	중크롬산 나트륨 이수화물(Sodium dichromate dihydrate ; Chromic acid (H ₂ Cr ₂ O ₇), sodium salt, hydrate (1:2:2))	7789-12-0	UV/VIS		852
	중크롬산칼륨(potassiumdichro mate)	7778-50-9	UV/VIS		860
2001-1-515	가지형 4-노닐페놀 (Branched p-nonylphenol); 4-노닐페놀 (4-Nonylphenol)	84852-15-3/ 104-40-5	GC-MS/ HPLC-FLD		868/ 875

고유번호	화학물질 명칭(영문)	CAS No	분석법	권(호)	페이지
2001-1-518	1,2-이염화에탄(1,2-Dichloroethane)	107-06-2	GC-FID		882
2001-1-519	염화비닐(Vinyl chloride)	75-01-4	GC-FID		889
2001-1-520	산화에틸렌(Ethylene oxide)	75-21-8	GC-FID		896
2002-1-529	수산화테트라메틸암모늄(Tetra methylammonium hydroxide)	75-59-2	IC		903
2003-1-537	말라카이트 그린의 염산염(Malachite green chloride; [4-[α -[4-(Dimethylamino)phenyl]benzylidene]cyclohexa-2,5-dien-1-ylidene]dimethylammonium chloride)	569-64-2	LC-MS-MS		911
2006-1-556	비스(2-에틸헥실)프탈레이트(Bis(2-ethylhexyl) phthalate)	117-81-7	GC-FID		918
2006-1-557	디부틸 프탈레이트(Dibutyl phthalate)	84-74-2	GC-FID		924
2006-1-558	부틸벤질 프탈레이트(Butylbenzyl phthalate)	85-68-7	GC-FID		930
2010-1-609	황산니켈(Nickel sulfate)	7786-81-4	ICP-OES		936
2010-1-612	퍼플루오로옥탄술포산 칼륨 (Potassium perfluorooctanesulfonate)	2795-39-3	LC-MS		943
2012-1-639	(2E)-1,4-디클로로-2-부텐((2E)-1,4-Dichloro-2-butene)	110-57-6	GC-FID		950
2012-1-640	삼산화 이붕소(Diboron trioxide)	1303-86-2	ICP-OES		957
2013-1-660	글리시돌(Glycidol)	556-52-5	GC-FID		964
2013-1-661	2-니트로톨루엔(2-Nitrotoluene)	88-72-2	GC-FID		970
2013-1-667	퀴놀린(Quinoline)	91-22-5	GC-FID		976

고유번호	화학물질 명칭(영문)	CAS No	분석법	권(호)	페이지
2013-1-668	1,2-옥사티올란, 1,2-디옥사이드 (1,2-Oxathiolane,2,2-dioxide)	1120-71-4	GC-FID		982
2014-1-686	트리글리시딜 이소시아누레이트 (Triglycidyl isocynurate; 1,3,5-Tris (oxiranylmethyl)-1,3,5,-triazine- 2,4,6-(1H,3H,5H)-trione)	2451-62-9	GC-MS		989
2014-1-693	1,3-부타디엔(1,3-Butadiene)	106-99-0	GC-FID		996
2014-1-694	N,N-디메틸포름아미드(N,N- Dimethylformamide)	68-12-2	GC-FID		1003
2014-1-695	2,4-디니트로톨루엔(2,4-dinit rotoluene)	121-14-2	GC-FID		1011
	2,6-디니트로톨루엔(2,6-dinit otoluene)	606-20-2	GC-FID		1017
2014-1-696	2-에톡시에탄올(2-Ethoxyeth anol)	110-80-5	GC-FID		1023
2014-1-697	2-이미다졸리던티온(2-Imida zolidinethione)	96-45-7	HPLC-UVD		1029
2014-1-698	2-메톡시에탄올(2-Methoxye thanol)	109-86-4	GC-FID		1035
2014-1-699	4,4 '-메틸렌디아닐린(4,4 '-Me thylenedianiline)	101-77-9	GC-MS		1041
2014-1-700	1-메틸-2-피롤리디논(1-Me thyl-2-pyrrolidinone)	872-50-4	LC-MS		1048
2017-1-766	아세트산 팔라듐(II) (Palladium(II)acetate)	3375-31-3	IC		1180
2017-1-795	(R,S)-니코틴((R,S)-Nicotine)	22083-74-5	LC-DAD		22
2018-1-853	니켈 디포메이트(Nickel diformate)	3349-06-2	IC		1055
2019-1-880	2-벤질-2-디메틸아미노-1-(4-모 폴리노-페닐)-1-부타논 (2-Benzyl-2-dimethylamino-1-(4- morpholino-phenyl)-1-butanone)	119313-12-1	HPLC-UVD		1063
2019-1-931	염화 메틸렌(Methylene chloride)	75-09-2	GC-FID		1070

고유번호	화학물질 명칭(영문)	CAS No	분석법	권(호)	페이지
2019-1-932	이소프렌(Isoprene)	78-79-5	GC-FID		1076
2019-1-933	4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-디브로모페놀](4,4'-(1-Methylethylidene)bis[2,6-dibromophenol]; Tetrabromobisphenol A)	79-94-7	LC-MS		1082
2019-1-934	4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스페놀(4,4'-(1-Methylethylidene)bisphe nol; Bisphenol A)	80-05-7	HPLC-UVD		1089
2019-1-935	4,4'-옥시비스벤젠아민(4,4'-Oxybisbenzenamine; 4,4'-Oxydianiline)	101-80-4	GC-MS		1095
2019-1-937	N-메틸포름아미드(N-Methylformamide)	123-39-7	GC-FID		1102
2019-1-938	N,N-디메틸아세트아미드(N,N-Dimethylacetamide)	127-19-5	GC-FID		1108
2019-1-939	이염화 이부틸주석(Dibutyltin dichloride)	683-18-1	GC-MS		1114
2019-1-943	수산화 니켈(Nickel dihydroxide; Nickel hydroxide)	12054-48-7	ICP-OES		1122
2019-1-944	숄팜산 니켈(Nickel bis(sulfamidate); Nickel sulfamate)	13770-89-3	ICP-OES		1129
2019-1-945	염화니켈 육수화물(Nickel chloride (NiCl ₂), hexahydrate)	7791-20-0	ICP-OES		1137
	염화니켈(Nickel dichloride)	7718-54-9	ICP-OES		1144
2019-1-946	질산니켈 육수화물(Nitric acid, nickel(2+) salt, hexahydrate)	13478-00-7	ICP-OES		1151
2019-1-947	플루오르화 니켈(Nickel fluoride)	10028-18-9	ICP-OES		1158
2023-1-1137	사염화 티타늄(Titanium tetrachloride)	7550-45-0	ICP-OES		1165

3. 제한물질

고유번호	화학물질 명칭(영문)	CAS No	분석법	권(호)	페이지
06-5-1	말라카이트 그린의 염산염(Malachite green chloride; [4-[α -[4-(Dimethylamino)phenyl]benzylidene]cyclohexa-2,5-dien-1-ylidene]dimethylammonium chloride)	569-64-2	LC-MS-MS		911
06-5-4	산화트리부틸주석 (Tributyltin oxide ; bis(tributyltin)oxide ; TBTO)	56-35-9	GC-MS		368
	트리부틸주석 수소화물 (Tributyltin hydride)	688-73-3	GC-MS		376
06-5-6	가지형 4-노닐페놀 (Branched p-nonylphenol); 4-노닐페놀 (4-Nonylphenol)	84852-15-3/ 104-40-5	HPLC-FLD		868/ 875
06-5-10	무수 크롬산(Chromic anhydride)	1333-82-0	UV/VIS		138
	크롬산칼륨(Potassium chromate)	7789-00-6	UV/VIS		642
	크롬산스트론튬(Strontium chromate)	7789-06-2	UV/VIS		650
	크롬산나트륨(Sodium chromate)	7775-11-3	UV/VIS		658
	크롬산 칼슘(Calcium chromate)	13765-19-0	UV/VIS		666
	크롬산 바륨(Barium chromate)	10294-40-3	UV/VIS		674

고유번호	화학물질 명칭(영문)	CAS No	분석법	권(호)	페이지
06-5-10	크롬산 아연(Zinc chromate)	13530-65-9	UV/VIS		682
	크롬산 나트륨 사수화물(Sodium chromate tetrahydrate)	10034-82-9	UV/VIS		690
	크롬산납(Lead chromate ; Lead(II) chromate)	7758-97-6	UV/VIS		698
	크롬산암모늄(Ammonium chromate)	7788-98-9	UV/VIS		706
	중크롬산암모늄(Ammonium dichromate)	7789-09-5	UV/VIS		844
	중크롬산 나트륨 이수화물(Sodium dichromate dihydrate)	7789-12-0	UV/VIS		852
	중크롬산칼륨(potassium dichromate)	7778-50-9	UV/VIS		860
06-5-11	트리클로로에틸렌(Trichloroeth ylene)	79-01-6	GC-FID		721
06-5-12	테트라클로로에틸렌(Tetrachlor oethylene)	127-18-4	GC-FID		714
06-5-13	4,4 '-메틸렌비스(2-클로로아 닐린) (4,4 '-Methylene bis(2-chloroaniline)	101-14-4	GC-MS		829
06-5-14	아크릴아마이드(Acrylamide)	79-06-1	HPLC-UVD		496

4. 금지물질

고유번호	화학물질 명칭(영문)	CAS No	분석법	권(호)	페이지
06-4-13	벤지딘(Benzidine)	92-87-5	GC-MS		146
06-4-15	아세트산 탈륨(Thallium acetate)	563-68-8	ICP-OES		475
06-4-19	알드린(Aldrin)	309-00-2	GC-FID		559

고유번호	화학물질 명칭(영문)	CAS No	분석법	권(호)	페이지
06-4-23	인화 알루미늄(Aluminum phosphide)	20859-73-8	ICP-OES		621
06-4-26	질산 탈륨(Thallium nitrate)	10102-45-1	ICP-OES		628
06-4-33	캡타폴(Captafol)	2425-06-1	GC-FID		635
06-4-53	황산탈륨(Dithallium sulphate ; Thallium sulfate)	7446-18-6	ICP-OES		742
06-4-54	2-나프틸아민(2-Naphthylamine)	91-59-8	GC-MS		780
06-4-55	1,2-디브로모에탄(1,2-Dibromoethane)	106-93-4	GC-FID		787
06-4-56	1,2-디브로모-3-클로로프로판(1,2-Dibromo-3-chloropropane)	96-12-8	GC-FID		794
06-4-57	4-아미노비페닐(4-Aminobiphenyl)	92-67-1	GC-MS		808
06-4-59	오산화 비소(Arsenic pentoxide)	1303-28-2	ICP-OES		184

5. 중점관리물질

고유번호	화학물질 명칭(영문)	CAS No	분석법	권(호)	페이지
11	산화트리부틸주석 (Tributyltin oxide; TBTO)	56-35-9	GC-MS		368
15	p-아미노아조벤젠(p-Aminozobenzene)	60-09-3	GC-MS		815
19	황산 디에틸 (Diethyl sulfate)	64-67-5	GC-FID (GC-MS)		735
21	시클로헥시미드(Cycloheximide)	66-81-9	HPLC-UV D		462
23	N,N-디메틸포름아미드(N,N-Dimethylformamide)	68-12-2	GC-FID		1003
28	염화비닐(Vinyl chloride)	75-01-4	GC-FID		889

고유번호	화학물질 명칭(영문)	CAS No	분석법	권(호)	페이지
30	염화 메틸렌(Methylene chloride)	75-09-2	GC-FID		1070
32	이황화탄소 (Carbon disulfide)	75-15-0	GC-FID (GC-MS)		608
36	황산 디메틸(Dimethyl sulfate)	77-78-1	GC-FID		728
38	이소프렌(Isoprene)	78-79-5	GC-FID		1076
40	트리클로로에틸렌(Trichloroethylene)	79-01-6	GC-FID		721
41	아크릴아마이드(Acrylamide)	79-06-1	HPLC-UVD		496
44	4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-디브로모페놀](4,4'-(1-Methylethylidene)bis[2,6-dibromophenol]; Tetrabromobisphenol A)	79-94-7	LC-MS		1082
45	4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스페놀(4,4'-(1-Methylethylidene)bisphenol; Bisphenol A)	80-05-7	HPLC-UVD		1089
47(1)	왈파린(Warfarin)	81-81-2	HPLC-UVD		595
51	디부틸 프탈레이트(Dibutyl phthalate)	84-74-2	GC-FID		924
55	부틸벤질 프탈레이트(Butylbenzyl phthalate)	85-68-7	GC-FID		930
57	2-니트로톨루엔(2-Nitrotoluene)	88-72-2	GC-FID		970
61	퀴놀린(Quinoline)	91-22-5	GC-FID		976
66	(에폭시에틸)벤젠 ((Epoxyethyl)benzene)	96-09-3	GC-FID		836
69	1,3-디클로로-2-프로판올(1,3-Dichloro-2-propanol)	96-23-1	GC-FID		801
70	2-이미다졸리딘티온(2-Imidazolidinethione)	96-45-7	HPLC-UVD		1029
75	니트로벤젠(Nitrobenzene)	98-95-3	GC-FID		35
81	4,4'-메틸렌비스(2-클로로아닐린) (4,4'-Methylene bis(2-chloroaniline))	101-14-4	GC-MS		829

고유번호	화학물질 명칭(영문)	CAS No	분석법	권(호)	페이지
82	4,4'-메틸렌디아닐린(4,4'-Methylenedianiline)	101-77-9	GC-MS		1041
83	4,4'-옥시비스벤젠아민(4,4'-Oxybisbenzenamine; 4,4'-Oxydianiline)	101-80-4	GC-MS		1095
84(2)	(R)-(-)-에피클로로히드린((R)-Ephichlorohydrin)	51594-55-9	GC-FID		566
84(3)	(S)-(+)-에피클로로히드린((S)-Ephichlorohydrin)	67843-74-7	GC-FID		572
86	아크릴로니트릴(Acrylonitrile)	107-13-1	GC-FID		489
89	2-메톡시에탄올(2-Methoxyethanol)	109-86-4	GC-FID		1035
91	(2E)-1,4-디클로로-2-부텐((2E)-1,4-Dichloro-2-butene)	110-57-6	GC-FID		950
93	2-에톡시에탄올(2-Ethoxyethanol)	110-80-5	GC-FID		1023
100	비스(2-에틸헥실)프탈레이트(Bis(2-ethylhexyl)phthalate)	117-81-7	GC-FID		918
105	2,4-디니트로톨루엔(2,4-dinitrotoluene)	121-14-2	GC-FID		1011
110	테트라클로로에틸렌(Tetrachloroethylene)	127-18-4	GC-FID		714
111	N,N-디메틸아세트아미드(N,N-Dimethylacetamide)	127-19-5	GC-FID		1108
126(1)	히드라진(Hydrazine)	302-01-2	GC-MS		749
139	비나파크릴(Binapacryl)	485-31-4	GC-FID		169
152	글리시돌(Glycidol)	556-52-5	GC-FID		964
166	이염화 이부틸주석(Dibutyltin dichloride)	683-18-1	GC-MS		1114
168	트리부틸주석 수소화물(Tributyltin hydride)	688-73-3	GC-MS		376
171	1-메틸-2-피롤리디논(1-Methyl-2-pyrrolidinone)	872-50-4	LC-MS		1048
177	1,2-옥사티올란, 2,2-디옥사이드(1,2-Oxathiolane, 2,2-dioxide)	1120-71-4	GC-FID		982
179	갈륨아르세니드(Gallium arsenide)	1303-00-0	ICP-OES		176

고유번호	화학물질 명칭(영문)	CAS No	분석법	권(호)	페이지
180	황화비소(Arsenic sulfides)	1303-33-9	ICP-OES		192
182	삼산화 이붕소(Diboron trioxide)	1303-86-2	ICP-OES		957
187	산화니켈(Nickel(II)oxide)	1313-99-1	ICP-OES		268
196	무수 크롬산(Chromic anhydride)	1333-82-0	UV/VIS		138
218	트리글리시딜 이소시아누레이트 (Triglycidyl isocynurate; 1,3,5-Tris(oxiranylmethyl)-1,3,5,-triazine-2,4,6-(1H,3H,5H)-trione)	2451-62-9	GC-MS		989
222	퍼플루오로옥탄술폰산 칼륨(Potassium perfluorooctanesulfonate)	2795-39-3	LC-MS		943
236	13-cis-레틴산(13-cis-Retinoic acid)	4759-48-2	HPLC-UVD		822
245	수은(Mercury)	7439-97-6	CV-AAS		455
247	비소(Arsenic)	7440-38-2	ICP-OES		200
253	이염화수은(Mercury dichloride ; mercuric chloride)	7487-94-7	CV-AAS		448
261	크롬산납(Lead chromate ; Lead(II) chromate)	7758-97-6	UV/VIS		698
263	크롬산나트륨(Sodium chromate)	7775-11-3	UV/VIS		658
267	비산 칼슘 (Calcium arsenate)	7778-44-1	ICP-OES		208
268	중크롬산칼륨(potassium dichromate)	7778-50-9	UV/VIS		860
283	(Sodium dioxoarsenate)	7784-46-5	ICP-OES		216
284	황산니켈(Nickel sulfate)	7786-81-4	ICP-OES		936
285	크롬산암모늄(Ammonium chromate)	7788-98-9	UV/VIS		706
286	크롬산칼륨(Potassium chromate)	7789-00-6	UV/VIS		642
287	크롬산스트론튬(Strontium chromate)	7789-06-2	UV/VIS		650
288	중크롬산암모늄(Ammonium dichromate)	7789-09-5	UV/VIS		844
321	크롬산 바륨(Barium chromate)	10294-40-3	UV/VIS		674

고유번호	화학물질 명칭(영문)	CAS No	분석법	권(호)	페이지
325(2)	중크롬산 나트륨 이수화물(Sodium dichromate dihydrate ; Chromic acid (H ₂ Cr ₂ O ₇), sodium salt, hydrate (1:2:2))	7789-12-0	UV/VIS		852
355	산화니켈(Nickel(IV)oxide)	12035-36-8	ICP-OES		254
367	(Zinc arsenide (ZnAs ₂))	12044-55-2	ICP-OES		224
434	크롬산 아연(Zinc chromate)	13530-65-9	UV/VIS		682
438	크롬산 칼슘(Calcium chromate)	13765-19-0	UV/VIS		666
653(1)	4-노닐페놀(4-Nonylphenol)	104-40-5	GC-MS/ HPLC-FLD		868/ 875
653(8)	가지형 4-노닐페놀 (Branched p-nonylphenols)	84852-15-3	GC-MS/ HPLC-FLD		868/ 875

6. 사고대비물질

고유번호	화학물질 명칭(영문)	CAS No	분석법	권(호)	페이지
9	염화비닐(Vinyl chloride)	75-01-4	GC-FID		889
10	이황화탄소 (Carbon disulfide)	75-15-0	GC-FID (GC-MS)		608
11	산화에틸렌(Ethylene oxide)	75-21-8	GC-FID		896
14	산화 프로필렌(Propylene oxide)	75-56-9	GC-FID		247
19	니트로벤젠(Nitrobenzene)	98-95-3	GC-FID		35
24	아크릴로니트릴(Acrylonitrile)	107-13-1	GC-FID		489
33	시안화나트륨(Sodium cyanide)	143-33-9	UV		66
38	인화 아연(Zinc phosphide)	1314-84-7	ICP-OES		614
62	염소산칼륨(Potassium chlorate)	3811-04-9	IC		579

고유번호	화학물질 명칭(영문)	CAS No	분석법	권(호)	페이지
66	염소산나트륨(Sodium chlorate)	7775-09-9	IC		587
76	브롬(Bromine)	7726-95-6	IC		153
78	이소프렌(Isoprene)	78-79-5	GC-FID		1076
81	펜타카보닐철(Pentacarbonyliron)	13463-40-6	GC-MS		1172
84	사염화 티타늄(Titanium tetrachloride)	7550-45-0	ICP-OES		1165

Ⅵ. 혼합물 중 관리 대상 화학물질 함량 분석법

1. 유도결합플라스마-원자발광분광법(ICP-OES)

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 납, 카드뮴 등을 함유한 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라스마에 주입하여 6,000 ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 니켈, 비소 등을 정성 및 정량분석하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

[비 고] 본 방법은 물질을 산분해하여 금속이온을 분석함으로써 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온과 최종 결과값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 납, 카드뮴 등을 함유한 금속화합물 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

아비산나트륨 외 45종

1.4 간섭물질

1.4.1 물리적 간섭

시료 도입부의 분무과정에서 시료의 비중, 점성도, 표면장력의 차이에 의해 발생한다. 시료의 물리적 성질이 다르면 플라스마로 흡입되는 원소의 양이 달라져 방출선의 세기에 차이가 생기며, 특히 비중이 큰 황산과 인산 사용 시 물리적 간섭이 크다. 시료의 종류에 따라 분무기의 종류를 바꾸거나, 시료의 희석, 매질 일치법, 내부표준법, 농축분리법을 사용하여 간섭을 최소화한다.

1.4.2 이온화 간섭

측정원소의 방출선에 대해 플라스마의 기체 성분이나 공존 물질에서 유래하는 분광학적 요인에 의해 원래 방출선의 세기 변동 및 다른 원자 혹은 이온의 방출선과의 겹침 현상이 발생할 수 있으며, 시료 분석 후 보정이 반드시 필요하다.

1.4.3 화학적 간섭

플라스마의 높은 온도와 비활성으로 화학적 간섭의 발생가능성은 낮으나, 출력이 낮은 경우 일부 발생할 수 있다.

1.4.4 분광 간섭

측정원소의 방출선에 대해 플라즈마의 기체 성분이나 공존 물질에서 유래하는 분광학적 요인에 의해 원래 방출선의 세기 변동 및 다른 원자 혹은 이온의 방출선과의 겹침 현상이 발생할 수 있으며, 시료 분석 후 보정이 반드시 필요하다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 유도결합플라즈마-원자발광광도계

2.1.1 분광계

검출 및 측정 방법에 따라 다색화분광기 또는 단색화 장치 모두 사용가능해야 하며 스펙트럼의 띠 통과 (band pass)는 0.05 nm 미만이어야 한다.

2.1.2 시료 주입 장치

2.1.2.1 분무기

일반적인 시료의 경우 동심축 분무기 (concentric nebulizer) 또는 교차흐름 분무기 (cross-flow nebulizer)를 사용하며, 점성이 있는 시료나 입자상 물질이 존재할 경우 바빙톤 분무기 (barbington nebulizer)를 사용한다. 이외에도, 분석 목적에 따라 초음파 분무기 (ultrasonic nebulizer) 등 다양한 형태의 분무기 사용이 가능하다.

2.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

순도 99.99% 이상 고순도 가스상 또는 액체 아르곤을 사용해야 한다.

2.1.2.3 유량조절기

속도 조절이 가능한 연동펌프 및 아르곤 및 플라즈마 기체의 유속 조절기를 사용해야 한다.

2.1.3 유도결합플라즈마 발생기

2.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

라디오고주파 (RF, radio frequency) 발생기는 출력범위 750 ~ 1,200 W 이상의 것을 사용하며, 이때 사용하는 주파수는 27.12 MHz 또는 40.68 MHz를 사용한다.

2.1.3.2 토치

내부직경 18 mm, 12 mm, 1.5 mm인 3개의 동심원 또는 동등한 규격의 석영관을 사용한다. 가장 바깥쪽관의 냉각기체는 아르곤을 사용하며, 중심관과 중간관의 운반기체와 보조기체로는 아르곤을 사용한다.

2.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.4 마이크로피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

이 시험방법에 사용되는 시약들은 특별히 순도와 등급이 명시된 경우를 제외하고는 산의 경우 금속 시험용 또는 반도체용을 사용하여야 하며, 다른 시약의 경우는 특급 (GR 또는 ACS 등급)이상을 사용한다.

3.1.1 질산 (Nitric acid, HNO_3 , (69 ~ 71) %)

3.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

3.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

3.1.4 황산 (Sulfuric acid, H_2SO_4 , (96 ~ 98) %)

3.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H_2O_2 , 30 %)

3.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 각 원소별로 표준물질생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용할 수 있다. 표준원액은 최대 1년 또는 표시된 사용기한까지 사용할 수 있으나 10 mg/L이하의 표준용액은 최소한 1개월 마다 새로 조제해야 한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 마이크로파분해

4.1.1.1 PFA 또는 TFM 재질의 마이크로파 분해용기에 잘 혼합된 시료를 약 0.2 g(시료의 재형에 따라 0.1 ~ 0.3 g정도를 선택적으로 채취)을 1 mg 단위까지 정확히 달아 넣는다.

4.1.1.2 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흡후드 내에서 방치한다.

[비고] 염산과 과산화수소의 혼산을 선택적으로 첨가가 가능하며, 분해되지 않거나 시료에 실리카 또는 타이타늄이 함유되어 있을 경우 플루오르화수소산(HF)을 추가적으로 0.5 mL를 넣는다.

4.1.1.3 시료와 산류의 반응이 완료되면 밀폐형 분해용기의 뚜껑을 닫고 분해 장치를 조립한 후 마이크로파 분해 장치에 장착한다.

4.1.1.4 마이크로파 분해 장치를 사용하여 미리 제시된 온도프로그램에 따라 마이크로파 오븐을 조작하고 시료를 최대한 맑은 용액이 되도록 분해한다.

4.1.1.5 분해가 끝난 후 충분히 냉각시킨 후 용기 내에 남아 있는 산 가스를 제거한다.

4.1.1.6 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해 용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

4.1.1.7 플루오르화수소산(HF)을 사용한 경우 냉각된 시료를 저밀도 폴리에틸렌(Low density polyethylene, LDPE) 또는 PFA 재질의 부피플라스크로 옮긴다.

[비고] 이 경우 시료주입장치를 손상시킬 수 있으므로 플루오르화수소산(HF)에 견딜 수 있는 재질의 시료주입장치를 사용하여야 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.4 ~ 10) mg/L 농도가 되도록 제조하며 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 금속의 농도(mg/L)를 가로축(x 축)에, 각 금속의 측정값을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

4.3 유도결합플라즈마-원자발광분광기 분석방법

플라즈마를 켜고 30분 ~ 60분간 불꽃을 안정화 시킨 후, 장비제조사에서 제공하는 매뉴얼에 따라 해당 표준물질을 사용하여 분석조건을 최적화한다.

표 1. 유도결합플라스마-원자발광분광법에 의한 금속원소별 선택파장

금속	1차 선택파장(nm)	2차 선택파장(nm)
As	188.979	193.696
Na	589.592	330.327
Zn	206.200	213.857
Ga	417.206	294.364
Ca	317.933	315.887
Ag	328.068	338.289
Al	396.153	308.215
Au	267.595	242.795
B	249.677	249.772
Ba	233.527	455.403
Cd	228.802	214.440
Co	228.616	238.892
Cu	327.393	324.752
K	766.490	404.721
Mg	285.213	279.077
Ni	231.604	221.648
P	213.617	214.914
Pb	220.353	217.000
Pd	340.458	363.470
Sb	206.836	217.582
Se	196.026	203.985
Si	251.611	212.412
Sn	189.927	235.485
Sr	407.771	421.552
Ti	334.940	336.121
Tl	190.801	276.787

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 각 금속의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 금속의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수 (식 1)}$$

여기서, C_1 : 분석시료의 금속의 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 금속의 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

환산계수 : 금속 화합물 추정치 계산을 위한 환산계수

<참고> ICP-AES 대상물질

고유번호	영문명	Cas no	분자량 (g/mol)	금속 이온	환산 계수
97-1-119	Disodium arsenate heptahydrate	10048-95-0	312.01	As	4.16
97-1-119	Zinc arsenide (ZnAs ₂)	12044-55-2	215.23	As	1.44
97-1-119	Sodium dioxoarsenate	7784-46-5	129.91	As	1.73
97-1-119	Gallium arsenide	1303-00-0	144.65	As	1.93
97-1-119	Calcium arsenate	7778-44-1	398.07	As	2.66
97-1-119	Arsenic sulfides	1303-33-9	246.02	As	1.64
97-1-119	Arsenic	7440-38-2	74.92	As	1
97-1-119 (06-4-59)	Arsenic pentoxide	1303-28-2	229.84	As	1.53
97-1-130	Nickel sulfide	12035-72-2	240.21	Ni	1.36
97-1-130	Nickel monoxide	1313-99-1	74.69	Ni	1.27
97-1-130	Nickel oxide	12035-36-8	90.69	Ni	1.55
97-1-134	sodium selenite pentahydrate	26970-82-1	263.02	Se	3.33
97-1-134	Zinc selenide	1315-09-9	144.35	Se	1.83
97-1-134	Tin selenide (SnSe)	1315-06-6	197.67	Se	2.5
97-1-134	Sodium selenite	10102-18-8	172.95	Se	2.19
97-1-134	Selenium tetrachloride	10026-03-6	220.77	Se	2.8
97-1-134	Selenium dioxide	7446-08-4	110.96	Se	1.41
97-1-134	Selenium	7782-49-2	78.96	Se	1
97-1-134	Selenious acid	7783-00-8	128.97	Se	1.84
97-1-134	Selenic acid disodium salt	13410-01-0	188.94	Se	2.39
97-1-134	Selenic acid	7783-08-6	144.97	Se	1.84
97-1-134	Potassium selenocyanate	3425-46-5	144.08	Se	1.82
97-1-134	Potassium selenate	7790-59-2	221.15	Se	2.8
97-1-134	Cadmium selenide	1306-24-7	191.37	Se	2.42
97-1-162 (06-4-15)	Thallium acetate	563-68-8	263.43	Tl	1.29

고유번호	영문명	Cas no	분자량 (g/mol)	금속 이온	환산 계수
97-1-176	Potassium hexahydroxoantimonate	12208-13-8	262.90	Sb	2.16
97-1-176	Diantimony tris(sulfate)	7446-32-4	531.71	Sb	2.19
97-1-176	Diantimony trioxide	1309-64-4	291.52	Sb	1.2
97-1-176	Antimony triiodide	7790-44-5	502.47	Sb	4.13
97-1-176	Antimony trifluoride	7783-56-4	178.76	Sb	1.47
97-1-176	Antimony trichloride	10025-91-9	228.11	Sb	1.87
97-1-176	Antimony pentachloride	7647-18-9	299.3	Sb	2.46
97-1-176	Aluminium compd. with antimony (1:1)	25152-52-7	148.73	Sb	1.25
97-1-241	Zinc phosphide	1314-84-7	258.12	Zn	1.32
97-1-242 (06-4-23)	Aluminium phosphide	20859-73-8	57.96	Al	2.15
97-1-245 (06-4-26)	Thallium nitrate	10102-45-1	266.39	Tl	1.3
97-1-408 (06-4-53)	Thallium sulfate	7446-18-6	504.83	Tl	1.24
2010-1-609	Nickel sulfate	7786-81-4	154.76	Ni	2.64
2012-1-640	Diboron trioxide	1303-86-2	69.62	B	3.22
2019-1-943	Nickel dihydroxide	12054-48-7	92.71	Ni	1.58
2019-1-944	Nickel bis(sulfamidate)	13770-89-3	250.86	Ni	5.5
2019-1-945	Nickel dichloride	7718-54-9	129.59	Ni	2.21
2019-1-945	Nickel chloride (NiCl ₂), hexahydrate	7791-20-0	237.69	Ni	4.05
2019-1-946	Nitric acid, nickel(2+) salt, hexahydrate	13478-00-7	290.79	Ni	4.95
2019-1-947	Nickel difluoride	10028-18-9	96.69	Ni	1.65
(가)2020-2-033	Titanium tetrachloride	7550-45-0	189.71	Ti	3.96

2. 냉증기-원자흡수분광광도법(CV-AAS)

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 수은을 함유한 금속화합물을 산분해한 후 시료에 환원제(수소화붕소나트륨 용액 또는 이염화주석 용액)를 가하여 금속 수은으로 환원하고 발생된 수은증기를 석영 흡수셀에 통과시켜 253.7 nm의 파장에서 원자흡수분광광도법에 따라 정량하는 방법이다.

[비 고] 본 방법은 물질을 산분해하여 금속이온을 분석함으로써 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 수은(97-1-140)을 함유한 금속화합물 분석에 적용한다.

1.3 대상물질 :

수은질산염수화물 외 10종

1.4 간섭물질

1.4.1 염소이온의 농도가 높은 시료는 양의 오차를 발생시키는데 이는 염소기체가 발생하여 간섭을 일으키는 것으로 판단된다. 이때는 염산하이드록실아민용액을 과잉으로 넣어 유리 염소를 환원시키고 용기 중에 잔류하는 염소는 질소 가스를 통기시켜 추출한다. 표준법, 농축분리법을 사용하여 간섭을 최소화한다.

1.4.2 벤젠, 아세톤 등 휘발성 유기물질도 253.7 nm에서 흡광도를 나타낸다. 이때에는 과망간산칼륨 분해 후 헥산으로 이들 물질을 추출 분리한 다음 시험한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 수은 환원기화 장치

회분식 또는 자동화된 연속 흐름 방식에 의해 시료와 환원용액(수소화붕소나트륨 용액 또는 염화주석(II) 용액)과 반응하여 수은 증기를 발생시키는 장치로서 발생된 수은 증기를 원자흡수분광광도계로 운반하기 위해 불활성기체인 아르곤 또는 질소 가스를 사용한다. 원자흡수분광광도계에 적합한 셀을 갖춘다. 냉증기 발생장치의 운영은 사용 장비의 매뉴얼에 따른다.

2.2 원자흡수분광광도계

원자흡수분광광도계(atomic absorption spectrophotometer)는 일반적으로 광원부, 시료 원자화부, 파장선택부 및 측광부로 구성되어 있으며 단광속형과 복광속형으로 구분된다. 다원소 분석이나 내부표준물질법을 사용할 수 있는 복합 채널형 (multi-channel)도 있다

2.2.1 광원램프

원자흡수분광광도계에 사용하는 광원으로 좁은 선폭과 높은 휘도를 갖는 스펙트럼을 방사하는 속빈음극램프 또는 전극 없는 방전램프이 사용이 가능하며, 단일파장램프가 권장되나 다중파장램프도 사용 가능하다.

2.3 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.4 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.5 마이크로피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

이 시험방법에 사용되는 시약들은 특별히 순도와 등급이 명시된 경우를 제외하고는 산의 경우 금속 시험용 또는 반도체용을 사용하여야 하며, 다른 시약의 경우는 특급 (GR 또는 ACS 등급)이상을 사용한다.

3.1.1 황산 (Sulfuric acid, H_2SO_4 , (96 ~ 98) %)

3.1.2 질산 (Nitric acid, HNO_3 , (69 ~ 71) %)

3.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl , (36.5 ~ 38) %)

3.1.4 과망간산칼륨 (Potassium permanganate, $KMnO_4$)

3.1.5 과망간산칼륨 용액 5 %

과망간산칼륨(1.4.1.4) 5 g을 정제수에 녹여 100 mL로 하고 여과한다.(이 용액은 수은이온 안정제로서 시료 용액 50 mL당 5 % 과망간산칼륨을 10 uL 첨가한다.)

3.1.6 염화하이드록시암모늄 (Hydroxylamine hydrochloride, $NH_2OH \cdot HCl$)

3.1.7 염화하이드록시암모늄 용액 10 %

염화하이드록시암모늄(1.4.1.6) 10 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

3.1.8 수산화나트륨(Sodium hydroxide, NaOH)

3.1.9 수산화붕소나트륨(Sodium hydroxide, NaBH₄)

3.1.10 염화주석(II)·2수화물 (Tin(II)chloride dihydride, SnCl₂·H₂O)

3.1.11 염화주석(III)용액

100 mL 부피플라스크에 염화주석(II)·2수화물 (1.4.1.10) 10 g에 황산(1 + 20) 60 mL를 넣어 섞으면서 가열하여 녹이고 냉각시킨 다음 정제수를 넣어 100 mL로 한다. 사용하는 냉증기 발생장치의 매뉴얼에 따라 농도를 다르게 할 수 있으며, 이 시약은 사용 시 매일 제조하여야 한다.

3.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.1 수은 표준물질 (10 mg/L)

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 마이크로파분해

4.1.1.1 PFA 또는 TFM 재질의 마이크로파 분해용기에 잘 혼합된 시료를 약 0.2 g(시료의 재형에 따라 0.1 ~ 0.3 g정도를 선택적으로 채취)을 1 mg 단위까지 정확히 달아 넣는다.

4.1.1.2 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흡후드 내에서 방치한다.

[비고] 염산과 과산화수소의 혼산을 선택적으로 첨가가 가능하며, 분해되지 않거나 시료에 실리카 또는 타이타늄이 함유되어 있을 경우 플루오르화수소산(HF)을 추가적으로 0.5 mL를 넣는다.

4.1.1.3 시료와 산류의 반응이 완료되면 밀폐형 분해용기의 뚜껑을 닫고 분해 장치를 조립한 후 마이크로파 분해 장치에 장착한다.

4.1.1.4 마이크로파 분해 장치를 사용하여 미리 제시된 온도프로그램에 따라 마이크로파 오븐을 조작하고 시료를 최대한 맑은 용액이 되도록 분해한다.

4.1.1.5 분해가 끝난 후 충분히 냉각시킨 후 용기 내에 남아 있는 산 가스를 제거한다.

4.1.1.6 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해 용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

4.1.1.7 플루오르화수소산(HF)을 사용한 경우 냉각된 시료를 저밀도 폴리에틸렌(Low density polyethylene, LDPE) 또는 PFA 재질의 부피플라스크로 옮긴다.

[비고] 이 경우 시료주입장치를 손상시킬 수 있으므로 플루오르화수소산(HF)에 견딜 수 있는 재질의 시료주입장치를 사용하여야 한다.

4.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 100 mL 부피 플라스크에 단계별로 취하여 (0.004 ~ 0.025) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한 다음 5 % 과망간산칼륨 용액을 100 uL 넣고 정제수로 표선을 맞춘 후 검정곡선용 표준용액으로 사용한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 금속의 농도(mg/L)를 가로축(x 축)에, 각 금속의 측정값을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

4.3 측정법

4.3.1 냉증기 발생장치의 사용 매뉴얼에 따라 전처리된 시료를 황산 산성조건에서 환원제와 반응시켜 발생된 수은 증기의 흡광도를 253.7 nm의 파장에서 측정한다.

4.3.2 시료에서 측정된 수은의 측정값을 검정곡선의 y 값에 대입하여 농도(mg/L)를 계산한다. 시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 각 금속의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 금속의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수 (식 1)}$$

여기서, C_1 : 분석시료의 수은의 농도(mg/L)

C_0 : 바탕시료의 수은의 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

환산계수 : 금속 화합물 추정치 계산을 위한 환산계수

<참고> CV-AAS 대상물질

고유번호	영문명	Cas no	분자량 (g/mol)	금속 이온	환산 계수
97-1-140	Mercury nitrate monohydrate	7783-34-8	342.62	Hg	1.72
97-1-140	Mercuric thiocyanate	592-85-8	316.79	Hg	1.58
97-1-140	Mercury sulfate	7783-35-9	296.65	Hg	1.48
97-1-140	Mercuric monooxide	21908-53- 2	216.59	Hg	1.08
97-1-140	Mercury diiodide	7774-29-0	454.4	Hg	2.27
97-1-140	Mercury dichloride	7487-94-7	271.52	Hg	1.35
97-1-140	Mercury dibromide	7789-47-1	360.40	Hg	1.8
97-1-140	Mercury	7439-97-6	200.59	Hg	1
97-1-140	Mercuric acetate	1600-27-7	318.7	Hg	1.59
97-1-140	Dipotassium tetraiodomercurate	7783-33-7	786.4	Hg	3.92
97-1-140	Dimercury dichloride	10112-91- 1	472.09	Hg	1.18

3. 흡광광도법(UV/VS)

가. Cyanide류

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 시안화합물(97-1-90)을 함유한 시안화아연, 시안화구리 등의 금속화합물을 pH 2 이하의 산성에서 EDTA를 넣고 가열 증류하여 시안화물 및 시안착화합물을 시안화수소로 유출시키고 수산화나트륨용액에 포집한 다음 중화하고 클로라민 T와 피리딘 파라졸론 혼합액을 넣어 나타내는 청색을 620 nm에서 측정하는 방법이다.

[비 고] 본 방법은 시료를 추출하여 금속이온을 분석함으로써 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 시안화합물(97-1-90)을 함유한 시안화아연, 시안화구리 등 금속화합물 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

나트륨시아노보로하이드라이드 외 11종

2) 분석기기 및 기구

2.1 자외선/가시선 분광광도계

2.1.1 자외선/가시선 분광광도계(UV/VIS)는 광원부, 파장선택부, 시료부 및 측광부로 구성되어 있고 빛 경로길이가 1 cm 이상 되며, 620 nm의 파장에서 흡광도의 측정이 가능하여야 한다.

2.2 흡수셀

2.2.1 시료액의 흡수파장이 약 370 nm이상일 때는 석영 또는 경질유리 흡수셀을 사용하고 약 370 nm이하 일 때는 석영 흡수셀을 사용한다.

2.2.2 따로 흡수셀의 길이를 지정하지 않았을 때는 10 mm셀을 사용한다.

2.2.3 흡수셀에는 시험용액으로 흡수셀을 씻은 다음 셀의 약 80 %까지 넣고 외면이 젖어 있을 때는 깨끗이 닦는다. 필요하다면(휘발성 용매를 사용할 때와 같은 경우)흡수셀에 마개를 하고 흡수셀에 방향성이 있을 때는 항상 방향을 일정하게 하여 사용한다.

2.3 시안증류장치

2.4 pH 측정기

pH 범위는 0 ~ 14, 정확도 ± 0.03 의 성능을 갖춘 장비를 사용한다.

2.5 유리기구

250 mL, 500 mL, 1,000 mL 등을 용도에 맞게 사용하며, KS L ISO 1042의 규격에 맞는 내열 및 내산, 내알칼리성을 가진 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌 (polytetrafluoroethylene, PTFE)제품을 용도에 맞게 사용한다.

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

이 시험방법에 사용되는 시약들은 특별히 순도와 등급이 명시된 경우를 제외하고는 산의 경우 금속 시험용 또는 반도체용을 사용하여야 하며, 다른 시약의 경우는 특급 (GR 또는 ACS 등급)이상을 사용한다.

3.1.1 페놀프탈레인 (Phenolphthalein, $C_{20}H_{14}O_4$)

3.1.2 페놀프탈레인 0.5 % 용액

페놀프탈레인 0.5 g을 에틸알코올 50 mL에 녹이고 정제수를 넣어 100 mL로 한 후 이 용액이 홍색을 나타낼 때까지 수산화나트륨용액을 넣는다.

3.1.3 에틸알코올 (Ethanol, C_2H_5OH)

3.1.4 인산(Phosphoric acid, H_3PO_4)

3.1.5 수산화나트륨 (Sodium hydroxide, NaOH)

3.1.6 수산화나트륨 2 % 용액

수산화나트륨 20.0 g을 정제수에 녹여 1 L로 한 다음 폴리에틸렌 병에 넣어 보관한다.

3.1.7 슬퍼민산암모늄 (Ammonium sulfamate, $NH_4SO_3NH_2$)

3.1.8 슬퍼민산암모늄 10 % 용액

슬퍼민산암모늄 10 g을 정제수 100 mL에 녹인다.

3.1.9 에틸렌디아민 4아세트산 2나트륨 · 2수화물 (Ethylenediaminetetraacetic acid disodium salt dihydrate $C_{10}H_{14}O_8Na_2 \cdot 2H_2O$)

3.1.10 에틸렌디아민테트라아세트산나트륨용액 (EDTA용액)

에틸렌디아민 4아세트산 2나트륨 · 2수화물 10 g을 정제수에 넣어 녹이고 0.4 % 수산화나트륨 용액으로 약알칼리성으로 하여 정제수를 넣어 100 mL 로한다.

3.1.11 클로로포름 (Chloroform, $CHCl_3$)

3.1.12 아세트산아연 (2수화물) (Zinc acetate dihydrate, $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$)

3.1.13 아세트산아연 용액 10 %

아세트산아연(2수화물) 100 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

3.1.14 아세트산 (Glacial acetic acid, CH₃COOH)

3.1.15 무수인산일수소나트륨(Disodium hydrogen Phosphate, Na₂HPO₄)

3.1.16 인산이수소칼륨(Potassium dihydrogen Phosphate, K₂HPO₄)

3.1.17 인산염완충용액 pH 6.8

인산이수소칼륨 34.0 g과 무수인산일수나트륨 35.5 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

3.1.18 클로라민 T(3수화물)(chloramine-T trihydrate, C₇H₇ClNNaO₂S · 3H₂O)

클로라민 T(3수화물)은 변질되기 쉬우므로 냉장보관한다.

3.1.19 클로라민 T용액 1 %

클로라민 T(3수화물) 1.25 g을 정제수에 녹여 100 mL 로 한다.

3.1.20 1-페닐-3메틸-5-피라졸론(1-phenyl-3-methyl-5-pyrazolone, C₁₀H₁₀N₂O)

3.1.21 피리딘(pyridine, C₅H₅N)

3.1.22 피리딘피라졸론혼액

1-페닐-3메틸-5-피라졸론 0.25 g을 75 °C로 가열한 정제수 100 mL에 녹이고, 실온으로 식힌 다음 비스(1-페닐-3-메틸-5-피라졸론)0.02 g을 피리딘 20 mL 에 녹인 용액을 넣어 섞는다.

3.1.23 p-디메틸아미노벤지리덴로다닌 ((CH₃)₂NC₆H₄CH:CSCSNHCO)

3.1.24 p-디메틸아미노벤지리덴로다닌 용액

p-디메틸아미노벤지리덴로다닌 0.02 g을 아세톤에 녹여 100 mL로 한다.

3.1.25 아세톤 (Acetone, (CH₃)₂CO)

3.1.16 정제수

3.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질 생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용한다.

3.2.1 시안 표준물질 (1,000 mg/L)

3.2.2 시안 표준물질 (10 mg/L)

시안 표준물질(1,000 mg/L)의 10.0 mg을 정확히 취하여 2 % 수산화나트륨 용액 100 mL 와 물을 넣어 정확히 1,000 mL 로 한 다음, 이 용액 10 mL를 정확히 취하여 정제수를 넣어 100 mL로 한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 증류 추출

4.1.1.1 시료 2.5 g을 정확히 달아 500 mL용량의 증류플라스크에 넣고 정제수를 넣어 약 250mL로 한다.

4.1.1.2 지시약으로 페놀프탈레인 · 에틸알코올용액(0.5 %) 2 방울 ~ 3 방울을 넣고 인산 또는 2 % 수산화나트륨용액을 사용하여 중화하고 시안증류장치를 조립한다.

4.1.1.3 주입깔때기를 통하여 설파민산암모늄용액 (10 %) 1 mL와 인산 10 mL 및 에틸렌디아민테트라아세트산나트륨용액 10 mL를 넣고 수 분간 방치한다.

4.1.1.4 증류플라스크를 가열하여 매분 2 ~ 3 mL 의 유출속도로 증류한다. 수기는 미리 2 % 수산화나트륨 용액 20 mL 를 넣어둔 마개 있는 100 mL 메스실린더를 사용하며 수기중의 액량이 90 mL가 되었을 때 증류를 끝내고, 냉각기를 떼어내어 냉각기의 안쪽을 소량의 정제수로 씻은 후 정제수를 넣어 정확히 100 mL 로 한다.

4.1.1.5 전처리한 시료 20 mL를 정확히 취하여 50 mL 부피플라스크에 넣고 지시약으로 페놀프탈레인 · 에틸알코올용액(0.5 %) 1방울을 넣어 조심하여 흔들며 주면서 용액의 적색이 없어질 때까지 아세트산(1 + 8)을 넣는다.

4.1.1.6 인산염완충용액 (pH6.8) 10 mL, 클로라민 T용액(1 %) 0.25 mL를 넣고 마개를 막아 조심하여 섞는다. 약 5분간 방치 후, 피리딘 · 피라졸론혼합액 15 mL를 넣고 정제수를 넣어 표선을 채운 다음 조심하여 섞고 25 °C의 수욕조에서 30분간 방치한다.

4.1.1.7 이 용액의 일부를 층장 10 mm 흡수셀에 옮겨 시료용액으로 한다. 따로 정제수 20 mL를 취하여 시료의 시험 기준에 따라 시험하여 바탕시험액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 시안 표준용액(1.0 mg/L)을 (0 ~ 20) mL를 취하여 100 mL부피 플라스크에 넣어 정제수로 표선까지 채운다. 검정곡선용 표준용액의 농도의 범위는 0.004 ~ 0.1 mg/L 가 되도록 제조한다.

4.2.2 이하 4.1.1.5 ~ 4.1.1.7 과 같은 방법으로 측정하여 금속의 농도와 측정값으로부터 검정곡선을 작성한다.

4.2.3 시안의 농도(mg/L)를 가로축(x 축)에, 흡광도를 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

4.3 측정법

4.3.1 전처리 및 발색과정을 거친 시험용액은 자외선 분광광도계를 이용하여 620 nm의 파장에서 측정한다.

4.3.2 시료에서 측정한 시안의 측정값을 검정곡선의 y 값에 대입하여 농도(mg/L)를 계산한다. 시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 시안의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 시안의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 시안의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{농축배수} \times \text{환산계수} \quad (\text{식 1})$$

여기서, C_1 : 분석시료의 시안의 농도(mg/L)

C_0 : 바탕시료의 시안의 농도(mg/L)

f : 희석 배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료 용액의 부피(mL)

W_d : 제품 시료의 무게(g)

환산계수 : 금속 화합물 추정치 계산을 위한 환산계수

농축배수 : 5

<참고> UV/VIS(Cyanide류) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no	분자량 (g/mol)	금속 이온	환산 계수
97-1-90	Sodium cyanotrihydroborate	25895-60-7	62.84	CN ⁻	2.41
97-1-90	Zinc cyanide	557-21-1	117.44	CN ⁻	2.26
97-1-90	Tripotassium hexacyanocobaltate	13963-58-1	332.33	CN ⁻	2.13
97-1-90	Sodium dicyanoaurate	15280-09-8	271.99	CN ⁻	5.23
97-1-90	Sodium cyanide	143-33-9	49.01	CN ⁻	1.88
97-1-90	Silver cyanide	506-64-9	133.89	CN ⁻	5.15
97-1-90	Potassium dicyanoaurate	13967-50-5	288.1	CN ⁻	5.54
97-1-90	Potassium dicyanoargentate	506-61-6	199.00	CN ⁻	3.82
97-1-90	Potassium cyanide	151-50-8	65.12	CN ⁻	2.5
97-1-90	Gold monocyanoide	506-65-0	222.98	CN ⁻	8.57
97-1-90	Dipotassium tetracyanonickelate	14220-17-8	240.96	CN ⁻	2.49
97-1-90	Copper cyanide	544-92-3	89.56	CN ⁻	3.44

나. Chromate류

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 6가 크롬(97-1-94, 97-1-271, 99-1-506)을 함유한 크롬산 스트론튬, 크롬산칼륨, 중크롬산칼륨 등 금속화합물을 알칼리 분해하여 시료용액에 함유된 6가 크롬과 다이페닐카바자이드가 반응하여 생성된 적자색의 착화합물을 흡광도를 540 nm에서 정량하는 방법이다.

[비 고] 본 방법은 시료를 알칼리 분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 6가 크롬(97-1-94, 97-1-271, 99-1-506)을 함유한 크롬산스트론튬, 크롬산칼륨, 중크롬산칼륨 등 금속화합물 분석에 적용한다.

1.3 간섭물질

1.3.1 시료 중에 잔류염소가 공존하면 발색을 방해한다. 이때는 시료에 수산화나트륨 용액 (20 %)을 넣어 pH 12 정도로 조절한 다음 입상 활성탄을 10 %정도 되게 넣고 자석교반기로 약 30분간 교반하여 여과한 액을 시료로 사용한다.

1.3.2 시료 중 철이 2.5 mg이하로 공존할 경우에는 다이페닐카바자이드 용액을 넣기 전에 5 % 피로인산나트륨-10수화물용액 2 mL를 넣어 주면 영향이 없다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 자외선/가시선 분광광도계

2.1.1 자외선/가시선 분광광도계는 광원부, 파장선택부, 시료부 및 측광부로 구성되고 광원부에서 측광부까지의 광학계에는 측정목적에 따라 여러 가지 형식이 있다.

2.1.2 광원부의 광원으로 가시부와 근적외부의 광원으로는 주로 텅스텐램프를 사용하고 자외부의 광원으로는 주로 중수소 방정관을 사용한다.

2.2 흡수셀

2.2.1 시료액의 흡수파장이 약 370 nm이상일 때는 석영 또는 경질유리 흡수셀을 사용하고 약 370 nm이하 일 때는 석영 흡수셀을 사용한다.

2.2.2 따로 흡수셀의 길이를 지정하지 않았을 때는 10 mm셀을 사용한다.

2.2.3 흡수셀에는 시험용액으로 흡수셀을 씻은 다음 셀의 약 80 %까지 넣고 외면이 젖어 있을 때는 깨끗이 닦는다. 필요하다면(휘발성 용매를 사용할 때와 같은 경우)흡수셀에 마개를 하고 흡수셀에 방향성이 있을 때는 항상 방향을 일정하게 하여 사용한다.

2.3 가열교반장치

분해용액이 (90 ~ 95) °C에서 유지될 수 있고 연속 자동 교반 능력이 있는 장치를 사용한다.

2.4 pH 측정기

pH 범위는 0 ~ 14, 정확도 ± 0.03 의 성능을 갖춘 장비를 사용한다.

2.5 유리기구

250 mL, 500 mL, 1,000 mL 등을 용도에 맞게 사용하며, KS L ISO 1042의 규격에 맞는 내열 및 내산, 내알칼리성을 가진 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌 (polytetrafluoroethylene, PTFE)제품을 용도에 맞게 사용한다.

2.6 코니칼 비커

2.7 거름종이

0.45 μm 직경의 셀룰로오스 또는 폴리카보네이트 막 거름종이

2.8 시계접시

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

이 시험방법에 사용되는 시약들은 특별히 순도와 등급이 명시된 경우를 제외하고는 산의 경우 금속 시험용 또는 반도체용을 사용하여야 하며, 다른 시약의 경우는 특급 (GR 또는 ACS 등급)이상을 사용한다.

3.1.1 질산 (Nitric acid, HNO_3 , (69 ~ 71) %)

3.1.2 탄산나트륨 (Sodium carbonate, Na_2CO_3)

3.1.3 수산화나트륨 (Sodium hydroxide, NaOH)

3.1.4 무수 염화마그네슘 (Magnesium chloride anhydrous, MgCl_2)

3.1.5 인산수소칼륨 (potassium monohydrogen phosphate, K_2HPO_4)

3.1.6 인산이수소칼륨 (Potassium dihydrogen phosphate, KH_2PO_4)

3.1.7 인산염 완충용액 pH 7

1 M 인산수소칼륨 용액 61.5 mL와 1 M 인산이수소칼륨 38.5 mL를 혼합하여 제조한다. pH측정기를 이용하여 제조된 완충용액의 pH가 7.0 ± 0.1 이어야 한다.

3.1.7.1 인산수소칼륨 용액 1 M

인산수소칼륨 87.09 g을 정확히 달아 정제수에 녹이고 500 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

3.1.7.2 인산이수소칼륨 용액 1 M

인산이수소칼륨 68.04 g을 정확히 달아 정제수에 녹이고 500 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

3.1.8 황산 (Sulfuric acid, H_2SO_4 , (96 ~ 98) %)

3.1.9 알칼리 분해용액

1 L 부피플라스크에 수산화나트륨 20 g과 탄산나트륨 30 g을 달아 넣고 정제수를 넣어 용해시킨 다음 정제수로 표선을 맞추어 조제한다. 이 용액은 밀봉 가능한 폴리에틸렌 용기에 넣어 상온에서 보관하며 매달 새로 조제한다. 사용 전에 pH를 측정하여야 하며, pH는 11.5 미만이어야 한다. 그렇지 않은 경우 새로 조제한다.

3.1.10 다이페닐카바자이드 (Diphenylcarbazide, $C_{16}H_{14}N_4O$)

3.1.11 다이페닐카바자이드 용액 0.5 %

다이페닐카바자이드 0.25 g을 아세톤 50 mL에 녹여 조제 후 갈색병에 보관한다. 조제 후 색이 변하면 사용하지 않는다.

3.1.12 중크롬산칼륨 (Potassium dichromate, $K_2Cr_2O_7$)

3.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질 생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용한다.

3.2.1 6가 크로뮴 표준물질 (1,000 mg/L)

3.2.2 6가 크로뮴 표준물질 (100 mg/L)

6가 크로뮴 표준물질(1,000 mg/L) 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 취한 후 정제수로 표선까지 정확히 맞춘다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 알칼리 분해

4.1.1.1 시료 2.5 g을 정확히 달아 250 mL용량의 비커 또는 코니컬 비커에 담는다.

4.1.1.2 각각의 시료에 알칼리 분해용액 50 mL를 넣어준 후 염화마그네슘 0.4 g과 인산염 완충액 0.5 mL를 첨가한다.

4.1.1.3 비커에 시계접시 또는 플라스틱 덮개를 덮고, 90 ~ 95 °C를 유지하면서 1시간 동안 교반한다.

4.1.1.4 필터로 여과한 후, 여과한 시료를 (1 + 9)질산 용액을 사용하여 pH를 7.5 ± 0.5 로 맞춘 후 100 mL 부피플라스크에 옮기고 용액의 부피가 90 ~ 95 mL가 되도록 정제수를 가한 후 잘 혼합한다.

4.1.1.5 10 % 황산을 이용하여 pH를 2.0 ± 0.5 로 맞춘다. 필요시에는 필터로 여과하고, 색이 있는 경우 C18 카트리지를 사용하여 여과한다.

4.1.1.6 위 용액에 다이페닐카바자이드 용액 2 mL를 넣고 정제수로 표선을 맞춘 다음 몇 번 뒤집어 섞은 후 5분 ~ 10분간 방치하여 발색시킨다.

4.1.1.7 발색시킨 용액 적당량을 셀로 취한 후 540 nm에서 흡광도를 측정한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 6가 크로뮴 표준용액(100 mg/L)을 0 ~ 2 mL를 취하여 100 mL부피 플라스크에 넣어 용액의 부피가 90 ~ 95 mL가 되도록 정제수를 가한 후 10 % 황산 (1 ~ 2) 방울을 가하여 용액의 액성이 산성이 되도록 한다. 용액에 다이페닐카바자이드 용액 2 mL를 넣고 정제수로 표선을 맞춘 다음 몇 번 뒤집어 섞은 후 5분 ~ 10분간 방치하여 발색시킨다.

검정곡선용 표준용액은 정량한계 이상 농도를 3개 이상 포함되도록 제조하며, 검정곡선용 표준용액의 농도의 범위는 0.1 ~ 2 mg/L 가 되도록 제조한다.

4.2.2 이하 4.1.1.4 ~ 4.1.1.7의 과정으로 흡광도를 측정하여 금속의 농도와 측정값으로부터 검정곡선을 작성한다.

4.2.3 6가 크로뮴의 농도(mg/L)를 가로축(x 축)에, 흡광도를 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

4.3 측정법

4.3.1 전처리 및 발색과정을 거친 시험용액은 자외선 분광광도계를 이용하여 540 nm의 파장에서 측정한다.

4.3.2 시료에서 측정한 6가 크로뮴의 측정값을 검정곡선의 y 값에 대입하여 농도(mg/L)를 계산한다.

시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

5) 결과 보고

5.1 계산

검정곡선에서 얻어진 6가 크로뮴의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 6가 크로뮴의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 6가 크로뮴의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수 (식 1)}$$

여기서, C_1 : 분석시료의 6가 크로뮴의 농도(mg/L)

C_0 : 바탕시료의 6가 크로뮴의 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

환산계수 : 금속 화합물 추정치 계산을 위한 환산계수

<참고> UV/VIS(Chromate류) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no	분자량 (g/mol)	금속 이온	환산 계수
97-1-94 (06-5-10)	Chromic anhydride	1333-82-0	99.99	Cr ⁶⁺	1.92
97-1-271 (06-5-10)	Sodium chromate tetrahydrate	10034-82-9	234.03	Cr ⁶⁺	4.5
97-1-271 (06-5-10)	Zinc chromate	13530-65-9	181.40	Cr ⁶⁺	3.49
97-1-271 (06-5-10)	Strontium chromate	7789-06-2	203.61	Cr ⁶⁺	3.92
97-1-271 (06-5-10)	Sodium chromate	7775-11-3	161.97	Cr ⁶⁺	3.12
97-1-271 (06-5-10)	Potassium chromate	7789-00-6	194.19	Cr ⁶⁺	3.73
97-1-271 (06-5-10)	Lead chromate	7758-97-6	323.19	Cr ⁶⁺	6.22
97-1-271 (06-5-10)	Calcium chromate	13765-19-0	156.07	Cr ⁶⁺	3
97-1-271 (06-5-10)	Barium chromate	10294-40-3	253.37	Cr ⁶⁺	4.87
97-1-271 (06-5-10)	Ammonium chromate	7788-98-9	152.07	Cr ⁶⁺	2.92
99-1-506 (06-5-10)	Potassium dichromate	7778-50-9	294.19	Cr ⁶⁺	2.83
99-1-506 (06-5-10)	Ammonium dichromate	7789-09-5	252.07	Cr ⁶⁺	2.42
99-1-506 (06-5-10)	Sodium dichromate dihydrate	7789-12-0	298	Cr ⁶⁺	2.87

4. 이온크로마토그래프법(IC)

가. Sodium chlorate 외 3종

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 염소산염, 초산염, 폼산염 등 음이온을 함유한 화합물을 적절한 용매를 이용하여 추출하여 고체 미립자를 제거 한 후 음이온 교환 컬럼에 통과시켜 각 음이온들을 분리한 후 전기전도도 검출기로 측정하는 방법이다.

[비 고] 본 방법은 물질을 적절한 용매로 추출하여 이온을 분석함으로써, 금속화합물 분석시 이온으로 산출된 최종 금속화합물 추정치를 확인하기 위한 확인시험법으로 적용될 수 있다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 염소산염, 초산염, 폼산염 등 음이온을 함유한 화합물 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

염소산나트륨 외 3종

1.4 간섭물질

1.4.1 머무름 시간이 같은 물질이 존재할 경우, 컬럼 교체, 시료희석 또는 용리액 조성을 바꾸어 방해를 줄일 수 있다.

1.4.2 정제수, 유리기구 및 기타 시료 주입 공정의 오염으로 베이스라인이 올라가 분석 대상물질에 대한 양(+)의 오차를 만들거나 검출한계가 높아질 수 있다.

1.4.3 0.45 μm 이상의 입자를 포함하는 시료 또는 0.20 μm 이상의 입자를 포함하는 시약을 사용할 경우 반드시 여과하여 컬럼과 흐름 시스템의 손상을 방지해야 한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 이온크로마토그래프

일반적으로 이온크로마토그래프의 기본구성은 용리액조, 시료 주입부, 펌프, 분리컬럼, 검출기 및 기록계로 되어 있으며, 장치의 제조회사에 따라 분리컬럼의 보호 및 분석감도

를 높이기 위하여 분리컬럼 전후에 보호컬럼 및 제거장치(억제기)를 부착한 것도 있다.

2.1.1 검출기

분석목적 및 성분에 따라 전기전도도 검출기, 전기화학적 검출기 및 광학적 검출기 등이 있으나 일반적으로 음이온 분석에는 전기전도도 검출기를 사용한다.

2.1.2 분리컬럼

유리 또는 에폭시 수지로 만든 관에 이온교환체를 충전시킨 것으로 다음과 같은 것이 있다.

2.1.2.1 억제기형

폴리스틸렌계 페리큐라형 음이온 교환수지(10 ~ 15 μm)를 컬럼에 충전시킨 것으로서 안지름 3 ~ 5 mm, 길이 5 ~ 30 mm이다.

2.1.2.2 비억제기형

폴리스틸렌계 페리큐라형 음이온 교환수지(10 ~ 15 μm), 폴리아크릴계 표면다공성 음이온 교환수지(10 ~ 12.5 μm) 또는 실리카겔 전다공성형 음이온 교환수지(6 μm)를 컬럼에 충전시킨 것으로서 안지름 4 ~ 6 mm, 길이 5 ~ 10 cm 이다.

2.1.3 시료 주입부

일반적으로 미량의 시료를 사용하기 때문에 루프-밸브에 의한 주입방식이 많이 이용되며 시료주입량은 보통 10 ~ 100 μL 이다.

2.1.4 제거장치(억제기)

분리컬럼으로부터 용리된 각 성분이 검출기에 들어가기 전에 용리액 자체의 전도도를 감소시키고 목적성분의 전도도를 증가시켜 높은 감도로 음이온을 분석하기 위한 장치이다. 고용량의 양이온 교환수지를 충전시킨 컬럼형과 양이온 교환막으로 된 격막형이 있다.

2.1.5 펌프

분리 컬럼 중의 이온교환체의 입자는 약 10 μm 이하의 매우 작은 입자로서 용리액 및 시료를 고압 하에서 전개시키지 않으면 요구되는 유속을 얻기가 어렵다. 따라서 펌프는 150 ~ 350 kg/cm^2 압력에서 사용될 수 있어야 하며 시간차에 따른 압력차가 크게 발생하여서는 안 된다.

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 억제기용 재생액(0.05 M H_2SO_4)

황산 (sulfuric acid, H_2SO_4) 2.8 mL를 정제수에 넣어 4 L로 한다. 격막형의 화학적 억제기를 사용할 경우 이와 같은 재생액을 사용할 수 있으며, 격막형의 전기적 억제기, 컬럼형 억제기를 사용할 경우에는 필요하지 않는다.

3.1.2 용리액

3.1.2.1 역제기형 (0.003 M NaHCO₃ ~ 0.0024 M Na₂CO₃)

탄산수소나트륨 (sodium bicarbonate, NaHCO₃) 1.008 g과 탄산나트륨 (sodium carbonate, Na₂CO₃) 1.0175 g을 정제수에 녹여 4 L로 한다.

3.1.2.2 비역제기형(0.0013 M 글루콘산 ~ 0.0013 M Na₂B₄O₇)

글루콘산 (gluconic acid, C₆H₁₂O₇) 1.02 g과 붕산나트륨 (sodium boric acid, Na₂B₄O₇) 1.0466 g을 정제수에 녹여 4 L로 한다.

3.2 표준용액

3.2.1 표준원액(1,000 mg/L)

각 음이온 표준원액은 단일 음이온 및 혼합 음이온 용액은 적절한 사양으로 시판되는 용액을 사용할 수 있다. 이러한 용액은 수개월간 안정적이다.

3.2.2 표준용액

각 이온의 표준원액을 정제수로 희석하여 사용하며 기기의 분석감도에 따라 적당한 농도로 혼합 조제한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 0.1 g을 정밀하게 달아 100 mL 부피플라스크에 넣고 0.3 % 과산화수소로 표선까지 채운 후 섞이도록 한다. 필요시 시료량을 조정할 수 있다.

4.1.2 시료용액을 0.45 μm 멤브레인 필터 등으로 여과한 후, 이를 시험용액으로 한다.

[비고] 시료가 고상, 반고상 시료의 경우 시료 약 1 g을 정밀하게 달아 200 mL 플라스크에 넣은 후, 정제수 약 50 mL를 넣어 2시간 동안 용출시킨다. 이 후 용출액을 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과하여 100 mL 부피플라스크에 모은 후 정제수로 표선을 채워 이를 시험용액으로 한다.

4.2 측정법

4.2.1 이온크로마토그래프의 전체 시스템을 작동시켜 유속을 1 ~ 3 mL/min 으로 고정시킨 다음 용리액 및 기기 기종에 따라 제거장치 재생 액을 흘려 보내면서 펌프의 압력 및 검출기의 전도도가 일정하게 유지될 때까지 기다린다.

4.2.2 펌프의 압력이 일정하게 유지되고 용리액의 전도도 및 기록계의 기준선이 안정화되면 표준용액 및 시료를 각각 주입하여 크로마토그램을 작성하고 각 음이온의 유지시간을 확인한다.

4.3 검정곡선의 작성

4.3.1 음이온 표준물질을 4개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (0.2 ~ 10) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 각각의 크로마토그램을 작성하고 그 결과로부터 각 농도와 피크 높이 또는 면적에 대한 검정곡선을 작성하고 직선성(결정계수)을 확인한다.

4.3.2 전처리한 시료를 이온크로마토그래프에 주입하여 검정곡선 작성 시와 같은 기기 조건하에서 크로마토그램을 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 추출액의 농도(mg/L)를 산출한다.

[주 1] 용리액의 조성 및 농도는 기기제조 회사 또는 분리컬럼의 종류 등에 따라 달라질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

[주 2] 억제기형의 경우 시료 중에 저급 유기산이 존재하면 음이온의 정량분석을 방해할 수 있다.

< 이온크로마토그래프 분석 조건 >

Model	Thermo Aqion RF Ion Chromatography system(Thermo)
Column	분석컬럼 : AS18 4 × 250 mm 가드컬럼 : AG18 4 × 50 mm
Suppressor	ADRS 600, 4 mm
Supressor current	57 mA
Eluent	23 mM Hydroxide

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 이온의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 함량(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수 (식 1)}$$

여기서, C_1 : 검정곡선에서 얻어진 분석시료의 이온 농도(mg/L)

C_0 : 검정곡선에서 얻어진 방법바탕시료의 이온 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

환산계수 : 화합물 추정치 계산을 위한 환산계수

<참고> IC(Sodium chlorate 외 3종) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no	분자량 (g/mol)	음이온	환산 계수
97-1-198	Sodium chlorate	7775-09-9	106.44	ClO_3^-	1.26
97-1-198	Potassium chlorate	3811-04-9	122.55	ClO_3^-	1.45
2017-1-766	Palladium(II)acetate	3375-31-3	244.5	CH_3COO^-	1.87
2018-1-853	Nickel diformate	3349-06-2	148.73	CHO_2^-	1.93

나. Bromine

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 브로민의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 이온크로마토그래피법으로 시료 중 브로민을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 브로민 화합물 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

브로민

1.4 간섭물질

1.4.1 머무름 시간이 같은 물질이 존재할 경우, 컬럼 교체, 시료희석 또는 용리액 조성을 바꾸어 방해를 줄일 수 있다.

1.4.2 정제수, 유리기구 및 기타 시료 주입 공정의 오염으로 베이스라인이 올라가 분석 대상물질에 대한 양(+)의 오차를 만들거나 검출한계가 높아질 수 있다.

1.4.3 0.45 μm 이상의 입자를 포함하는 시료 또는 0.20 μm 이상의 입자를 포함하는 시약을 사용할 경우 반드시 여과하여 컬럼과 흐름 시스템의 손상을 방지해야 한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 이온크로마토그래프

일반적으로 이온크로마토그래프의 기본구성은 용리액조, 시료 주입부, 펌프, 분리컬럼, 검출기 및 기록계로 되어 있으며, 장치의 제조회사에 따라 분리컬럼의 보호 및 분석감도를 높이기 위하여 분리컬럼 전후에 보호컬럼 및 제거장치(억제기)를 부착한 것도 있다.

2.1.1 검출기

분석목적 및 성분에 따라 전기전도도 검출기, 전기화학적 검출기 및 광학적 검출기 등이 있으나 일반적으로 음이온 분석에는 전기전도도 검출기를 사용한다.

2.1.2 분리컬럼

유리 또는 에폭시 수지로 만든 관에 이온교환체를 충전시킨 것으로 다음과 같은 것이 있다.

2.1.2.1 억제기형

폴리스틸렌계 페리큐라형 음이온 교환수지(10 ~ 15 μm)를 컬럼에 충전시킨 것으로서

안지름 3 ~ 5 mm, 길이 5 ~ 30 mm이다.

2.1.2.2 비억제기형

폴리스틸렌계 페리큐라형 음이온 교환수지(10 ~ 15 μm), 폴리아크릴계 표면다공성 음이온 교환수지(10 ~ 12.5 μm) 또는 실리카겔 전다공성형 음이온 교환수지(6 μm)를 컬럼에 충전시킨 것으로서 안지름 4 ~ 6 mm, 길이 5 ~ 10 cm 이다.

2.1.3 시료 주입부

일반적으로 미량의 시료를 사용하기 때문에 루프-밸브에 의한 주입방식이 많이 이용되며 시료주입량은 보통 10 ~ 100 μL 이다.

2.1.4 제거장치(억제기)

분리컬럼으로부터 용리된 각 성분이 검출기에 들어가기 전에 용리액 자체의 전도도를 감소시키고 목적성분의 전도도를 증가시켜 높은 감도로 음이온을 분석하기 위한 장치이다. 고용량의 양이온 교환수지를 충전시킨 컬럼형과 양이온 교환막으로 된 격막형이 있다.

2.1.5 펌프

분리 컬럼 중의 이온교환체의 입자는 약 10 μm 이하의 매우 작은 입자로서 용리액 및 시료를 고압 하에서 전개시키지 않으면 요구되는 유속을 얻기가 어렵다. 따라서 펌프는 150 ~ 350 kg/cm^2 압력에서 사용될 수 있어야 하며 시간차에 따른 압력차가 크게 발생하여서는 안 된다.

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 억제기용 재생액(0.05 M H_2SO_4)

황산 (sulfuric acid, H_2SO_4) 2.8 mL를 정제수에 넣어 4 L로 한다. 격막형의 화학적 억제기를 사용할 경우 이와 같은 재생액을 사용할 수 있으며, 격막형의 전기적 억제기, 컬럼형 억제기를 사용할 경우에는 필요하지 않는다.

3.1.2 용리액

3.1.2.1 억제기형 (0.003 M NaHCO_3 ~ 0.0024 M Na_2CO_3)

탄산수소나트륨 (sodium bicarbonate, NaHCO_3) 1.008 g과 탄산나트륨 (sodium carbonate, Na_2CO_3) 1.0175 g을 정제수에 녹여 4 L로 한다.

3.1.2.2 비억제기형(0.0013 M 글루콘산 ~ 0.0013 M $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$)

글루콘산 (gluconic acid, $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_7$) 1.02 g과 붕산나트륨 (sodium boric acid, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) 1.0466 g을 정제수에 녹여 4 L로 한다.

3.2 표준용액

3.2.1 표준원액(1,000 mg/L)

각 음이온 표준원액은 단일 음이온 및 혼합 음이온 용액은 적절한 사양으로 시판되는 용액을 사용할 수 있다. 이러한 용액은 수개월간 안정적이다.

3.2.2 표준용액

각 이온의 표준원액을 정제수로 희석하여 사용하며 기기의 분석감도에 따라 적당한 농도로 혼합 조제한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 0.1 g을 정밀하게 달아 100 mL 부피플라스크에 넣고 0.3 % 과산화수소로 표선까지 채운 후 섞이도록 한다. 필요시 시료량을 조정할 수 있다.

4.1.2 시료용액을 0.45 μ m 멤브레인 필터 등으로 여과한 후, 이를 시험용액으로 한다.

[비고] 시료가 고상, 반고상 시료의 경우 시료 약 1 g을 정밀하게 달아 200 mL 플라스크에 넣은 후, 정제수 약 50 mL를 넣어 2시간 동안 용출시킨다. 이 후 용출액을 0.45 μ m 멤브레인 필터로 여과하여 100 mL 부피플라스크에 모은 후 정제수로 표선을 채워 이를 시험용액으로 한다.

4.2 측정법

4.2.1 이온크로마토그래프의 전체 시스템을 작동시켜 유속을 1 ~ 3 mL/min 으로 고정시킨 다음 용리액 및 기기 기종에 따라 제거장치 재생 액을 흘려 보내면서 펌프의 압력 및 검출기의 전도도가 일정하게 유지될 때까지 기다린다.

4.2.2 펌프의 압력이 일정하게 유지되고 용리액의 전도도 및 기록계의 기준선이 안정화되면 표준용액 및 시료를 각각 주입하여 크로마토그램을 작성하고 각 음이온의 유지시간을 확인한다.

4.3 검정곡선의 작성

4.3.1 음이온 표준물질을 4개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (0.2 ~ 10) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 각각의 크로마토그램을 작성하고 그 결과로부터 각 농도와 피크 높이 또는 면적에 대한 검정곡선을 작성하고 직선성(결정계수)을 확인한다.

4.3.2 전처리한 시료를 이온크로마토그래프에 주입하여 검정곡선 작성 시와 같은 기기 조건하에서 크로마토그램을 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 추출액의 농도(mg/L)를 산출한다.

[주 1] 용리액의 조성 및 농도는 기기제조 회사 또는 분리컬럼의 종류 등에 따라 달라질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

[주 2] 억제기형의 경우 시료 중에 저급 유기산이 존재하면 음이온의 정량분석을 방해할 수 있다.

< 이온크로마토그래프 분석 조건 >

Model	Thermo Aqion RF Ion Chromatography system(Thermo)
Column	분석컬럼 : AS18 4 × 250 mm 가드컬럼 : AG18 4 × 50 mm
Suppressor	ADRS 600, 4 mm
Supressor current	57 mA
Eluent	23 mM Hydroxide

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 이온의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 함량(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수 (식 1)}$$

여기서, C_1 : 검정곡선에서 얻어진 분석시료의 이온 농도(mg/L)

C_0 : 검정곡선에서 얻어진 방법바탕시료의 이온 농도(mg/L)

f : 회석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

환산계수 : 화합물 추정치 계산을 위한 환산계수

<참고> IC(Bromine) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no	분자량 (g/mol)	금속 이온	환산 계수
97-1-111	Bromine	7726-95-6	79.9	Br ⁻	1

다. Hydrogen bromide

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 브로민화수소를 적절한 용매를 이용하여 추출하여 고체 미립자를 제거 한 후 이온크로마토그래피법으로 시료 중 브로민화수소를 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 브로민화수소 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

브로민화수소

1.4 간섭물질

1.4.1 머무름 시간이 같은 물질이 존재할 경우, 컬럼 교체, 시료희석 또는 용리액 조성을 바꾸어 방해를 줄일 수 있다.

1.4.2 정제수, 유리기구 및 기타 시료 주입 공정의 오염으로 베이스라인이 올라가 분석 대상물질에 대한 양(+)의 오차를 만들거나 검출한계가 높아질 수 있다.

1.4.3 0.45 μm 이상의 입자를 포함하는 시료 또는 0.20 μm 이상의 입자를 포함하는 시약을 사용할 경우 반드시 여과하여 컬럼과 흐름 시스템의 손상을 방지해야 한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 이온크로마토그래프

일반적으로 이온크로마토그래프의 기본구성은 용리액조, 시료 주입부, 펌프, 분리컬럼, 검출기 및 기록기로 되어 있으며, 장치의 제조회사에 따라 분리컬럼의 보호 및 분석감도를 높이기 위하여 분리컬럼 전후에 보호컬럼 및 제거장치(억제기)를 부착한 것도 있다.

2.1.1 검출기

분석목적 및 성분에 따라 전기전도도 검출기, 전기화학적 검출기 및 광학적 검출기 등이 있으나 일반적으로 음이온 분석에는 전기전도도 검출기를 사용한다.

2.1.2 분리컬럼

유리 또는 에폭시 수지로 만든 관에 이온교환체를 충전시킨 것으로 다음과 같은 것이 있다.

2.1.2.1 억제기형

폴리스틸렌계 페리큐라형 음이온 교환수지(10 ~ 15 μm)를 컬럼에 충전시킨 것으로서

안지름 3 ~ 5 mm, 길이 5 ~ 30 mm이다.

2.1.2.2 비억제기형

폴리스틸렌계 페리큐라형 음이온 교환수지(10 ~ 15 μm), 폴리아크릴계 표면다공성 음이온 교환수지(10 ~ 12.5 μm) 또는 실리카겔 전다공성형 음이온 교환수지(6 μm)를 컬럼에 충전시킨 것으로서 안지름 4 ~ 6 mm, 길이 5 ~ 10 cm 이다.

2.1.3 시료 주입부

일반적으로 미량의 시료를 사용하기 때문에 루프-밸브에 의한 주입방식이 많이 이용되며 시료주입량은 보통 10 ~ 100 μL 이다.

2.1.4 제거장치(억제기)

분리컬럼으로부터 용리된 각 성분이 검출기에 들어가기 전에 용리액 자체의 전도도를 감소시키고 목적성분의 전도도를 증가시켜 높은 감도로 음이온을 분석하기 위한 장치이다. 고용량의 양이온 교환수지를 충전시킨 컬럼형과 양이온 교환막으로 된 격막형이 있다.

2.1.5 펌프

분리 컬럼 중의 이온교환체의 입자는 약 10 μm 이하의 매우 작은 입자로서 용리액 및 시료를 고압하에서 전개시키지 않으면 요구되는 유속을 얻기가 어렵다. 따라서 펌프는 150 ~ 350 kg/cm^2 압력에서 사용될 수 있어야 하며 시간차에 따른 압력차가 크게 발생하여서는 안 된다.

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 억제기용 재생액(0.05 M H_2SO_4)

황산 (sulfuric acid, H_2SO_4) 2.8 mL를 정제수에 넣어 4 L로 한다. 격막형의 화학적 억제기를 사용할 경우 이와 같은 재생액을 사용할 수 있으며, 격막형의 전기적 억제기, 컬럼형 억제기를 사용할 경우에는 필요하지 않는다.

3.1.2 용리액

3.1.2.1 억제기형 (0.003 M NaHCO_3 ~ 0.0024 M Na_2CO_3)

탄산수소나트륨 (sodium bicarbonate, NaHCO_3) 1.008 g과 탄산나트륨 (sodium carbonate, Na_2CO_3) 1.0175 g을 정제수에 녹여 4 L로 한다.

3.1.2.2 비억제기형(0.0013 M 글루콘산 ~ 0.0013 M $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$)

글루콘산 (gluconic acid, $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_7$) 1.02 g과 붕산나트륨 (sodium boric acid, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) 1.0466 g을 정제수에 녹여 4 L로 한다.

3.2 표준용액

3.2.1 표준원액(1,000 mg/L)

각 음이온 표준원액은 단일 음이온 및 혼합 음이온 용액은 적절한 사양으로 시판되는 용액을 사용할 수 있다. 이러한 용액은 수개월간 안정적이다.

3.2.2 표준용액

각 이온의 표준원액을 정제수로 희석하여 사용하며 기기의 분석감도에 따라 적당한 농도로 혼합 조제한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 0.1 g을 정밀하게 달아 100 mL 부피플라스크에 넣고 0.3 % 과산화수소로 표선까지 채운 후 섞이도록 한다. 필요시 시료량을 조정할 수 있다.

4.1.2 시료용액을 0.45 μ m 멤브레인 필터 등으로 여과한 후, 이를 시험용액으로 한다.

[비고] 시료가 고상, 반고상 시료의 경우 시료 약 1 g을 정밀하게 달아 200 mL 플라스크에 넣은 후, 정제수 약 50 mL를 넣어 2시간 동안 용출시킨다. 이 후 용출액을 0.45 μ m 멤브레인 필터로 여과하여 100 mL 부피플라스크에 모은 후 정제수로 표선을 채워 이를 시험용액으로 한다.

4.2 측정법

4.2.1 이온크로마토그래프의 전체 시스템을 작동시켜 유속을 1 ~ 3 mL/min 으로 고정시킨 다음 용리액 및 기기 기종에 따라 제거장치 재생 액을 흘려 보내면서 펌프의 압력 및 검출기의 전도도가 일정하게 유지될 때까지 기다린다.

4.2.2 펌프의 압력이 일정하게 유지되고 용리액의 전도도 및 기록계의 기준선이 안정화되면 표준용액 및 시료를 각각 주입하여 크로마토그램을 작성하고 각 음이온의 유지시간을 확인한다.

4.3 검정곡선의 작성

4.3.1 음이온 표준물질을 4개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (0.2 ~ 10) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 각각의 크로마토그램을 작성하고 그 결과로부터 각 농도와 피크 높이 또는 면적에 대한 검정곡선을 작성하고 직선성(결정계수)을 확인한다.

4.3.2 전처리한 시료를 이온크로마토그래프에 주입하여 검정곡선 작성 시와 같은 기기 조건하에서 크로마토그램을 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 추출액의 농도(mg/L)를 산출한다.

[주 1] 용리액의 조성 및 농도는 기기제조 회사 또는 분리컬럼의 종류 등에 따라 달라질 수 있으므로 사용기에 대한 설명서를 참조한다.

[주 2] 억제기형의 경우 시료 중에 저급 유기산이 존재하면 음이온의 정량분석을 방해할 수 있다.

< 이온크로마토그래프 분석 조건 >

Model	Thermo Aqion RF Ion Chromatography system(Thermo)
Column	분석컬럼 : AS18 4 × 250 mm 가드컬럼 : AG18 4 × 50 mm
Suppressor	ADRS 600, 4 mm
Supressor current	57 mA
Eluent	23 mM Hydroxide

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 이온의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 함량(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \quad (\text{식 1})$$

여기서, C_1 : 검정곡선에서 얻어진 분석시료의 이온 농도(mg/L)

C_0 : 검정곡선에서 얻어진 방법바탕시료의 이온 농도(mg/L)

f : 회석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

환산계수 : 화합물 추정치 계산을 위한 환산계수

<첨부> IC(Hydrogen bromide) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no	분자량 (g/mol)	금속 이온	환산 계수
97-1-114	Hydrogen bromide	10035-10-6	80.91	Br ⁻	1.01

라. Tetramethylammonium hydroxide

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 수산화테트라메틸암모늄을 적절한 용매를 이용하여 추출하여 고체 미립자를 제거 한 후 양이온 교환 컬럼에 통과시켜 각 양이온들을 분리한 후 전기전도도 검출기로 측정하는 방법이다.

[비 고] 본 방법은 물질을 적절한 용매로 추출하여 무기이온을 분석함으로써, 금속화합물 분석시 금속이온으로 산출된 최종 금속화합물 추정치를 확인하기 위한 확인시험법으로 적용될 수 있다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 수산화테트라메틸암모늄 화합물 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

수산화테트라메틸암모늄

1.4 간섭물질

1.4.1 머무름 시간이 같은 물질이 존재할 경우, 컬럼 교체, 시료희석 또는 용리액 조성을 바꾸어 방해를 줄일 수 있다.

1.4.2 정제수, 유리기구 및 기타 시료 주입 공정의 오염으로 베이스라인이 올라가 분석 대상물질에 대한 양(+)의 오차를 만들거나 검출한계가 높아질 수 있다.

1.4.3 0.45 μm 이상의 입자를 포함하는 시료 또는 0.20 μm 이상의 입자를 포함하는 시약을 사용할 경우 반드시 여과하여 컬럼과 흐름 시스템의 손상을 방지해야 한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 이온크로마토그래프

일반적으로 이온크로마토그래프의 기본구성은 용리액조, 시료 주입부, 펌프, 분리컬럼, 검출기 및 기록계로 되어 있으며, 장치의 제조회사에 따라 분리컬럼의 보호 및 분석감도를 높이기 위하여 분리컬럼 전후에 보호컬럼 및 제거장치(억제기)를 부착한 것도 있다.

2.1.1 검출기

분석목적 및 성분에 따라 전기전도도 검출기, 전기화학적 검출기 및 광학적 검출기 등이 있으나 일반적으로 음이온 분석에는 전기전도도 검출기를 사용한다.

2.1.2 분리컬럼

유리 또는 에폭시 수지로 만든 관에 이온교환체를 충전시킨 것으로 다음과 같은 것이 있다.

2.1.2.1 역제기형

폴리스틸렌계 페리큐라형 음이온 교환수지(10 ~ 15 μm)를 컬럼에 충전시킨 것으로서 안지름 3 ~ 5 mm, 길이 5 ~ 30 mm이다.

2.1.2.2 비역제기형

폴리스틸렌계 페리큐라형 음이온 교환수지(10 ~ 15 μm), 폴리아크릴계 표면다공성 음이온 교환수지(10 ~ 12.5 μm) 또는 실리카겔 전다공성형 음이온 교환수지(6 μm)를 컬럼에 충전시킨 것으로서 안지름 4 ~ 6 mm, 길이 5 ~ 10 cm 이다.

2.1.3 시료 주입부

일반적으로 미량의 시료를 사용하기 때문에 루프-밸브에 의한 주입방식이 많이 이용되며 시료주입량은 보통 10 ~ 100 μL 이다.

2.1.4 제거장치(억제기)

분리컬럼으로부터 용리된 각 성분이 검출기에 들어가기 전에 용리액 자체의 전도도를 감소시키고 목적성분의 전도도를 증가시켜 높은 감도로 음이온을 분석하기 위한 장치이다. 고용량의 양이온 교환수지를 충전시킨 컬럼형과 양이온 교환막으로 된 격막형이 있다.

2.1.5 펌프

분리 컬럼 중의 이온교환체의 입자는 약 10 μm 이하의 매우 작은 입자로서 용리액 및 시료를 고압 하에서 전개시키지 않으면 요구되는 유속을 얻기가 어렵다. 따라서 펌프는 150 ~ 350 kg/cm^2 압력에서 사용될 수 있어야 하며 시간차에 따른 압력차가 크게 발생하여서는 안 된다.

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 용리액

용리액의 선택은 분리관과 검출기의 종류에 따라 달라진다. 용리액의 정확한 조성에 대해서는 컬럼 제조사의 사용설명서를 따른다. 모든 용리액은 탈기시키거나 탈기수를 사용하여 조제한다. 조작하는 동안 새 가스가 유입되지 않도록 한다. 용리액은 어두운 곳에 저장하고 필요할 때 새로 만든다.

3.2 표준용액

3.2.1 표준원액(1,000 mg/L)

각 양이온 표준원액은 단일 양이온 및 혼합 양이온 용액은 적절한 사양으로 시판되는 용액을 사용할 수 있다. 이러한 용액은 수개월간 안정적이다.

3.2.2 표준용액

각 이온의 표준원액을 정제수로 희석하여 사용하며 기기의 분석감도에 따라 적당한 농도로 혼합 조제한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 0.1 g을 정밀하게 달아 100 mL 부피플라스크에 넣고 정제수로 표선까지 채운 후 섞이도록 한다. 필요시 시료량을 조정할 수 있다.

4.1.2 시료용액을 0.45 μ m 멤브레인 필터 등으로 여과한 후, 이를 시험용액으로 한다.

[비고] 시료가 고상, 반고상 시료의 경우 시료 약 1 g을 정밀하게 달아 200 mL 플라스크에 넣은 후, 정제수 약 50 mL를 넣어 2시간 동안 용출시킨다. 이 후 용출액을 0.45 μ m 멤브레인 필터로 여과하여 100 mL 부피플라스크에 모은 후 정제수로 표선을 채워 이를 시험용액으로 한다.

4.2 측정법

4.2.1 이온크로마토그래프의 전체 시스템을 작동시켜 유속을 1 ~ 3 mL/min 으로 고정시킨 다음 용리액 및 기기 기종에 따라 제거장치 재생 액을 흘려 보내면서 펌프의 압력 및 검출기의 전도도가 일정하게 유지될 때까지 기다린다.

4.2.2 펌프의 압력이 일정하게 유지되고 용리액의 전도도 및 기록계의 기준선이 안정화되면 표준용액 및 시료를 각각 주입하여 크로마토그램을 작성하고 각 음이온의 유지시간을 확인한다.

4.3 검정곡선의 작성

4.3.1 양이온 표준물질을 4개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (0.03 ~ 1) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 각각의 크로마토그램을 작성하고 그 결과로부터 각 농도와 피크 높이 또는 면적에 대한 검정곡선을 작성하고 직선성(결정계수)을 확인한다.

4.3.2 전처리한 시료를 이온크로마토그래프에 주입하여 검정곡선 작성 시와 같은 기기 조건하에서 크로마토그램을 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 추출액의 농도(mg/L)를 산출한다.

[주 1] 용리액의 조성 및 농도는 기기제조 회사 또는 분리컬럼의 종류 등에 따라 달라질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

< 이온크로마토그래프 분석 조건 >

Model	Thermo Aqion RF Ion Chromatography system(Thermo)
Column	분석컬럼 : IonPac CS19 × 250 mm 가드컬럼 : IonPac CG19 4× 50 mm
Suppressor	CDRS 600, 4 mm
Supressor current	18 mA
Eluent	6 mM MSA(Methane Sulfonic Acid)

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 양이온의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질 함량(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \quad (\text{식 1})$$

여기서, C_1 : 검정곡선에서 얻어진 분석시료의 양이온 농도(mg/L)

C_0 : 검정곡선에서 얻어진 방법바탕시료의 양이온 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

환산계수 : 화합물 추정치 계산을 위한 환산계수

<첨부> IC(Tetramethylammonium hydroxide) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no	분자량 (g/mol)	금속 이온	환산 계수
2002-1-529	Tetramethylammonium hydroxide	78-59-2	91.15	Br ⁻	1.14

5. 기체크로마토그래프법(GC)

가. Propylene oxide 외 7종

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 산화프로필렌, 트리클로로에틸렌 등의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래프법으로 시료 중 대상물질을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 산화프로필렌, 트리클로로에틸렌 등 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

산화프로필렌 외 7종

1.4 간섭물질

1.4.1 해당 매질 또는 추출 용매 안에 함유하고 있는 불순물이 분석을 방해할 수 있다. 이 경우 방법 바탕시료나 시약 바탕 시료를 분석하여 확인할 수 있다. 방해물질이 존재하면 용매를 증류하거나 정제용 컬럼을 이용하여 제거한다. 고순도의 시약이나 용매를 사용하면 방해물질을 최소화할 수 있다.

1.4.2 유리 기구류는 사용 전에 아세톤, 분석 용매 순으로 세정한 후 건조시킨 것을 사용하여 오염을 최소화한다.

1.4.3 높은 농도의 시료와 낮은 농도의 시료를 연속하여 측정할 때에는 오염의 가능성이 있으므로 용매를 사용하여 점검하는 것이 좋다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 μ m, 길이 15 ~ 60 m의 DB-1, DB-5 및 DB-624 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료 도입부 온도는 150 ~ 250 $^{\circ}$ C, 컬럼온도는 30 ~ 250 $^{\circ}$ C, 검출기온도는 250 ~ 280 $^{\circ}$ C로

사용한다.

2.1.3 불꽃이온화검출기(FID)는 수소연소노즐(nozzle), 이온 수집기(ion collector)로 구성되는 본체와 이 전극 사이에 직류전압을 주어 흐르는 이온전류를 측정하기 위한 직류전압 변환 회로, 감도 조절부, 신호감쇄부 등으로 구성된다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 메탄올(methanol, CH₃OH)

3.2 표준용액

3.2.1 산화프로필렌 표준원액 (1,000 mg/L)

산화프로필렌 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 산화프로필렌 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL 는 산화프로필렌 1 mg을 함유한다.

3.2.2 트리클로로에틸렌 표준원액 (1,000 mg/L)

트리클로로에틸렌 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 트리클로로에틸렌 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 트리클로로에틸렌 1 mg을 함유한다.

3.2.3 1,2-디브로모에탄 표준원액 (1,000 mg/L)

1,2-디브로모에탄 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 1,2-디브로모에탄 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지

않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃ 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 1,2-디브로모에탄 1 mg을 함유한다.

3.2.4 1,2-이염화에탄 표준원액 (1,000 mg/L)

1,2-이염화에탄 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 1,2-이염화에탄 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃ 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 1,2-이염화에탄 1 mg을 함유한다.

3.2.5 염화비닐 표준원액 (1,000 mg/L)

염화비닐 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 염화비닐 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃ 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 염화비닐 1 mg을 함유한다.

3.2.6 (2E)-1,4-디클로로-2-부텐 표준원액 (1,000 mg/L)

(2E)-1,4-디클로로-2-부텐 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 (2E)-1,4-디클로로-2-부텐 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃ 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 (2E)-1,4-디클로로-2-부텐 1 mg을 함유한다.

3.2.7 N,N-디메틸포름아미드 표준원액 (1,000 mg/L)

N,N-디메틸포름아미드 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 N,N-디메틸포름아미드 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃ 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 N,N-디메틸포름아미드 1 mg을 함유한다.

3.2.8 이소프렌 표준원액 (1,000 mg/L)

이소프렌 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 이소프렌 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃ 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 이소프렌 1 mg을 함유한다.

3.2.9 혼합표준용액 (100 mg/L)

10 mL 부피플라스크에 각 표준원액 1.0 mL 씩 넣고 메탄올로 표선까지 채운 다음 혼합한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고에 보존하고, 제조 후 4 주일 이내에 사용한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 정밀하게 달아 10 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 메탄올 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.2 0.45 μ m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 혼합표준용액 (100 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (1 ~ 50) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μ L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

4.2.2 전처리한 시료를 기체크로마토그래프에 주입하여 검정곡선 작성 시와 같은 기기 조건하에서 크로마토그램을 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 추출액의 농도(mg/L)를 산출한다.

[주 1] 기기제조 회사 또는 분리컬럼의 종류 등에 따라 유지시간(Retention time), 피크 높이가 달라 질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-624 (60 m × 0.32mm × 1.8 μ m)
운반기체(유속)	헬륨 (1.0 mL/min)
분할비	1 : 5
주입구 온도	250 °C
검출기 온도	270 °C
오븐 온도	초기온도 초기시간 승온속도 최종온도 최종시간 (°C) (min.) (°C/min.) (°C) (min.) 40.0 2.0 15.0 250 5.0

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 대상물질의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<참고> GC(Propylene oxide 외 7종) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-129	Propylene oxide	75-56-9
97-1-309 (06-5-11)	Trichloroethylene	79-01-6
97-1-418 (06-4-55)	1,2-Dibromoethane	106-93-4
2001-1-518	1,2-Dichloroethane	107-06-2
2001-1-519	Vinyl chloride	75-01-4
2012-1-639	(2E)-1,4-Dichloro-2-butene	110-57-6
2014-1-694	N,N-Dimethylformamide	68-12-2
2019-1-932	Isoprene	78-79-5

나. Acrylonitrile 외 6종

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 아크릴로니트릴, 테트라클로로에틸렌 등의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래프법으로 시료 중 대상물질을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 아크릴로니트릴, 테트라클로로에틸렌 등 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

아크릴로니트릴 외 6종

1.4 간섭물질

1.4.1 해당 매질 또는 추출 용매 안에 함유하고 있는 불순물이 분석을 방해할 수 있다. 이 경우 방법 바탕시료나 시약 바탕 시료를 분석하여 확인할 수 있다. 방해물질이 존재하면 용매를 증류하거나 정제용 컬럼을 이용하여 제거한다. 고순도의 시약이나 용매를 사용하면 방해물질을 최소화할 수 있다.

1.4.2 유리 기구류는 사용 전에 아세톤, 분석 용매 순으로 세정한 후 건조시킨 것을 사용하여 오염을 최소화한다.

1.4.3 높은 농도의 시료와 낮은 농도의 시료를 연속하여 측정할 때에는 오염의 가능성이 있으므로 용매를 사용하여 점검하는 것이 좋다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 μ m, 길이 15 ~ 60 m의 DB-1, DB-5 및 DB-624 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료 도입부 온도는 150 ~ 250 $^{\circ}$ C, 컬럼온도는 30 ~ 250 $^{\circ}$ C, 검출기온도는 250 ~ 280 $^{\circ}$ C로 사용한다.

2.1.3 불꽃이온화검출기(FID)는 수소연소노즐(nozzle), 이온 수집기(ion collector)로 구성되는

본체와 이 전극 사이에 직류전압을 주어 흐르는 이온전류를 측정하기 위한 직류전압 변환 회로, 감도 조절부, 신호감쇄부 등으로 구성된다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 메탄올(methanol, CH₃OH)

3.2 표준용액

3.2.1 아크릴로니트릴 표준원액 (1,000 mg/L)

아크릴로니트릴 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 아크릴로니트릴 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 아크릴로니트릴 1 mg을 함유한다.

3.2.2 테트라클로로에틸렌 표준원액 (1,000 mg/L)

테트라클로로에틸렌 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 테트라클로로에틸렌 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 테트라클로로에틸렌 1 mg을 함유한다.

3.2.3 1,3-디클로로-2-프로판올 표준원액 (1,000 mg/L)

1,3-디클로로-2-프로판올 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 1,3-디클로로-2-프로판올 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 1,3-디클로로-2-프로판올 1 mg을 함유한다.

3.2.4 산화에틸렌 표준원액 (1,000 mg/L)

산화에틸렌 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 산화에틸렌 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 산화에틸렌 1 mg을 함유한다.

3.2.5 글리시돌 표준원액 (1,000 mg/L)

글리시돌 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 글리시돌 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 글리시돌 1 mg을 함유한다.

3.2.6 1,3-부타디엔 표준원액 (1,000 mg/L)

1,3-부타디엔 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 1,3-부타디엔 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 1,3-부타디엔 1 mg을 함유한다.

3.2.7 2-메톡시에탄올 표준원액 (1,000 mg/L)

2-메톡시에탄올 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 2-메톡시에탄올 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 2-메톡시에탄올 1 mg을 함유한다.

3.2.8 혼합표준용액 (100 mg/L)

10 mL 부피플라스크에 각 표준원액 1.0 mL 씩 넣고 메탄올로 표선까지 채운 다음 혼합한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고에 보존하고, 제조 후 4 주일 이내에 사용한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 정밀하게 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매

를 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.2 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 혼합표준용액 (100 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (1 ~ 50) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL 를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

4.2.2 전처리한 시료를 기체크로마토그래프에 주입하여 검정곡선 작성 시와 같은 기기 조건하에서 크로마토그램을 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 추출액의 농도(mg/L)를 산출한다.

[주 1] 기기제조 회사 또는 분리컬럼의 종류 등에 따라 유지시간(Retention time), 피크 높이가 달라 질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-624 (60 m × 0.32mm × 1.8 μm)
운반기체(유속)	헬륨 (1.0 mL/min)
분할비	1 : 10
주입구 온도	250 °C
검출기 온도	270 °C
오븐 온도	초기온도 초기시간 승온속도 최종온도 최종시간 (°C) (min.) (°C/min.) (°C) (min.) 40.0 2.0 15.0 250 5.0

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 대상물질의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 회석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<참고> GC(Acrylonitrile 외 6종) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-170	Acrylonitrile	107-13-1
97-1-297 (06-5-12)	Tetrachloroethylene	127-18-4
97-1-427	1,3-Dichloro-2-propanol	96-23-1
2001-1-520	Ethylene oxide	75-21-8
2013-1-660	Glycidol	556-52-5
2014-1-693	1,3-Butadiene	106-99-0
2014-1-698	2-Methoxyethanol	109-86-4

다. Methyl iodide(97-1-220, 74-88-4)

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 요오드화 메틸 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기 용매로 추출하여 기체크로마토그래프법으로 시료 중 대상물질을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 요오드화 메틸 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

요오드화 메틸

1.4 간섭물질

1.4.1 해당 매질 또는 추출 용매 안에 함유하고 있는 불순물이 분석을 방해할 수 있다. 이 경우 방법 바탕시료나 시약 바탕 시료를 분석하여 확인할 수 있다. 방해물질이 존재하면 용매를 증류하거나 정제용 컬럼을 이용하여 제거한다. 고순도의 시약이나 용매를 사용하면 방해물질을 최소화할 수 있다.

1.4.2 유리 기구류는 사용 전에 아세톤, 분석 용매 순으로 세정한 후 건조시킨 것을 사용하여 오염을 최소화한다.

1.4.3 높은 농도의 시료와 낮은 농도의 시료를 연속하여 측정할 때에는 오염의 가능성이 있으므로 용매를 사용하여 점검하는 것이 좋다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 μ m, 길이 15 ~ 60 m의 DB-1, DB-5 및 DB-624 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료 도입부 온도는 150 ~ 250 $^{\circ}$ C, 컬럼온도는 30 ~ 250 $^{\circ}$ C, 검출기온도는 250 ~ 280 $^{\circ}$ C로 사용한다.

2.1.3 불꽃이온화검출기(FID)는 수소연소노즐(nozzle), 이온 수집기(ion collector)로 구성되는 본체와 이 전극 사이에 직류전압을 주어 흐르는 이온전류를 측정하기 위한 직류전압 변환회로, 감도 조절부, 신호감쇄부 등으로 구성된다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 아세토니트릴 (Acetonitrile, CH₃CN)

3.2 표준용액

3.2.1 요오드화 메틸 표준원액 (1,000 mg/L)

요오드화 메틸 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 요오드화 메틸 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 아세토니트릴 20 mL을 넣고 녹인 후 아세토니트릴로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 요오드화 메틸 1 mg을 함유한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 정밀하게 달아 10 mL 부피플라스크에 넣고 아세토니트릴 또는 적절한 용매를 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.2 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 요오드화 메틸 표준원액 (1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (10 ~ 200) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

4.2.2 전처리한 시료를 기체크로마토그래프에 주입하여 검정곡선 작성 시와 같은 기기 조건하에서 크로마토그램을 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 추출액의 농도(mg/L)를

산출한다.

[주 1] 기기제조 회사 또는 분리컬럼의 종류 등에 따라 유지시간(Retention time), 피크 높이가 달라 질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-624 (60 m × 0.32mm × 1.8μm)			
운반기체(유속)	헬륨 (1.0 mL/min)			
분할비	1 : 10			
주입구 온도	240 °C			
검출기 온도	250 °C			
오븐 온도	초기온도 (°C)	초기시간 (min.)	승온속도 (°C/min.)	
	40.0	2.0	5.0	
	중간온도 (°C)	승온속도 (°C/min.)	최종온도 (°C)	최종시간 (min.)
	100	25.0	210	5

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 요오드화 메틸의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 요오드화 메틸의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 요오드화 메틸 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 요오드화 메틸 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

라. (Epoxyethyl)benzene(98-1-481, 96-09-3)

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 (에폭시에틸)벤젠의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래프법으로 시료 중 대상물질을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 (에폭시에틸)벤젠 등 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

(에폭시에틸)벤젠

1.4 간섭물질

1.4.1 해당 매질 또는 추출 용매 안에 함유하고 있는 불순물이 분석을 방해할 수 있다. 이 경우 방법 바탕시료나 시약 바탕 시료를 분석하여 확인할 수 있다. 방해물질이 존재하면 용매를 증류하거나 정제용 컬럼을 이용하여 제거한다. 고순도의 시약이나 용매를 사용하면 방해물질을 최소화할 수 있다.

1.4.2 유리 기구류는 사용 전에 아세톤, 분석 용매 순으로 세정한 후 건조시킨 것을 사용하여 오염을 최소화한다.

1.4.3 높은 농도의 시료와 낮은 농도의 시료를 연속하여 측정할 때에는 오염의 가능성이 있으므로 용매를 사용하여 점검하는 것이 좋다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 μ m, 길이 15 ~ 60 m의 DB-1, DB-5 및 DB-624 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료 도입부 온도는 150 ~ 260 $^{\circ}$ C, 컬럼온도는 30 ~ 250 $^{\circ}$ C, 검출기온도는 250 ~ 280 $^{\circ}$ C로 사용한다.

2.1.3 불꽃이온화검출기(FID)는 수소연소노즐(nozzle), 이온 수집기(ion collector)로 구성되는 본체와 이 전극 사이에 직류전압을 주어 흐르는 이온전류를 측정하기 위한 직류전압 변환 회로, 감도 조절부, 신호감쇄부 등으로 구성된다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 메탄올(methanol, CH₃OH)

3.2 표준용액

3.2.1 (에폭시에틸)벤젠 표준원액 (1,000 mg/L)

(에폭시에틸)벤젠 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 (에폭시에틸)벤젠 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 (에폭시에틸)벤젠 1 mg을 함유한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 정밀하게 달아 10 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 메탄올 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.2 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 (에폭시에틸)벤젠 표준원액 (1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (0.1 ~ 5) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

4.2.2 전처리한 시료를 기체크로마토그래프에 주입하여 검정곡선 작성 시와 같은 기기

조건하에서 크로마토그램을 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 추출액의 농도(mg/L)를 산출한다.

[주 1] 기기제조 회사 또는 분리컬럼의 종류 등에 따라 유지시간(Retention time), 피크 높이가 달라질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-624 (60 m × 0.32mm × 1.8μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (1.0 mL/min)				
분할비	1 : 5				
주입구 온도	260 °C				
검출기 온도	270 °C				
오븐 온도	초기온도 (°C)	초기시간 (min.)	승온속도 (°C/min.)	최종온도 (°C)	최종시간 (min.)
	40.0	2.0	15.0	250.0	10.0

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 (에폭시에틸)벤젠의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 (에폭시에틸)벤젠의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 (에폭시에틸)벤젠 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 (에폭시에틸)벤젠 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

마. Dichloromethane(2019-1-931, 75-09-2)

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 염화메틸렌 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래프법으로 시료 중 대상물질을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 염화메틸렌 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

염화메틸렌

1.4 간섭물질

1.4.1 해당 매질 또는 추출 용매 안에 함유하고 있는 불순물이 분석을 방해할 수 있다. 이 경우 방법 바탕시료나 시약 바탕 시료를 분석하여 확인할 수 있다. 방해물질이 존재하면 용매를 증류하거나 정제용 컬럼을 이용하여 제거한다. 고순도의 시약이나 용매를 사용하면 방해물질을 최소화할 수 있다.

1.4.2 유리 기구류는 사용 전에 아세톤, 분석 용매 순으로 세정한 후 건조시킨 것을 사용하여 오염을 최소화한다.

1.4.3 높은 농도의 시료와 낮은 농도의 시료를 연속하여 측정할 때에는 오염의 가능성이 있으므로 용매를 사용하여 점검하는 것이 좋다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 μ m, 길이 15 ~ 60 m의 DB-1, DB-5 및 DB-624 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료 도입부 온도는 150 ~ 250 $^{\circ}$ C, 컬럼온도는 30 ~ 250 $^{\circ}$ C, 검출기온도는 250 ~ 280 $^{\circ}$ C로 사용한다.

2.1.3 불꽃이온화검출기(FID)는 수소연소노즐(nozzle), 이온 수집기(ion collector)로 구성되는 본체와 이 전극 사이에 직류전압을 주어 흐르는 이온전류를 측정하기 위한 직류전압 변환 회로, 감도 조절부, 신호감쇄부 등으로 구성된다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 메탄올(methanol, CH₃OH)

3.2 표준용액

3.2.1 염화메틸렌 표준원액 (1,000 mg/L)

염화메틸렌 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 염화메틸렌 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 염화메틸렌 1 mg을 함유한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 정밀하게 달아 50 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.2 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 염화메틸렌 표준원액 (1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (5 ~ 200) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

4.2.2 전처리한 시료를 기체크로마토그래프에 주입하여 검정곡선 작성 시와 같은 기기

조건하에서 크로마토그램을 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 추출액의 농도(mg/L)를 산출한다.

[주 1] 기기제조 회사 또는 분리컬럼의 종류 등에 따라 유지시간(Retention time), 피크 높이가 달라 질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-624 (60 m × 0.32mm × 1.8μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (1.0 mL/min)				
분할비	1 : 5				
주입구 온도	250 °C				
검출기 온도	300 °C				
오븐 온도	초기온도 (°C)	초기시간 (min.)	승온속도 (°C/min.)	최종온도 (°C)	최종시간 (min.)
	40.0	2.0	10.0	250.0	5

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 염화메틸렌의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 염화메틸렌의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 염화메틸렌 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 염화메틸렌 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

바. N,N-Dimethylacetamide(2019-1-938, 127-19-5)

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 N,N-디메틸아세트아미드의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래프법으로 시료 중 대상물질을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 N,N-디메틸아세트아미드 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

N,N-디메틸아세트아미드

1.4 간섭물질

1.4.1 해당 매질 또는 추출 용매 안에 함유하고 있는 불순물이 분석을 방해할 수 있다. 이 경우 방법 바탕시료나 시약 바탕 시료를 분석하여 확인할 수 있다. 방해물질이 존재하면 용매를 증류하거나 정제용 컬럼을 이용하여 제거한다. 고순도의 시약이나 용매를 사용하면 방해물질을 최소화할 수 있다.

1.4.2 유리 기구류는 사용 전에 아세톤, 분석 용매 순으로 세정한 후 건조시킨 것을 사용하여 오염을 최소화한다.

1.4.3 높은 농도의 시료와 낮은 농도의 시료를 연속하여 측정할 때에는 오염의 가능성이 있으므로 용매를 사용하여 점검하는 것이 좋다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 μ m, 길이 15 ~ 60 m의 DB-1, DB-5 및 DB-624 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료 도입부 온도는 150 ~ 250 $^{\circ}$ C, 컬럼온도는 30 ~ 250 $^{\circ}$ C, 검출기온도는 250 ~ 280 $^{\circ}$ C로 사용한다.

2.1.3 불꽃이온화검출기(FID)는 수소연소노즐(nozzle), 이온 수집기(ion collector)로 구성되는 본체와 이 전극 사이에 직류전압을 주어 흐르는 이온전류를 측정하기 위한 직류전압 변환

회로, 감도 조절부, 신호감쇄부 등으로 구성된다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 메탄올(methanol, CH₃OH)

3.2 표준용액

3.2.1 N,N-디메틸아세트아미드 표준원액 (1,000 mg/L)

N,N-디메틸아세트아미드 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 N,N-디메틸아세트아미드 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 N,N-디메틸아세트아미드 1 mg을 함유한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 정밀하게 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 메탄올 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.2 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 N,N-디메틸아세트아미드 표준원액 (1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (1 ~ 20) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석 성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

4.2.2 전처리한 시료를 기체크로마토그래프에 주입하여 검정곡선 작성 시와 같은 기기 조건하에서 크로마토그램을 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 추출액의 농도(mg/L)를 산출한다.

[주 1] 기기제조 회사 또는 분리컬럼의 종류 등에 따라 유지시간(Retention time), 피크 높이가 달라 질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-624 (60 m × 0.32mm × 1.8μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (1.0 mL/min)				
분할비	1 : 5				
주입구 온도	250 °C				
검출기 온도	300 °C				
오븐 온도	초기온도 (°C)	초기시간 (min.)	승온속도 (°C/min.)	최종온도 (°C)	최종시간 (min.)
	40.0	2.0	10.0	250.0	5.0

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 N,N-디메틸아세트아미드의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 N,N-디메틸아세트아미드의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 N,N-디메틸아세트아미드 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 N,N-디메틸아세트아미드 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

사. 2-Ethoxyethanol(2014-1-696, 110-80-5)

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 2-에톡시에탄올의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래프법으로 시료 중 대상물질을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 2-에톡시에탄올 등 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

2-에톡시에탄올

1.4 간섭물질

1.4.1 해당 매질 또는 추출 용매 안에 함유하고 있는 불순물이 분석을 방해할 수 있다. 이 경우 방법 바탕시료나 시약 바탕 시료를 분석하여 확인할 수 있다. 방해물질이 존재하면 용매를 증류하거나 정제용 컬럼을 이용하여 제거한다. 고순도의 시약이나 용매를 사용하면 방해물질을 최소화할 수 있다.

1.4.2 유리 기구류는 사용 전에 아세톤, 분석 용매 순으로 세정한 후 건조시킨 것을 사용하여 오염을 최소화한다.

1.4.3 높은 농도의 시료와 낮은 농도의 시료를 연속하여 측정할 때에는 오염의 가능성이 있으므로 용매를 사용하여 점검하는 것이 좋다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 μ m, 길이 15 ~ 60 m의 DB-1, DB-5 및 DB-624 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료 도입부 온도는 150 ~ 260 $^{\circ}$ C, 컬럼온도는 30 ~ 250 $^{\circ}$ C, 검출기온도는 250 ~ 280 $^{\circ}$ C로 사용한다.

2.1.3 불꽃이온화검출기(FID)는 수소연소노즐(nozzle), 이온 수집기(ion collector)로 구성되는 본체와 이 전극 사이에 직류전압을 주어 흐르는 이온전류를 측정하기 위한 직류전압 변환 회로, 감도 조절부, 신호감쇄부 등으로 구성된다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 메탄올(methanol, CH₃OH)

3.2 표준용액

3.2.1 2-에톡시에탄올 표준원액 (1,000 mg/L)

2-에톡시에탄올 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 2-에톡시에탄올 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 2-에톡시에탄올 1 mg을 함유한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 정밀하게 달아 50 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 메탄올 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.2 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 2-에톡시에탄올 표준원액 (1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (0.1 ~ 5) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

4.2.2 전처리한 시료를 기체크로마토그래프에 주입하여 검정곡선 작성 시와 같은 기기 조

건하에서 크로마토그램을 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 추출액의 농도(mg/L)를 산출한다.

[주 1] 기기제조 회사 또는 분리컬럼의 종류 등에 따라 유지시간(Retention time), 피크 높이가 달라 질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-624 (60 m × 0.32mm × 1.8μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (1.0 mL/min)				
분할비	1 : 5				
주입구 온도	250 °C				
검출기 온도	300 °C				
오븐 온도	초기온도 (°C)	초기시간 (min.)	승온속도 (°C/min.)	최종온도 (°C)	최종시간 (min.)
	40.0	2.0	10.0	250.0	5.0

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 2-에톡시에탄올의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 2-에톡시에탄올의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 2-에톡시에탄올 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 2-에톡시에탄올 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

아. Quinoline 외 2종

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 퀴놀린, 1,2-옥사티올란, 2,2-디옥사이드의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래프법으로 시료 중 대상물질을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 퀴놀린, 1,2-옥사티올란, 2,2-디옥사이드 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

퀴놀린, 1,2-옥사티올란, 2,2-디옥사이드

1.4 간섭물질

1.4.1 해당 매질 또는 추출 용매 안에 함유하고 있는 불순물이 분석을 방해할 수 있다. 이 경우 방법 바탕시료나 시약 바탕 시료를 분석하여 확인할 수 있다. 방해물질이 존재하면 용매를 증류하거나 정제용 컬럼을 이용하여 제거한다. 고순도의 시약이나 용매를 사용하면 방해물질을 최소화할 수 있다.

1.4.2 유리 기구류는 사용 전에 아세톤, 분석 용매 순으로 세정한 후 건조시킨 것을 사용하여 오염을 최소화한다.

1.4.3 높은 농도의 시료와 낮은 농도의 시료를 연속하여 측정할 때에는 오염의 가능성이 있으므로 용매를 사용하여 점검하는 것이 좋다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 μ m, 길이 15 ~ 60 m의 DB-1, DB-5 및 DB-624 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료 도입부 온도는 150 ~ 250 $^{\circ}$ C, 컬럼온도는 30 ~ 250 $^{\circ}$ C, 검출기온도는 250 ~ 280 $^{\circ}$ C로 사용한다.

2.1.3 불꽃이온화검출기(FID)는 수소연소노즐(nozzle), 이온 수집기(ion collector)로 구성되는

본체와 이 전극 사이에 직류전압을 주어 흐르는 이온전류를 측정하기 위한 직류전압 변환 회로, 감도 조절부, 신호감쇄부 등으로 구성된다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 메탄올(methanol, CH₃OH)

3.2 표준용액

3.2.1 퀴놀린 표준원액 (1,000 mg/L)

퀴놀린 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 퀴놀린 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 퀴놀린 1 mg을 함유한다.

3.2.2 1,2-옥사티올란,2,2-디옥사이드 표준원액 (1,000 mg/L)

1,2-옥사티올란,2,2-디옥사이드 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 1,2-옥사티올란,2,2-디옥사이드 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확히 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 1,2-옥사티올란,2,2-디옥사이드 1 mg을 함유한다.

3.2.3 혼합표준용액 (500 mg/L)

10 mL 부피플라스크에 각 표준원액 5.0 mL 씩 넣고 메탄올로 표선까지 채운 다음 혼합한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고에 보존하고, 제조 후 4 주일 이내에 사용한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 정밀하게 달아 10 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 메탄올 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.2 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 혼합표준용액 (500 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (5 ~ 200) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

4.2.2 전처리한 시료를 기체크로마토그래프에 주입하여 검정곡선 작성 시와 같은 기기 조건하에서 크로마토그램을 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 추출액의 농도(mg/L)를 산출한다.

[주 1] 기기제조 회사 또는 분리컬럼의 종류 등에 따라 유지시간(Retention time), 피크 높이가 달라 질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	HP-5ms (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm)
운반기체(유속)	헬륨(1.0 mL/min)
분할비	1 : 5
주입구 온도	220 °C
검출기 온도	240 °C
오븐 온도	초기온도 초기시간 승온속도 최종온도 최종시간 (°C) (min.) (°C/min.) (°C) (min.) 50.0 2.0 10.0 250 5.0

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 대상물질의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 회석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<참고> GC(Quinoline 외 2건) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
2013-1-667	Quinoline	91-22-5
2013-1-668	1,2-Oxathiolane, 2,2-dioxide	1120-71-4

자. Carbon disulfide(97-1-239, 75-15-0)

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 이황화탄소의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기 용매로 추출하여 기체크로마토그래프법으로 시료 중 대상물질을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 이황화탄소 등 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

이황화탄소

1.4 간섭물질

1.4.1 해당 매질 또는 추출 용매 안에 함유하고 있는 불순물이 분석을 방해할 수 있다. 이 경우 방법 바탕시료나 시약 바탕 시료를 분석하여 확인할 수 있다. 방해물질이 존재하면 용매를 증류하거나 정제용 컬럼을 이용하여 제거한다. 고순도의 시약이나 용매를 사용하면 방해물질을 최소화할 수 있다.

1.4.2 유리 기구류는 사용 전에 아세톤, 분석 용매 순으로 세정한 후 건조시킨 것을 사용하여 오염을 최소화한다.

1.4.3 높은 농도의 시료와 낮은 농도의 시료를 연속하여 측정할 때에는 오염의 가능성이 있으므로 용매를 사용하여 점검하는 것이 좋다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 μ m, 길이 15 ~ 60 m의 DB-1, DB-5 및 DB-624 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료 도입부 온도는 150 ~ 260 $^{\circ}$ C, 컬럼온도는 30 ~ 250 $^{\circ}$ C, 검출기온도는 250 ~ 280 $^{\circ}$ C로 사용한다.

2.1.3 불꽃이온화검출기(FID)는 수소연소노즐(nozzle), 이온 수집기(ion collector)로 구성되는 본체와 이 전극 사이에 직류전압을 주어 흐르는 이온전류를 측정하기 위한 직류전압 변환 회로, 감도 조절부, 신호감쇄부 등으로 구성된다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 메탄올(methanol, CH₃OH)

3.2 표준용액

3.2.1 이황화탄소 표준원액 (1,000 mg/L)

이황화탄소 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 이황화탄소 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 이황화탄소 1 mg을 함유한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 정밀하게 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.2 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 이황화탄소 표준원액 (1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (0.5 ~ 20) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

4.2.2 전처리한 시료를 기체크로마토그래프에 주입하여 검정곡선 작성 시와 같은 기기 조건하에서 크로마토그램을 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 추출액의 농도(mg/L)를

산출한다.

[주 1] 기기제조 회사 또는 분리컬럼의 종류 등에 따라 유지시간(Retention time), 피크 높이가 달라 질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-624 (60 m × 0.32mm × 1.8μm)					
운반기체(유속)	헬륨 (1.0 mL/min)					
분할비	1 : 5					
주입구 온도	240 °C					
검출기 온도	270 °C					
오븐 온도	초기온도 (°C)	초기시간 (min.)	승온속도 (°C/min.)	중간온도 (°C)	승온속도 (°C/min.)	최종온도 (°C)
	40.0	2.0	5.0	210.0	25.0	210.0

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 이황화탄소의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 이황화탄소의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C₁ : 분석시료의 이황화탄소 농도(mg/L)

C₀ : 방법바탕시료의 이황화탄소 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

차. N-Methyl formamide(2019-1-937, 123-39-7)

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 N-메틸포름아미드 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래프법으로 시료 중 대상물질을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 N-메틸포름아미드 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

N-메틸포름아미드

1.4 간섭물질

1.4.1 해당 매질 또는 추출 용매 안에 함유하고 있는 불순물이 분석을 방해할 수 있다. 이 경우 방법 바탕시료나 시약 바탕 시료를 분석하여 확인할 수 있다. 방해물질이 존재하면 용매를 증류하거나 정제용 컬럼을 이용하여 제거한다. 고순도의 시약이나 용매를 사용하면 방해물질을 최소화할 수 있다.

1.4.2 유리 기구류는 사용 전에 아세톤, 분석 용매 순으로 세정한 후 건조시킨 것을 사용하여 오염을 최소화한다.

1.4.3 높은 농도의 시료와 낮은 농도의 시료를 연속하여 측정할 때에는 오염의 가능성이 있으므로 용매를 사용하여 점검하는 것이 좋다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 μ m, 길이 15 ~ 60 m의 DB-1, DB-5 및 DB-624 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료 도입부 온도는 150 ~ 250 $^{\circ}$ C, 컬럼온도는 30 ~ 250 $^{\circ}$ C, 검출기온도는 250 ~ 280 $^{\circ}$ C로 사용한다.

2.1.3 불꽃이온화검출기(FID)는 수소연소노즐(nozzle), 이온 수집기(ion collector)로 구성되는 본체와 이 전극 사이에 직류전압을 주어 흐르는 이온전류를 측정하기 위한 직류전압 변환 회로, 감도 조절부, 신호감쇄부 등으로 구성된다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 메탄올(methanol, CH₃OH)

3.2 표준용액

3.2.1 N-메틸포름아미드 표준원액 (1,000 mg/L)

N-메틸포름아미드 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 N-메틸포름아미드 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 N-메틸포름아미드 1 mg을 함유한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 정밀하게 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 메탄올 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.2 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 N-메틸포름아미드 표준원액 (1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (1 ~ 20) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

4.2.2 전처리한 시료를 기체크로마토그래프에 주입하여 검정곡선 작성 시와 같은 기기

조건하에서 크로마토그램을 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 추출액의 농도(mg/L)를 산출한다.

[주 1] 기기제조 회사 또는 분리컬럼의 종류 등에 따라 유지시간(Retention time), 피크 높이가 달라질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-624 (60 m × 0.32 mm × 1.8 μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (1.0 mL/min)				
분할비	1 : 5				
주입구 온도	250 °C				
검출기 온도	300 °C				
오븐 온도	초기온도 (°C)	초기시간 (min.)	승온속도 (°C/min.)	최종온도 (°C)	최종시간 (min.)
	40.0	2.0	10.0	250.0	5.0

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 N-메틸포름아미드의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 N-메틸포름아미드의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 N-메틸포름아미드 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 N-메틸포름아미드 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

카. Diethyl sulfate(97-1-407, 64-67-5)

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 황산디에틸의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기 용매로 추출하여 기체크로마토그래프법으로 시료 중 대상물질을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 황산디에틸 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

황산디에틸

1.4 간섭물질

1.4.1 해당 매질 또는 추출 용매 안에 함유하고 있는 불순물이 분석을 방해할 수 있다. 이 경우 방법 바탕시료나 시약 바탕 시료를 분석하여 확인할 수 있다. 방해물질이 존재하면 용매를 증류하거나 정제용 컬럼을 이용하여 제거한다. 고순도의 시약이나 용매를 사용하면 방해물질을 최소화할 수 있다.

1.4.2 유리 기구류는 사용 전에 아세톤, 분석 용매 순으로 세정한 후 건조시킨 것을 사용하여 오염을 최소화한다.

1.4.3 높은 농도의 시료와 낮은 농도의 시료를 연속하여 측정할 때에는 오염의 가능성이 있으므로 용매를 사용하여 점검하는 것이 좋다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 μ m, 길이 15 ~ 60 m의 DB-1, DB-5 및 DB-624 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료 도입부 온도는 150 ~ 250 $^{\circ}$ C, 컬럼온도는 30 ~ 250 $^{\circ}$ C, 검출기온도는 250 ~ 280 $^{\circ}$ C로 사용한다.

2.1.3 불꽃이온화검출기(FID)는 수소연소노즐(nozzle), 이온 수집기(ion collector)로 구성되는 본체와 이 전극 사이에 직류전압을 주어 흐르는 이온전류를 측정하기 위한 직류전압 변환 회로, 감도 조절부, 신호감쇄부 등으로 구성된다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 메탄올(methanol, CH₃OH)

3.2 표준용액

3.2.1 황산디에틸 표준원액 (1,000 mg/L)

황산디에틸 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 황산디에틸 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 황산 디에틸 1 mg을 함유한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 정밀하게 달아 10 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 메탄올 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.2 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 황산디에틸 표준원액 (1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (0.5 ~ 20) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

4.2.2 전처리한 시료를 기체크로마토그래프에 주입하여 검정곡선 작성 시와 같은 기기 조

건하에서 크로마토그램을 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 추출액의 농도(mg/L)를 산출한다.

[주 1] 기기제조 회사 또는 분리컬럼의 종류 등에 따라 유지시간(Retention time), 피크 높이가 달라 질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-624 (60 m × 0.32mm × 1.8µm)					
운반기체(유속)	헬륨 (1.0 mL/min)					
분할비	1 : 5					
주입구 온도	240 °C					
검출기 온도	250 °C					
오븐 온도	초기온도 (°C)	초기시간 (min.)	승온속도 (°C/min.)	중간온도 (°C)	승온속도 (°C/min.)	최종온도 (°C)
	40.0	2.0	5.0	100.0	25.0	210.0

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 황산디에틸의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 황산디에틸의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 황산디에틸 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 황산디에틸 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

타. Binapacryl 외 4종

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 비나파크릴, 싸이플루트린 등의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래프법으로 시료 중 대상물질을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 비나파크릴, 싸이플루트린 등 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

비나파크릴 외 4종

1.4 간섭물질

1.4.1 해당 매질 또는 추출 용매 안에 함유하고 있는 불순물이 분석을 방해할 수 있다. 이 경우 방법 바탕시료나 시약 바탕 시료를 분석하여 확인할 수 있다. 방해물질이 존재하면 용매를 증류하거나 정제용 컬럼을 이용하여 제거한다. 고순도의 시약이나 용매를 사용하면 방해물질을 최소화할 수 있다.

1.4.2 유리 기구류는 사용 전에 아세톤, 분석 용매 순으로 세정한 후 건조시킨 것을 사용하여 오염을 최소화한다.

1.4.3 높은 농도의 시료와 낮은 농도의 시료를 연속하여 측정할 때에는 오염의 가능성이 있으므로 용매를 사용하여 점검하는 것이 좋다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 μ m, 길이 15 ~ 60 m의 DB-1, DB-5 및 DB-624 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료 도입부 온도는 150 ~ 250 $^{\circ}$ C, 컬럼온도는 30 ~ 250 $^{\circ}$ C, 검출기온도는 250 ~ 280 $^{\circ}$ C로 사용한다.

2.1.3 불꽃이온화검출기(FID)는 수소연소노즐(nozzle), 이온 수집기(ion collector)로 구성되는 본체와 이 전극 사이에 직류전압을 주어 흐르는 이온전류를 측정하기 위한 직류전압

변환회로, 감도 조절부, 신호감쇄부 등으로 구성된다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 메탄올(methanol, CH₃OH)

3.2 표준용액

3.2.1 비나프크릴 표준원액 (1,000 mg/L)

비나프크릴 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 비나프크릴 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 비나프크릴 1 mg을 함유한다.

3.2.2 싸이플루트린 표준원액 (1,000 mg/L)

싸이플루트린 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 싸이플루트린 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 싸이플루트린 1 mg을 함유한다.

3.2.3 알드린 표준원액 (1,000 mg/L)

알드린 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 알드린 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 알드린 1 mg을 함유한다.

3.2.4 첵타폴 표준원액 (1,000 mg/L)

캡타폴 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 캡타폴 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 캡타폴 1 mg을 함유한다.

3.2.5 1,2-디브로모-3-클로로프로판 표준원액 (1,000 mg/L)

1,2-디브로모-3-클로로프로판 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 1,2-디브로모-3-클로로프로판 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 1,2-디브로모-3-클로로프로판 1 mg을 함유한다.

3.2.6 혼합표준용액 (200 mg/L)

10 mL 부피플라스크에 각 표준원액 2.0 mL 씩 넣고 메탄올로 표선까지 채운 다음 혼합한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고에 보존하고, 제조 후 4 주일 이내에 사용한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 정밀하게 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 메탄올 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.2 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 혼합표준용액 (100 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (10 ~ 200) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

4.2.2 전처리한 시료를 기체크로마토그래프에 주입하여 검정곡선 작성 시와 같은 기기 조건하에서 크로마토그램을 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 추출액의 농도(mg/L)를 산출한다.

[주 1] 기기제조 회사 또는 분리컬럼의 종류 등에 따라 유지시간(Retention time), 피크 높이가 달라 질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-5 (30 m × 0.25mm × 0.25μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (1.0 mL/min)				
분할비	1 : 10				
주입구 온도	260 °C				
검출기 온도	270 °C				
오븐 온도	초기온도 (°C)	초기시간 (min.)	승온속도 (°C/min.)	최종온도 (°C)	최종시간 (min.)
	40.0	5.0	10.0	300	5.0

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 대상물질의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C₁ : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C₀ : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<참고> GC(Binapacryl 외 4종) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-118	Binapacryl	485-31-4
97-1-152	Cyfluthrin	68359-37-5
97-1-178 (06-4-19)	Aldrin	309-00-2
97-1-260 (06-4-33)	Captafol	2425-06-1
97-1-419 (06-4-56)	1,2-Dibromo-3-chloropropane	96-12-8

파. Bis(2-ethylhexyl) phthalate 외 2종

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 비스(2-에틸헥실)프탈레이트, 디부틸프탈레이트, 부틸벤질프탈레이트의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래프법으로 시료 중 대상물질을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 비스(2-에틸헥실)프탈레이트, 디부틸프탈레이트, 부틸벤질프탈레이트 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

비스(2-에틸헥실)프탈레이트, 디부틸프탈레이트, 부틸벤질프탈레이트

1.4 간섭물질

1.4.1 해당 매질 또는 추출 용매 안에 함유하고 있는 불순물이 분석을 방해할 수 있다. 이 경우 방법 바탕시료나 시약 바탕 시료를 분석하여 확인할 수 있다. 방해물질이 존재하면 용매를 증류하거나 정제용 컬럼을 이용하여 제거한다. 고순도의 시약이나 용매를 사용하면 방해물질을 최소화할 수 있다.

1.4.2 유리 기구류는 사용 전에 아세톤, 분석 용매 순으로 세정한 후 건조시킨 것을 사용하여 오염을 최소화한다.

1.4.3 높은 농도의 시료와 낮은 농도의 시료를 연속하여 측정할 때에는 오염의 가능성이 있으므로 용매를 사용하여 점검하는 것이 좋다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 μ m, 길이 15 ~ 60 m의 DB-1, DB-5 및 DB-624 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료 도입부 온도는 150 ~ 250 $^{\circ}$ C, 컬럼온도는 30 ~ 250 $^{\circ}$ C, 검출기온도는 250 ~ 280 $^{\circ}$ C로 사용한다.

2.1.3 불꽃이온화검출기(FID)는 수소연소노즐(nozzle), 이온 수집기(ion collector)로 구성되는

본체와 이 전극 사이에 직류전압을 주어 흐르는 이온전류를 측정하기 위한 직류전압 변환 회로, 감도 조절부, 신호감쇄부 등으로 구성된다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 노말 헥산(n-Hexane, C₆H₁₄)

3.2 표준용액

3.2.1 비스(2-에틸헥실)프탈레이트 표준원액 (1,000 mg/L)

비스(2-에틸헥실)프탈레이트 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 비스(2-에틸헥실)프탈레이트 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 비스(2-에틸헥실)프탈레이트 1 mg을 함유한다.

3.2.2 디부틸프탈레이트 표준원액 (1,000 mg/L)

디부틸프탈레이트 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 디부틸프탈레이트 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 디부틸프탈레이트 1 mg을 함유한다.

3.2.3 부틸벤질프탈레이트 표준원액 (1,000 mg/L)

부틸벤질프탈레이트 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 부틸벤질프탈레이트 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 부틸벤질프탈레이트 1 mg을 함유한다.

3.2.4 혼합표준용액 (200 mg/L)

10 mL 부피플라스크에 각 표준원액 2.0 mL 씩 넣고 메탄올로 표선까지 채운 다음 혼합한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고에 보존하고, 제조 후 4 주일 이내에 사용한다. 또는 혼합표준용액으로 제조하여 판매하는 경우, 시판되는 혼합표준물질을 사용할 수 있다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 정밀하게 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 노말 헥산 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 노말 헥산 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.2 0.45 μ m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 혼합표준용액 (200 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (1 ~ 50) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μ L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

4.2.2 전처리한 시료를 기체크로마토그래프에 주입하여 검정곡선 작성 시와 같은 기기 조건하에서 크로마토그램을 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 추출액의 농도(mg/L)를 산출한다.

[주 1] 기기제조 회사 또는 분리컬럼의 종류 등에 따라 유지시간(Retention time), 피크 높이가 달라질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-5 (30 m × 0.25mm × 0.25 μ m)				
운반기체(유속)	헬륨 (1.0 mL/min)				
분할비	1 : 10				
주입구 온도	260 °C				
검출기 온도	270 °C				
오븐 온도	초기온도 (°C)	초기시간 (min.)	승온속도 (°C/min.)	최종온도 (°C)	최종시간 (min.)
	40.0	5.0	10.0	300	5.0

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 대상물질의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법마다시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<참고> GC(Bis(2-ethylhexyl) phthalate 외 2종) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
2006-1-556	Bis(2-ethylhexyl) phthalate	117-81-7
2006-1-557	Dibutyl phthalate	84-74-2
2006-1-558	Butylbenzyl phthalate	85-68-7

하. Nitrobenzene의 3종

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 니트로벤젠, 2-니트로톨루엔 등의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래프법으로 시료 중 대상물질을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 니트로벤젠, 2-니트로톨루엔 등 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

니트로벤젠 외 3종

1.4 간섭물질

1.4.1 해당 매질 또는 추출 용매 안에 함유하고 있는 불순물이 분석을 방해할 수 있다. 이 경우 방법 바탕시료나 시약 바탕 시료를 분석하여 확인할 수 있다. 방해물질이 존재하면 용매를 증류하거나 정제용 컬럼을 이용하여 제거한다. 고순도의 시약이나 용매를 사용하면 방해물질을 최소화할 수 있다.

1.4.2 유리 기구류는 사용 전에 아세톤, 분석 용매 순으로 세정한 후 건조시킨 것을 사용하여 오염을 최소화한다.

1.4.3 높은 농도의 시료와 낮은 농도의 시료를 연속하여 측정할 때에는 오염의 가능성이 있으므로 용매를 사용하여 점검하는 것이 좋다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 μ m, 길이 15 ~ 60 m의 DB-1, DB-5 및 DB-624 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료 도입부 온도는 150 ~ 250 $^{\circ}$ C, 컬럼온도는 30 ~ 250 $^{\circ}$ C, 검출기온도는 250 ~ 280 $^{\circ}$ C로 사용한다.

2.1.3 불꽃이온화검출기(FID)는 수소연소노즐(nozzle), 이온 수집기(ion collector)로 구성되는 본체와 이 전극 사이에 직류전압을 주어 흐르는 이온전류를 측정하기 위한 직류전압 변환 회로, 감도 조절부, 신호감쇄부 등으로 구성된다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 메탄올(methanol, CH₃OH)

3.2 표준용액

3.2.1 니트로벤젠 표준원액 (1,000 mg/L)

니트로벤젠 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 니트로벤젠 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 니트로벤젠 1 mg을 함유한다.

3.2.2 2-니트로톨루엔 표준원액 (1,000 mg/L)

2-니트로톨루엔 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 2-니트로톨루엔 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 2-니트로톨루엔 1 mg을 함유한다.

3.2.3 2,6-디니트로톨루엔 표준원액 (1,000 mg/L)

2,6-디니트로톨루엔 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 2,6-디니트로톨루엔 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

1 mL는 2,6-디니트로톨루엔 1 mg을 함유한다.

3.2.4 2,4-디니트로톨루엔 표준원액 (1,000 mg/L)

2,4-디니트로톨루엔 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 2,4-디니트로톨루엔 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 2,4-디니트로톨루엔 1 mg을 함유한다.

3.2.5 혼합표준용액 (200 mg/L)

10 mL 부피플라스크에 각 표준원액 2.0 mL 씩 넣고 메탄올로 표선까지 채운 다음 혼합한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고에 보존하고, 제조 후 4 주일 이내에 사용한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 정밀하게 달아 20 mL 부피플라스크에 메탄올 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 메탄올 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.2 0.45 μ m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 혼합표준용액 (200 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (1 ~ 50) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μ L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

4.2.2 전처리한 시료를 기체크로마토그래프에 주입하여 검정곡선 작성 시와 같은 기기 조건하에서 크로마토그램을 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 추출액의 농도(mg/L)를 산출한다.

[주 1] 기기제조 회사 또는 분리컬럼의 종류 등에 따라 유지시간(Retention time), 피크 높이가 달라질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-5 (30 m × 0.25mm × 0.25μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (1.0 mL/min)				
분할비	1 : 5				
주입구 온도	250 °C				
검출기 온도	280 °C				
오븐 온도	초기온도 (°C)	초기시간 (min.)	승온속도 (°C/min.)	최종온도 (°C)	최종시간 (min.)
	40.0	2.0	5.0	250.0	5.0

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 대상물질의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<참고> GC(Nitrobenzene외 3종) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-12	Nitrobenzene	98-95-3
2013-1-661	2-Nitrotoluene	88-72-2
2014-1-695	2,6-dinitrotoluene	606-20-2
2014-1-695	2,4-Dinitrotoluene	121-14-2

가. Nicotine hydrogen tartrate(97-1-11, 65-31-6)

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 니코틴타트레이트 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래프법으로 시료 중 대상물질을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 니코틴타트레이트 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

니코틴타트레이트

1.4 간섭물질

1.4.1 해당 매질 또는 추출 용매 안에 함유하고 있는 불순물이 분석을 방해할 수 있다. 이 경우 방법 바탕시료나 시약 바탕 시료를 분석하여 확인할 수 있다. 방해물질이 존재하면 용매를 증류하거나 정제용 컬럼을 이용하여 제거한다. 고순도의 시약이나 용매를 사용하면 방해물질을 최소화할 수 있다.

1.4.2 유리 기구류는 사용 전에 아세톤, 분석 용매 순으로 세정한 후 건조시킨 것을 사용하여 오염을 최소화한다.

1.4.3 높은 농도의 시료와 낮은 농도의 시료를 연속하여 측정할 때에는 오염의 가능성이 있으므로 용매를 사용하여 점검하는 것이 좋다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 μ m, 길이 15 ~ 60 m의 CP-Chirasil 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료 도입부 온도는 150 ~ 250 $^{\circ}$ C, 컬럼온도는 30 ~ 250 $^{\circ}$ C, 검출기온도는 250 ~ 280 $^{\circ}$ C로 사용한다.

2.1.3 불꽃이온화검출기(FID)는 수소연소노즐(nozzle), 이온 수집기(ion collector)로 구성되는 본체와 이 전극 사이에 직류전압을 주어 흐르는 이온전류를 측정하기 위한 직류전압 변환 회로, 감도 조절부, 신호감쇄부 등으로 구성된다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 메탄올(methanol, CH₃OH)

3.2 표준용액

3.2.1 니코틴타트레이트 표준원액 (1,000 mg/L)

니코틴타트레이트 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 니코틴타트레이트 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 니코틴타트레이트 1 mg을 함유한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 정밀하게 달아 10 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 메탄올 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.2 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 니코틴타트레이트 표준원액 (1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (20 ~ 200) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

4.2.2 전처리한 시료를 기체크로마토그래프에 주입하여 검정곡선 작성 시와 같은 기기

조건하에서 크로마토그램을 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 추출액의 농도(mg/L)를 산출한다.

[주 1] 기기제조 회사 또는 분리컬럼의 종류 등에 따라 유지시간(Retention time), 피크 높이가 달라질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	Phenomen CP7502 CP-Chirasil (25 m × 0.25mm × 0.25µm)				
운반기체(유속)	헬륨 (1.0 mL/min)				
분할비	1 : 10				
주입구 온도	240 °C				
검출기 온도	250 °C				
오븐 온도	초기온도 (°C)	초기시간 (min.)	승온속도 (°C/min.)	최종온도 (°C)	최종시간 (min.)
	50.0	5.0	4.0	225.0	5.0

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 니코틴타트레이트의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 니코틴타트레이트의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 니코틴타트레이트 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 니코틴타트레이트 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

나. (S)-Epichlorohydrin 외 1종

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 에피클로로히드린 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래프법으로 시료 중 대상물질을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 에피클로로히드린 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

(S)-에피클로로히드린, (R)-에피클로로히드린

1.4 간섭물질

1.4.1 해당 매질 또는 추출 용매 안에 함유하고 있는 불순물이 분석을 방해할 수 있다. 이 경우 방법 바탕시료나 시약 바탕 시료를 분석하여 확인할 수 있다. 방해물질이 존재하면 용매를 증류하거나 정제용 컬럼을 이용하여 제거한다. 고순도의 시약이나 용매를 사용하면 방해물질을 최소화할 수 있다.

1.4.2 유리 기구류는 사용 전에 아세톤, 분석 용매 순으로 세정한 후 건조시킨 것을 사용하여 오염을 최소화한다.

1.4.3 높은 농도의 시료와 낮은 농도의 시료를 연속하여 측정할 때에는 오염의 가능성이 있으므로 용매를 사용하여 점검하는 것이 좋다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 μ m, 길이 15 ~ 60 m의 DB-1, DB-5 및 DB-624 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료 도입부 온도는 150 ~ 250 $^{\circ}$ C, 컬럼온도는 30 ~ 250 $^{\circ}$ C, 검출기온도는 250 ~ 280 $^{\circ}$ C로 사용한다.

2.1.3 불꽃이온화검출기(FID)는 수소연소노즐(nozzle), 이온 수집기(ion collector)로 구성되는 본체와 이 전극 사이에 직류전압을 주어 흐르는 이온전류를 측정하기 위한 직류전압 변환 회로, 감도 조절부, 신호감쇄부 등으로 구성된다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 메탄올(methanol, CH₃OH)

3.2 표준용액

3.2.1 (S)-에피클로로히드린 표준원액 (1,000 mg/L)

(S)-에피클로로히드린 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 (S)-에피클로로히드린 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 (S)-에피클로로히드린 1 mg을 함유한다.

3.2.2 (R)-에피클로로히드린 표준원액 (1,000 mg/L)

(R)-에피클로로히드린 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 (R)-에피클로로히드린 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 (R)-에피클로로히드린 1 mg을 함유한다.

3.2.3 혼합표준용액 (500 mg/L)

10 mL 부피플라스크에 각 표준원액 5.0 mL 씩 넣고 메탄올로 표선까지 채운 다음 혼합한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고에 보존하고, 제조 후 4 주일 이내에 사용한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 정밀하게 달아 10 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를

적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 메탄올 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.2 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 혼합표준용액 (500 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (1 ~ 20) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

4.2.2 전처리한 시료를 기체크로마토그래프에 주입하여 검정곡선 작성 시와 같은 기기 조건하에서 크로마토그램을 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 추출액의 농도(mg/L)를 산출한다.

[주 1] 기기제조 회사 또는 분리컬럼의 종류 등에 따라 유지시간(Retention time), 피크 높이가 달라질 수 있으므로 사용기에 대한 설명서를 참조한다.

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-624 (60 m × 0.32mm × 1.8μm)				
운반기체(유속)	헬륨(1.0 mL/min)				
분할비	1 : 5				
주입구 온도	250 °C				
검출기 온도	270 °C				
오븐 온도	초기온도 (°C)	초기시간 (min.)	승온속도 (°C/min.)	중간온도 (°C)	최종온도 (°C)
	40.0	2.0	15.0	250.0	5.0

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 대상물질의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 회석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<참고> GC((S)-Epichlorohydrin 외 1종) 대상 물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-192	(S)-Epichlorohydrin	67843-74-7
97-1-192	(R)-Epichlorohydrin	51594-55-9

6. 기체크로마토그래프-질량분석법(GC/MS)

가. Triglycidyl isocyanurate(2014-1-686, 2451-62-9)

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 트리글리시딜이소시아누레이트의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래프 질량분석법으로 시료 중 대상물질을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 트리글리시딜이소시아누레이트 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

트리글리시딜이소시아누레이트

1.4 간섭물질

1.4.1 해당 매질 또는 추출 용매 안에 함유하고 있는 불순물이 분석을 방해할 수 있다. 이 경우 방법 바탕시료나 시약 바탕 시료를 분석하여 확인할 수 있다. 방해물질이 존재하면 용매를 증류하거나 정제용 컬럼을 이용하여 제거한다. 고순도의 시약이나 용매를 사용하면 방해물질을 최소화할 수 있다.

1.4.2 유리 기구류는 사용 전에 아세톤, 분석 용매 순으로 세정한 후 건조시킨 것을 사용하여 오염을 최소화한다.

1.4.3 높은 농도의 시료와 낮은 농도의 시료를 연속하여 측정할 때에는 오염의 가능성이 있으므로 용매를 사용하여 점검하는 것이 좋다.

1.4.4 시약이나 용매는 특급 이상 또는 HPLC 분석급의 것을 사용하고, 필요한 경우 증류나 정제 과정을 통해 불순물의 방해로 인한 문제를 최소화하도록 한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 μ m, 길이 15 ~ 60 m의 DB-1, DB-5 및 DB-624 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료 도입부 온도는 150 ~ 250 °C, 컬럼온도는 30 ~ 250 °C, 검출기온도는 250 ~ 280 °C로 사용한다.

2.2 질량분석기

2.2.1 이온화방식은 전자충격법 (EI, electron impact)을 사용하며 이온화에너지는 35 eV ~ 70 eV을 사용한다.

2.2.2 질량분석기는 자기장형 (magnetic sector), 사중극자형 (quadrupole) 및 이온트랩형 (ion trap) 등의 성능을 가진 것을 사용한다.

2.2.3 정량분석에는 선택이온검출법 (SIM, Selected Ion Monitoring)을 이용하는 것이 바람직하다. 선택하는 이온들은 표 2의 이온을 사용할 수 있다.

2.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.4 마이크로피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량의 것

3.1 시약

3.1.1 테트라하이드로퓨란(Tetrahydrofuran, (CH₂)₄ O)

3.2 표준용액

3.2.1 트리글리시딜이소시아누레이트 표준원액 (1,000 mg/L)

트리글리시딜이소시아누레이트 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 트리글리시딜이소시아누레이트 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 테트라하이드로퓨란 20 mL을 넣고 녹인 후 테트라하이드로퓨란로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고 (4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 트리글리시딜이소시아누레이트 1 mg을 함유한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 정밀하게 달아 50 mL 부피플라스크에 넣고 테트라하이드로퓨란 또는

적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 테트라하이드로퓨란 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.2 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 트리글리시딜이소시아누레이트 표준원액 (1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (1 ~ 20) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토 그래프/질량분석기에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

4.2.2 전처리한 시료를 기체크로마토그래프에 주입하여 검정곡선 작성 시와 같은 기기 조건하에서 크로마토그램을 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 추출액의 농도(mg/L)를 산출한다.

[주 1] 기기제조 회사 또는 분리컬럼의 종류 등에 따라 유지시간(Retention time), 피크 높이가 달라 질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

<표1. 기체크로마토그래프 질량분석기(MS) 분석 조건 >

컬럼	DB-5 (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (1.0 mL/min)				
분할비	1 : 5				
주입구 온도	250 °C				
이송관 온도	300 °C				
이온소스 온도	230 °C				
검출기 온도	270 °C				
오븐 온도	초기온도 (°C) 40.0	초기시간 (min.) 2.0	승온속도 (°C/min.) 15.0	최종온도 (°C) 250.0	최종시간 (min.) 10.0
이온화방법	EI (Electron Impact), 70 eV				
질량범위	35 amu ~ 500 amu				

〈표2. 분석항목별 선택이온 조건〉

물질명	Cas No.	타겟이온 (m/z)	선택이온 1 (m/z)	선택이온 2 (m/z)
Triglycidyl isocyanurate	2451-61-9	297	255	267

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 트리글리시딜이소시아누레이트의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 트리글리시딜이소시아누레이트의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 트리글리시딜이소시아누레이트 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 트리글리시딜이소시아누레이트 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

나. Benzidine 외 6종

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 벤지딘, 2-나프틸아민 등의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 완충액으로 추출하여 환원분해한 후 기체크로마토그래프 질량분석법으로 시료 중 대상물질을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 벤지딘, 2-나프틸아민 등 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

벤지딘 외 6종

1.4 간섭물질

1.4.1 해당 매질 또는 추출 용매 안에 함유하고 있는 불순물이 분석을 방해할 수 있다. 이 경우 방법 바탕시료나 시약 바탕 시료를 분석하여 확인할 수 있다. 방해물질이 존재하면 용매를 증류하거나 정제용 컬럼을 이용하여 제거한다. 고순도의 시약이나 용매를 사용하면 방해물질을 최소화할 수 있다.

1.4.2 유리 기구류는 사용 전에 아세톤, 분석 용매 순으로 세정한 후 건조시킨 것을 사용하여 오염을 최소화한다.

1.4.3 높은 농도의 시료와 낮은 농도의 시료를 연속하여 측정할 때에는 오염의 가능성이 있으므로 용매를 사용하여 점검하는 것이 좋다.

1.4.4 시약이나 용매는 특급 이상 또는 HPLC 분석급의 것을 사용하고, 필요한 경우 증류나 정제 과정을 통해 불순물의 방해로 인한 문제를 최소화하도록 한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 μ m, 길이 15 ~ 60 m의 DB-1, DB-5 및 DB-624 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료 도입부 온도는 150 ~ 250 $^{\circ}$ C, 컬럼온도는 30 ~ 250 $^{\circ}$ C, 검출기온도는 250 ~ 280 $^{\circ}$ C로 사용한다.

2.2 질량분석기

2.2.1 이온화방식은 전자충격법 (EI, electron impact)을 사용하며 이온화에너지는 35 eV ~ 70 eV을 사용한다.

2.2.2 질량분석기는 자기장형 (magnetic sector), 사중극자형 (quadrupole) 및 이온트랩형 (ion trap) 등의 성능을 가진 것을 사용한다.

2.2.3 정량분석에는 선택이온검출법 (SIM, Selected Ion Monitoring)을 이용하는 것이 바람직하다. 선택하는 이온들은 표 2의 이온을 사용할 수 있다.

2.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.4 마이크로피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량의 것

3.1 시약

3.1.1 메탄올 (methanol, CH₃OH)

3.1.2 클로로벤젠 (Chlorobenzene, C₆H₅Cl)

3.1.3 아세토니트릴 (Acetonitrile, CH₃CN)

3.1.4 메틸 t-부틸 에테르 (MTBE, methyl t-butyl ether, C₅H₁₂O)

3.1.5 n-펜탄 (n-Pentane, C₅H₁₂)

3.1.6 차아황산나트륨(Sodium dithionite, Na₂S₂O₄) 용액

약 60 g의 차아황산나트륨(Na₂S₂O₄)을 400 mL 정제수로 용해시킨다. 용해되지 않은 것은 초음파를 사용하여 완전히 용해시키며 이 용액은 시험 당일 제조한다.

3.1.7 0.06 M 구연산 완충 용액(pH 6)

구연산(C₆H₈O₇) 11.5272 g을 800 mL 정제수로 용해시키고 10 % 수산화나트륨용액을 가하여 pH 6으로 조정하고 정제수로 1 L가 되도록 한다. 0.06 M 구연산 완충 용액(pH 6)은 시판되고 있는 제품을 구매하여 사용할 수 있다.

3.2 표준용액

3.2.1 벤지딘 표준원액 (1,000 mg/L)

벤지딘 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 벤지딘 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여

25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 벤지딘 1 mg을 함유한다.

3.2.2 2-나프틸아민 표준원액 (1,000 mg/L)

2-나프틸아민 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 2-나프틸아민 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 2-나프틸아민 1 mg을 함유한다.

3.2.3 4-아미노비페닐 표준원액 (1,000 mg/L)

4-아미노비페닐 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 4-아미노비페닐 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 4-아미노비페닐 1 mg을 함유한다.

3.2.4 p-아미노아조벤젠 표준원액 (1,000 mg/L)

p-아미노아조벤젠 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 p-아미노아조벤젠 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 p-아미노아조벤젠 1 mg을 함유한다.

3.2.5 4,4'-메틸렌비스(2-클로로아닐린) 표준원액 (1,000 mg/L)

4,4'-메틸렌비스(2-클로로아닐린) 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 4,4'-메틸렌비스(2-클로로아닐린) 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 4,4'-메틸렌비스(2-클로로아닐린) 1 mg을 함유한다.

3.2.6 4,4'-메틸렌디아닐린 표준원액 (1,000 mg/L)

4,4'-메틸렌디아닐린 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 4,4'-메틸렌디아닐린 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이

남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 4,4'-메틸렌디아닐린 1 mg을 함유한다.

3.2.7 4,4'-옥시비스벤젠아민 표준원액 (1,000 mg/L)

4,4'-옥시비스벤젠아민 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 4,4'-옥시비스벤젠아민 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 20 mL을 넣고 녹인 후 메탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 4,4'-옥시비스벤젠아민 1 mg을 함유한다.

3.2.8 혼합표준용액 (100 mg/L)

10 mL 부피플라스크에 각 표준원액 1.0 mL 씩 넣고 메탄올로 표선까지 채운 다음 혼합한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고에 보존하고, 제조 후 4 주일 이내에 사용한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 0.1 g을 정밀하게 달아 70 °C로 예열된 구연산 완충 용액 15 mL를 가한다. 반응 용기를 밀폐하고 70 °C에서 30분 동안 처리한다. 그 후 바로 실온으로 냉각시킨다.

4.1.2 3 mL의 차아황산나트륨 수용액을 아조 그룹의 환원 분해를 위해 반응 용기에 첨가한다. 그런 뒤 강하게 흔들어 섞고, 즉시 70 °C에서 30분 동안 처리한다.

4.1.3 2분 이내에 실온인 (20 ~ 25) °C로 냉각시킨다.

4.1.4 냉각된 용액에 MTBE 5 mL를 넣고 강하게 흔들어준다.

[비 고] 필요 시 용매를 메탄올, 클로로벤젠, 아세토니트릴, n-펜탄을 사용할 수 있다.

MTBE의 층만 0.2 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다. 필요시 희석하여 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 혼합표준용액 (100 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (0.1 ~ 5) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프/질량분석기에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

4.2.2 전처리한 시료를 기체크로마토그래프에 주입하여 검정곡선 작성 시와 같은 기기 조건하에서 크로마토그램을 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 추출액의 농도(mg/L)를 산출한다.

[주 1] 기기제조 회사 또는 분리컬럼의 종류 등에 따라 유지시간(Retention time), 피크 높이가 달라질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

<표1. 기체크로마토그래프 질량분석기(MS) 분석 조건 >

컬럼	DB-35 (30 m × 0.25mm × 0.25μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (1.0 mL/min)				
분할비	1 : 5				
주입구 온도	260 °C				
이송관 온도	300 °C				
검출기 온도	310 °C				
오븐 온도	초기온도 (°C) 100.0	초기시간 (min.) 2.0	승온속도 (°C/min.) 15.0	최종온도 (°C) 310.0	최종시간 (min.) 6.0
이온화방법	EI (Electron Impact), 70 eV				
질량범위	35 amu ~ 500 amu				

<표2. 분석항목별 선택이온 조건 >

물질명	Cas No.	타겟이온 (m/z)	선택이온 1 (m/z)	선택이온 2 (m/z)
4,4'-Methylenedianiline	101-77-9	198	197	182
4,4'-Methylene bis[2-chloroaniline]	101-14-4	231	268	266
4,4'-Oxybisbenzenamine	101-80-4	200	201	171
4-Aminobiphenyl	92-67-1	169	168	167
Benzidine	92-87-5	184	185	183
2-Naphthylamine	91-59-8	143	144	115
p-Aminoazobenzene	60-09-3	92	197	77

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 대상물질의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<참고> GC-MS(Benzidine 외 6종) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-102 (06-4-13)	Benzidine	92-87-5
97-1-412 (06-4-54)	2-Naphthylamine	91-59-8
97-1-445 (06-4-57)	4-Aminobiphenyl	92-67-1
97-1-447	p-Aminoazobenzene	60-09-3
98-1-479 (06-5-13)	4,4' -Methylene bis(2-chloroaniline)	101-14-4
2014-1-699	4,4'-Methylenedianiline	101-77-9
2019-1-935	4,4'-Oxybisbenzenamine	101-80-4

다. Tributyltin hydride 외 1종

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 수산화 트리부틸주석, 산화트리부틸주석의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 유도체화한 후 기체크로마토그래프 질량분석법으로 시료 중 대상물질을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 수산화 트리부틸주석, 산화트리부틸주석 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

수산화 트리부틸주석, 산화트리부틸주석

1.4 간섭물질

1.4.1 해당 매질 또는 추출 용매 안에 함유하고 있는 불순물이 분석을 방해할 수 있다. 이 경우 방법 바탕시료나 시약 바탕 시료를 분석하여 확인할 수 있다. 방해물질이 존재하면 용매를 증류하거나 정제용 컬럼을 이용하여 제거한다. 고순도의 시약이나 용매를 사용하면 방해물질을 최소화할 수 있다.

1.4.2 유리 기구류는 사용 전에 아세톤, 분석 용매 순으로 세정한 후 건조시킨 것을 사용하여 오염을 최소화한다.

1.4.3 높은 농도의 시료와 낮은 농도의 시료를 연속하여 측정할 때에는 오염의 가능성이 있으므로 용매를 사용하여 점검하는 것이 좋다.

1.4.4 시약이나 용매는 특급 이상 또는 HPLC 분석급의 것을 사용하고, 필요한 경우 증류나 정제 과정을 통해 불순물의 방해로 인한 문제를 최소화하도록 한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 μ m, 길이 15 ~ 60 m의 DB-1, DB-5 및 DB-624 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료 도입부 온도는 150 ~ 250 $^{\circ}$ C, 컬럼온도는 30 ~ 250 $^{\circ}$ C, 검출기온도는 250 ~ 280 $^{\circ}$ C로 사용한다.

2.2 질량분석기

2.2.1 이온화방식은 전자충격법 (EI, electron impact)을 사용하며 이온화에너지는 35 eV ~ 70 eV을 사용한다.

2.2.2 질량분석기는 자기장형 (magnetic sector), 사중극자형 (quadrupole) 및 이온트랩형 (ion trap) 등의 성능을 가진 것을 사용한다.

2.2.3 정량분석에는 선택이온검출법 (SIM, Selected Ion Monitoring)을 이용하는 것이 바람직하다. 선택하는 이온들은 표 2의 이온을 사용할 수 있다.

2.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.4 마이크로피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량의 것

3.1 시약

3.1.1 노말헥산(n-Hexane, C₆H₁₄)

3.1.2 에탄올(Ethanol, C₂H₅OH)

3.1.3 메탄올(Methanol, CH₃OH)

3.1.4 무수아세트산나트륨/아세트산 완충 용액

무수아세트산나트륨(Anhydrous sodium acetate, C₂H₃O₂Na) 82 g을 500 mL 증류수에 녹인 후 아세트산(glacial acetic acid, CH₃COOH)으로 pH를 4.5로 조정 한후 1 L로 맞춘다.

3.1.5 4 % 소듐테트라에틸보레이트(Sodium tetraethyl borate, NaB(C₂H₅)₄)

소듐테트라에틸보레이트 1.0 g을 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올을 녹여 표시선까지 채운다.

[비고] 이 용액은 불안정하므로 만든 즉시 사용한다.

3.1.6 무수 황산나트륨(Anhydrous Sodium sulfate, Na₂SO₄ , 142.04)

3.2 표준용액

3.2.1 수산화 트리부틸주석, 산화트리부틸주석 혼합표준원액 (1,000 mg/L)

수산화트리부틸주석, 산화트리부틸주석 각각 100 mg 을 정확히 달아 100 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올로 표시선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 1,000 mg/L가 되도록 제조하며

4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.2 내부표준원액 (1,000 mg/L)

트리프로필틸클로라이드 100 mg을 정확히 달아 100 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 1,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1.0 g을 정밀하게 달아 유리바이알에 취한 후 메탄올 20 mL를 넣고 마개를 닫은 후 초음파 추출기로 70 ℃에서 1시간 동안 추출 후 실온으로 냉각한다.

4.1.2 추출이 끝나면 실온에서 냉각시키고 추출액을 60 mL 바이알에 옮긴다.

4.1.3 내부표준원액(1,000 mg/L) 1 mL와 아세트산나트륨/아세트산 완충용액 10 mL를 가하고, 4 % 테트라에틸보레이트 용액 0.2 mL를 넣는다.

4.1.4 유도체화가 잘 이루어지도록 30초 동안 교반한다.

4.1.5 헥산 5 mL를 가하고 10분 동안 진탕한 다음 헥산층을 취하고, 무수황산나트륨을 이용하여 수분을 제거한 액을 시험액으로 한다.

[비고] 필요에 따라 전처리 과정 중 시료 및 헥산의 양을 달리할 수 있다

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 메탄올 20 mL를 취하여 60 mL 유리바이알에 넣은 후 혼합표준원액 (1,000 mg/L)을 0.075 ~ 1.5 mL 까지 단계적으로 취하여 제조하며, 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다(이를 검정곡선 작성용 표준용액이라고 한다). 검정곡선 작성용 표준용액을 4.1.3 ~ 4.1.5 전처리과정을 따른다. 표준용액의 농도 (C_x)를 가로축 (x 축)에, 각 표준용액에 해당하는 피크 면적 (A_x)과 내부표준물질의 피크면적 (A_i)과의 비 (A_x/A_i)를 세로축 (y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

[주 1] 기기제조 회사 또는 분리컬럼의 종류 등에 따라 유지시간(Retention time), 피크 높이가 달라질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

<표1. 기체크로마토그래프 질량분석기(MS) 분석 조건 >

컬럼	DB-5 (30 m × 0.25mm × 0.25μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (3.0 mL/min)				
분할비	Splitless				
주입구 온도	220 °C				
이송관 온도	260 °C				
이온소스 온도	230 °C				
오븐 온도	초기온도 (°C)	초기시간 (min.)	승온속도 (°C/min.)	최종온도 (°C)	최종시간 (min.)
	40.0	5.0	15.0	300.0	2.0
이온화방법	EI (Electron Impact), 70 eV				
질량범위	35 amu ~ 500 amu				

<표2. 분석항목별 선택이온 조건 >

물질명	Cas No.	타겟이온 (m/z)	선택이온 1 (m/z)	선택이온 2 (m/z)
Tributyltin chloride	1461-22-9	291	263	179

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 대상물질의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C₁ : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C₀ : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<참고> GC-MS(Tributyltin hydride 외 1종) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-139 (06-5-4)	Tributyltin hydride	688-73-3
97-1-139 (06-5-4)	Tributyltin oxide	56-35-9

라. Dibutyltin dichloride(2019-93-9, 683-18-1)

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 이염화이부틸주석의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 유도체화한 후 기체크로마토그래프 질량분석법으로 시료 중 대상물질을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 이염화이부틸주석 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

이염화이부틸주석

1.4 간섭물질

1.4.1 해당 매질 또는 추출 용매 안에 함유하고 있는 불순물이 분석을 방해할 수 있다. 이 경우 방법 바탕시료나 시약 바탕 시료를 분석하여 확인할 수 있다. 방해물질이 존재하면 용매를 증류하거나 정제용 컬럼을 이용하여 제거한다. 고순도의 시약이나 용매를 사용하면 방해물질을 최소화할 수 있다.

1.4.2 유리 기구류는 사용 전에 아세톤, 분석 용매 순으로 세정한 후 건조시킨 것을 사용하여 오염을 최소화한다.

1.4.3 높은 농도의 시료와 낮은 농도의 시료를 연속하여 측정할 때에는 오염의 가능성이 있으므로 용매를 사용하여 점검하는 것이 좋다.

1.4.4 시약이나 용매는 특급 이상 또는 HPLC 분석급의 것을 사용하고, 필요한 경우 증류나 정제과정을 통해 불순물의 방해로 인한 문제를 최소화하도록 한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 μ m, 길이 15 ~ 60 m의 DB-1, DB-5 및 DB-624 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료 도입부 온도는 150 ~ 250 $^{\circ}$ C, 컬럼온도는 30 ~ 250 $^{\circ}$ C, 검출기온도는 250 ~ 280 $^{\circ}$ C로 사용한다.

2.2 질량분석기

2.2.1 이온화방식은 전자충격법 (EI, electron impact)을 사용하며 이온화에너지는 35 eV ~ 70 eV을 사용한다.

2.2.2 질량분석기는 자기장형 (magnetic sector), 사중극자형 (quadrupole) 및 이온트랩형 (ion trap) 등의 성능을 가진 것을 사용한다.

2.2.3 정량분석에는 선택이온검출법 (SIM, Selected Ion Monitoring)을 이용하는 것이 바람직하다. 선택하는 이온들은 표 2의 이온을 사용할 수 있다.

2.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.4 마이크로피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량의 것

3.1 시약

3.1.1 노말헥산(n-Hexane, C₆H₁₄)

3.1.2 에탄올(Ethanol, C₂H₅OH)

3.1.3 메탄올(Methanol, CH₃OH)

3.1.4 무수아세트산나트륨/아세트산 완충 용액

무수아세트산나트륨(Anhydrous sodium acetate, C₂H₃O₂Na) 82 g을 500 mL 증류수에 녹인 후 아세트산(glacial acetic acid, CH₃COOH)으로 pH를 4.5로 조정후 1 L로 맞춘다.

3.1.5 4 % 소듐테트라에틸보레이트(Sodium tetraethyl borate, NaB(C₂H₅)₄)

소듐테트라에틸보레이트 1.0 g을 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올을 녹여 표시선까지 채운다.

[비고] 이 용액은 불안정하므로 만든 즉시 사용한다.

3.1.6 무수 황산나트륨(Anhydrous Sodium sulfate, Na₂SO₄ , 142.04)

3.2 표준용액

3.2.1 이염화이부틸주석 표준원액 (1,000 mg/L)

이염화이부틸주석 100 mg 을 정확히 달아 100 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올로 표시선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 1,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 °C 이하에서 냉장보관하며

제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.2 내부표준원액 (1,000 mg/L)

트리프로필틸클로라이드 100 mg을 정확히 달아 100 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 1,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 °C 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1.0 g을 정밀하게 달아 유리바이알에 취한 후 메탄올 20 mL를 넣고 마개를 닫은 후 초음파 추출기로 70 °C에서 1시간 동안 추출 후 실온으로 냉각한다.

4.1.2 추출이 끝나면 실온에서 냉각시키고 추출액을 60 mL 바이알에 옮긴다.

4.1.3 내부표준원액(1,000 mg/L) 1 mL와 아세트산나트륨/아세트산 완충용액 10 mL를 가하고, 4 % 테트라에틸보레이트 용액 0.2 mL를 넣는다.

4.1.4 유도체화가 잘 이루어지도록 30초 동안 교반한다.

4.1.5 헥산 5 mL를 가하고 10분 동안 진탕한 다음 헥산층을 취하고, 무수황산나트륨을 이용하여 수분을 제거한 액을 시험액으로 한다.

[비고] 필요에 따라 전처리 과정 중 시료 및 헥산의 양을 달리할 수 있다

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 메탄올 20 mL를 취하여 60 mL 유리바이알에 넣은 후 표준원액 (1,000 mg/L)을 0.075 ~ 1.5 mL 까지 단계적으로 취하여 제조하며, 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다(이를 검정곡선 작성용 표준용액이라고 한다). 검정곡선 작성용 표준용액을 4.1.3 ~ 4.1.5 전처리과정을 따른다. 표준용액의 농도 (C_x)를 가로축 (x 축)에, 각 표준용액에 해당하는 피크 면적 (A_x)과 내부표준물질의 피크면적 (A_i)과의 비 (A_x/A_i)를 세로축 (y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

[주 1] 기기제조 회사 또는 분리컬럼의 종류 등에 따라 유지시간(Retention time), 피크 높이가 달라질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

<표1. 기체크로마토그래프 질량분석기(MS) 분석 조건 >

컬럼	DB-5 (30 m × 0.25mm × 0.25μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (3.0 mL/min)				
분할비	Splitless				
주입구 온도	220 °C				
이송관 온도	260 °C				
이온소스 온도	230 °C				
오븐 온도	초기온도 (°C) 40.0	초기시간 (min.) 5.0	승온속도 (°C/min.) 15.0	최종온도 (°C) 300.0	최종시간 (min.) 2.0
이온화방법	EI (Electron Impact), 70 eV				
질량범위	35 amu ~ 500 amu				

<표2. 분석항목별 선택이온 조건 >

물질명	Cas No.	타겟이온 (m/z)	선택이온 1 (m/z)	선택이온 2 (m/z)
Dibutyltin dichloride	683-18-1	263	179	151

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 이염화이부틸주석의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 이염화이부틸주석의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C₁ : 분석시료의 이염화이부틸주석 농도(mg/L)

C₀ : 방법바탕시료의 이염화이부틸주석 농도(mg/L)

f : 회석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

마. Pentacarbonyliron(사고 81, 13463-40-6)

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 펜타카보닐철의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래프 질량분석법으로 시료 중 대상물질을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 펜타카보닐철 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

펜타카보닐철

1.4 간섭물질

1.4.1 해당 매질 또는 추출 용매 안에 함유하고 있는 불순물이 분석을 방해할 수 있다. 이 경우 방법 바탕시료나 시약 바탕 시료를 분석하여 확인할 수 있다. 방해물질이 존재하면 용매를 증류하거나 정제용 컬럼을 이용하여 제거한다. 고순도의 시약이나 용매를 사용하면 방해물질을 최소화할 수 있다.

1.4.2 유리 기구류는 사용 전에 아세톤, 분석 용매 순으로 세정한 후 건조시킨 것을 사용하여 오염을 최소화한다.

1.4.3 높은 농도의 시료와 낮은 농도의 시료를 연속하여 측정할 때에는 오염의 가능성이 있으므로 용매를 사용하여 점검하는 것이 좋다.

1.4.4 시약이나 용매는 특급 이상 또는 HPLC 분석급의 것을 사용하고, 필요한 경우 증류나 정제과정을 통해 불순물의 방해로 인한 문제를 최소화하도록 한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 μ m, 길이 15 ~ 60 m의 DB-1, DB-5 및 DB-624 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료 도입부 온도는 150 ~ 250 $^{\circ}$ C, 컬럼온도는 30 ~ 250 $^{\circ}$ C, 검출기온도는 250 ~ 280 $^{\circ}$ C로 사용한다.

2.2 질량분석기

2.2.1 이온화방식은 전자충격법 (EI, electron impact)을 사용하며 이온화에너지는 35 eV ~ 70 eV을 사용한다.

2.2.2 질량분석기는 자기장형 (magnetic sector), 사중극자형 (quadrupole) 및 이온트랩형 (ion trap) 등의 성능을 가진 것을 사용한다.

2.2.3 정량분석에는 선택이온검출법 (SIM, Selected Ion Monitoring)을 이용하는 것이 바람직하다. 선택하는 이온들은 표 2의 이온을 사용할 수 있다.

2.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.4 마이크로피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량의 것

3.1 시약

3.1.1 메탄올(Methanol, CH₃OH)

3.1.2 무수 황산나트륨(Anhydrous Sodium sulfate, Na₂SO₄)

3.2 표준용액

3.2.1 펜타카보닐철 표준원액(1,000 mg/L)

표준원액은 펜타카보닐철 100 mg 을 정확히 달아 100 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 1,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 °C 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다. 1 mL는 펜타카보닐철 1 mg을 함유한다.

3.2.2 펜타카보닐철 표준용액(100 mg/L)

이 표준용액은 펜타카보닐철 표준원액을 각각 5 mL를 취하여 50 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 100 mg/L가 되도록 제조하며 4 °C 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 정밀하게 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를

적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 메탄올 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.2 무수황산나트륨을 이용하여 수분을 제거한 뒤 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 펜타카보닐철 표준용액 (100 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (0.1 ~ 5) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프/질량분석기에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

4.2.2 전처리한 시료를 기체크로마토그래프에 주입하여 검정곡선 작성 시와 같은 기기 조건하에서 크로마토그램을 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 추출액의 농도(mg/L)를 산출한다.

[주 1] 기기제조 회사 또는 분리컬럼의 종류 등에 따라 유지시간(Retention time), 피크 높이가 달라질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

<표1. 기체크로마토그래프 질량분석기(MS) 분석 조건 >

컬럼	DB-624 (30 m × 0.25 mm × 1.40 μm)			
운반기체(유속)	헬륨 (1.0 mL/min)			
분할비	Splitless			
주입구 온도	250 °C			
이송관 온도	250 °C			
이온소스 온도	230 °C			
오븐 온도	초기온도 (°C)	초기시간 (min.)	승온속도 (°C/min.)	
	40.0	5.0	4.0	
	중간 온도 (°C)	승온속도 (°C/min.)	최종온도 (°C)	최종시간 (min.)
	60.0	20.0	140.0	1.0
이온화방법	EI (Electron Impact), 70 eV			
질량범위	35 amu ~ 500 amu			

<표2. 분석항목별 선택이온 조건 >

물질명	Cas No.	타겟이온 (m/z)	선택이온 1 (m/z)	선택이온 2 (m/z)
Pentacarbonyliron	13463-40-6	84	56	112

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 펜타카르보닐철의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 펜타카르보닐철의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 펜타카르보닐철 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 펜타카르보닐철 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

바. Hydrazine(97-1-409, 302-01-2)

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 히드라진의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래프 질량분석법으로 시료 중 대상물질을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 히드라진 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

히드라진

1.4 간섭물질

1.4.1 해당 매질 또는 추출 용매 안에 함유하고 있는 불순물이 분석을 방해할 수 있다. 이 경우 방법 바탕시료나 시약 바탕 시료를 분석하여 확인할 수 있다. 방해물질이 존재하면 용매를 증류하거나 정제용 컬럼을 이용하여 제거한다. 고순도의 시약이나 용매를 사용하면 방해물질을 최소화할 수 있다.

1.4.2 유리 기구류는 사용 전에 아세톤, 분석 용매 순으로 세정한 후 건조시킨 것을 사용하여 오염을 최소화한다.

1.4.3 높은 농도의 시료와 낮은 농도의 시료를 연속하여 측정할 때에는 오염의 가능성이 있으므로 용매를 사용하여 점검하는 것이 좋다.

1.4.4 시약이나 용매는 특급 이상 또는 HPLC 분석급의 것을 사용하고, 필요한 경우 증류나 정제 과정을 통해 불순물의 방해로 인한 문제를 최소화하도록 한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 μ m, 길이 15 ~ 60 m의 DB-1, DB-5 및 DB-624 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료 도입부 온도는 150 ~ 250 $^{\circ}$ C, 컬럼온도는 30 ~ 250 $^{\circ}$ C, 검출기온도는 250 ~ 280 $^{\circ}$ C로 사용한다.

2.2 질량분석기

2.2.1 이온화방식은 전자충격법 (EI, electron impact)을 사용하며 이온화에너지는 35 eV ~ 70 eV을 사용한다.

2.2.2 질량분석기는 자기장형 (magnetic sector), 사중극자형 (quadrupole) 및 이온트랩형 (ion trap) 등의 성능을 가진 것을 사용한다.

2.2.3 정량분석에는 선택이온검출법 (SIM, Selected Ion Monitoring)을 이용하는 것이 바람직하다. 선택하는 이온들은 표 2의 이온을 사용할 수 있다.

2.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.4 마이크로피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량의 것

3.1 시약

3.1.1 아세톤(Acetone, CH_3COCH_3)

3.1.2 무수 황산나트륨(Anhydrous Sodium sulfate, Na_2SO_4 , 분자량: 142.04)

3.2 표준용액

3.2.1 히드라진 표준원액 (1,000 mg/L)

히드라진 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 히드라진 표준물질(순도 99.0 % 이상) 25.0 mg을 정확하게 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤 20 mL을 넣고 녹인 후 아세톤으로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 히드라진 1 mg을 함유한다.

3.2.2 히드라진 표준용액 (100 mg/L)

히드라진 표준원액을 각각 5 mL를 취하여 50 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤으로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 100 mg/L가 되도록 제조하며 4 °C 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 정밀하게 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤 또는 적절한 용매를

적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 아세톤 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.2 무수황산나트륨을 이용하여 수분을 제거한 뒤 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 히드라진 표준용액 (100 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (1 ~ 10) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프/질량분석기에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

4.2.2 전처리한 시료를 기체크로마토그래프에 주입하여 검정곡선 작성 시와 같은 기기 조건하에서 크로마토그램을 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 추출액의 농도(mg/L)를 산출한다.

[주 1] 기기제조 회사 또는 분리컬럼의 종류 등에 따라 유지시간(Retention time), 피크 높이가 달라질 수 있으므로 사용기에 대한 설명서를 참조한다.

<표1. 기체크로마토그래프 질량분석기(MS) 분석 조건 >

컬럼	DB-624 (30 m × 0.25 mm × 1.40 μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (1.0 mL/min)				
분할비	1 : 5				
주입구 온도	250 °C				
이송관 온도	250 °C				
이온소스 온도	230 °C				
오븐 온도	초기온도 (°C) 40.0	초기시간 (min.) 3.0	승온속도 (°C/min.) 10.0	최종온도 (°C) 150.0	최종시간 (min.) 1.0
이온화방법	EI (Electron Impact), 70 eV				
질량범위	35 amu ~ 500 amu				

〈표2. 분석항목별 선택이온 조건〉

물질명	Cas No.	타겟이온 (m/z)	선택이온 1 (m/z)	선택이온 2 (m/z)
Acetone azine	627-70-3	56	97	112

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 히드라진의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 히드라진의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 히드라진 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 히드라진 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

7. 액체크로마토그래피법(LC)

가. Nicotine

1) 개요

1.1 목적

이 시험기준은 유해화학물질 중 S-(-)-니코틴과 R-(+)-니코틴의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래피법으로 시료 중 S-(-)-니코틴과 R-(+)-니코틴을 분리하여 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 유해화학물질 중의 S-(-)-니코틴과 R-(+)-니코틴 등 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

S-(-)-니코틴 외 1종

1.4 간섭물질

1.4.1 추출 용매에는 분석성분의 머무름 시간에서 피크가 나타나는 간섭물질이 있을 수 있다. 희석 용매 안에 간섭물질이 발견되면 증류하거나 컬럼 크로마토그래피에 의해 제거한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 고성능액체크로마토그래프

2.1.1 고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이검출기, DAD)로 이루어져야한다. 분리관은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 분리관(ODS 계통 분리관)을 사용하고 이동상 용매를 혼합비율에 따라 조절할 수 있어야 한다. 주입구(Injector)의 샘플루프(Loop)는 대상 시료의 농도에 따라 20 ~ 100 μ L의 범위 내의 것을 사용한다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 초음파추출기

2.4 시린지 필터

0.45 μm 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.5 부피플라스크

10 ~ 1000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.6 피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 에탄올

에탄올(Ethanol, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.1.2 헥산

헥산(Hexane, C_6H_{14})은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.1.3 트리플루오로아세트산

트리플루오로아세트산(Trifluoroacetic acid, $\text{CF}_3\text{CO}_2\text{H}$)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.1.4 트리에탄올아민

트리에탄올아민(Triethanolamine, $\text{C}_6\text{H}_{15}\text{NO}_3$)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.2 표준용액

3.2.1 S-(-)-니코틴 표준원액 (1,000 mg/L)

고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.1.1 25 mL 부피플라스크에 에탄올 20 mL를 넣고 S-(-)-니코틴(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 에탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

3.2.1.2 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 $^{\circ}\text{C}$ 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

3.2.2 R-(+)-니코틴 표준원액 (1,000 mg/L)

고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.2.1 25 mL 부피플라스크에 에탄올 20 mL를 넣고 R-(+)-니코틴(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 에탄올으로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

3.2.2.2 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

3.2.3 S-(-)-니코틴 및 R-(+)-니코틴 혼합표준용액(100 mg/L)

50 mL 부피플라스크에 각각의 표준원액(1,000 mg/L)을 5 mL씩 정확히 취하여 넣고 에탄올로 표선을 채운다. 필요시 이 용액을 단계적으로 희석하여 사용한다.

4) 분석절차

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 무게를 측정하여 20 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올을 가하여 초음파 추출기로 추출한다.

4.1.2 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 에탄올로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.3 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 S-(-)-니코틴 및 R-(+)-니코틴 혼합표준용액(100mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다.

4.2.2 S-(-)-니코틴 및 R-(+)-니코틴 각각의 농도를 가로축(x 축)에, S-(-)-니코틴 및 R-(+)-니코틴 각각의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

4.3 측정

4.3.1 시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 고성능액체 크로마토그래프에 주입한다.

4.3.2 고성능액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

< 액체크로마토그래프-자외선/가시광선 분광광도계 분석 조건 >

항목	조 건
컬럼	ChiracelOJ-3 column (250 mm x 4.6 with 3 μ m)
이동상	A : 0.12% Trifluoroacetic acid in Hexane, B : 0.08% Triethanolamine in EtOH A : B = 80 : 20
유속	1 mL/min
파장	262 nm
주입량	10 μ L
컬럼 온도	30 $^{\circ}$ C

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 대상물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량 (mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<참고> LC(Nicotine) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-11	S-(-)-Nicotine	54-11-5
97-1-795	R-(+)-Nicotine	25162-00-9
97-1-795	(RS)-Nicotine	22083-74-5

나. Warfarin(79-1-219, 81-81-2)

1) 개요

1.1 목적

이 시험기준은 유해화학물질 중 와파린의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래프-자외선/가시광선 분광광도계로 시료 중 와파린을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 유해화학물질 중의 와파린 물질 분석에 적용한다.

1.3 간섭물질

1.3.1 추출 용매에는 분석성분의 머무름 시간에서 피크가 나타나는 간섭물질이 있을 수 있다. 희석 용매 안에 간섭물질이 발견되면 증류하거나 컬럼 크로마토그래피에 의해 제거한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 고성능액체크로마토그래프

2.1.1 고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이검출기, DAD)로 이루어져야 한다. 분리관은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 분리관(ODS 계통 분리관)을 사용하고 이동상 용매를 혼합비율에 따라 조절할 수 있어야 한다. 주입구(Injector)의 샘플 루프(Loop)는 대상 시료의 농도에 따라 20 ~ 100 μ L의 범위 내의 것을 사용한다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 초음파추출기

2.4 시린지 필터

0.45 μ m 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.5 부피플라스크

10 ~ 1000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.6 피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 메탄올

메탄올(methanol, CH₃OH)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.2 표준용액

3.2.1 와파린 표준원액 (1,000 mg/L)

고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.1.1 25 mL 부피플라스크에 메탄올 20 mL를 넣고 와파린(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

3.2.1.2 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

3.2.2 와파린 표준용액(100 mg/L)

50 mL 부피플라스크에 표준원액(1,000 mg/L) 5 mL를 정확히 취하여 넣고 메탄올로 표선을 채운다. 필요시 이 용액을 단계적으로 희석하여 사용한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 무게를 측정하여 20 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다.

4.1.2 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 메탄올 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.3 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 와파린 표준용액(100 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 검정곡선용

표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다.

4.2.2 와파린의 농도를 가로축(x 축)에, 와파린의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

4.3 측정

4.3.1 시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주입한다.

4.3.2 액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

< 액체크로마토그래프-자외선/가시광선 분광광도계 분석 조건 >

항목	조 건																		
컬럼	C ₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) A : 0.25% acetic acid in water B : 0.25% acetic acid in Methanol																		
이동상	<table border="1"> <thead> <tr> <th>시간(min)</th> <th>A(%)</th> <th>B(%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>0~2</td> <td>90</td> <td>10</td> </tr> <tr> <td>7</td> <td>5</td> <td>95</td> </tr> <tr> <td>13</td> <td>5</td> <td>95</td> </tr> <tr> <td>15</td> <td>90</td> <td>10</td> </tr> <tr> <td>20</td> <td>90</td> <td>10</td> </tr> </tbody> </table>	시간(min)	A(%)	B(%)	0~2	90	10	7	5	95	13	5	95	15	90	10	20	90	10
	시간(min)	A(%)	B(%)																
	0~2	90	10																
	7	5	95																
	13	5	95																
15	90	10																	
20	90	10																	
유속	1 mL/min																		
주입량	10 μL																		
컬럼 온도	25 °C																		
파장	300 nm																		

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 대상물질의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C₁ : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

다. Bisphenol-A(2019-93-4, 80-05-7)

1) 개요

1.1 목적

이 시험기준은 유해화학물질 중 비스페놀 A의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래프-자외선/가시광선 분광광도계로 시료 중 비스페놀 A를 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 유해화학물질 중의 비스페놀 A 물질 분석에 적용한다.

1.3 간섭물질

1.3.1 추출 용매에는 분석성분의 머무름 시간에서 피크가 나타나는 간섭물질이 있을 수 있다. 희석 용매 안에 간섭물질이 발견되면 증류하거나 컬럼 크로마토그래피에 의해 제거한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 고성능액체크로마토그래프

2.1.1 고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이검출기, DAD)로 이루어져야 한다. 분리관은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 분리관(ODS 계통 분리관)을 사용하고 이동상 용매를 혼합비율에 따라 조절할 수 있어야 한다. 주입구(Injector)의 샘플 루프(Loop)는 대상 시료의 농도에 따라 20 ~ 100 μ L의 범위 내의 것을 사용한다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 초음파추출기

2.4 시린지 필터

0.45 μ m 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.5 부피플라스크

10 ~ 1000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.6 피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 메탄올

메탄올(methanol, CH₃OH)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.2 표준용액

3.2.1 비스페놀 A 표준원액 (1,000 mg/L)

고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.1.1 25 mL 부피플라스크에 메탄올 20 mL를 넣고 비스페놀 A(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

3.2.1.2 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

3.2.2 비스페놀 A 표준용액(100 mg/L)

50 mL 부피플라스크에 표준원액(1,000 mg/L) 5 mL를 정확히 취하여 넣고 메탄올로 표선을 채운다. 필요시 이 용액을 단계적으로 희석하여 사용한다.

4) 분석절차

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 무게를 측정하여 50 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다.

4.1.2 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 메탄올 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.3 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 비스페놀 A 표준용액(100mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다.

4.2.2 비스페놀 A의 농도를 가로축(x 축)에, 비스페놀 A의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

4.3 측정

4.3.1 시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주입한다.

4.3.2 액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

< 액체크로마토그래프-자외선/가시광선 분광광도계 분석 조건 >

항목	조 건
컬럼	C ₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm)
이동상	정제수 : 아세토니트릴 (40 : 60)
유속	1 mL/min
주입량	10 μL
컬럼 온도	25 °C
파장	270 nm

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 대상물질의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C₁ : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C₀ : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

라. Acrylamide(97-1-171, 79-06-1)

1) 개요

1.1 목적

이 시험기준은 유해화학물질 중 아크릴아마이드의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래프-자외선/가시광선 분광광도계로 시료 중 아크릴아마이드를 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 유해화학물질 중의 아크릴아마이드 물질 분석에 적용한다.

1.3 간섭물질

1.3.1 추출 용매에는 분석성분의 머무름 시간에서 피크가 나타나는 간섭물질이 있을 수 있다. 희석 용매 안에 간섭물질이 발견되면 증류하거나 컬럼 크로마토그래피에 의해 제거한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 고성능액체크로마토그래프

2.1.1 고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이검출기, DAD)로 이루어져야 한다. 분리관은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 분리관(ODS 계통 분리관)을 사용하고 이동상 용매를 혼합비율에 따라 조절할 수 있어야 한다. 주입구(Injector)의 샘플 루프(Loop)는 대상 시료의 농도에 따라 20 ~ 100 μ L의 범위 내의 것을 사용한다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 초음파추출기

2.4 시린지 필터

0.45 μ m 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.5 부피플라스크

10 ~ 1000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.6 피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 메탄올

메탄올(methanol, CH₃OH)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.2 표준용액

3.2.1 아크릴아마이드 표준원액 (1,000 mg/L)

고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.1.1 25 mL 부피플라스크에 메탄올 20 mL를 넣고 아크릴아마이드(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

3.2.1.2 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

3.2.2 아크릴아마이드 표준용액(100 mg/L)

50 mL 부피플라스크에 표준원액(1,000 mg/L) 5 mL를 정확히 취하여 넣고 정제수로 표선을 채운다. 필요시 이 용액을 단계적으로 희석하여 사용한다.

4) 분석절차

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 무게를 측정하여 20 mL 부피플라스크에 넣고 정제수를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다.

4.1.2 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 정제수로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.3 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 아크릴아마이드 표준용액(100 mg/L)을 3개 농도 이상으로 정제수를 이용하여 단계적으로 희석하여 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다.

4.2.2 아크릴아마이드의 농도를 가로축(x 축)에, 아크릴아마이드의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

4.3 측정

4.3.1 시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주입한다.

4.3.2 액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

< 액체크로마토그래프-자외선/가시광선 분광광도계 분석 조건 >

항목	조 건																		
컬럼	C ₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) A : Water, B : Methanol																		
이동상	<table border="1"> <thead> <tr> <th>시간(min)</th> <th>A(%)</th> <th>B(%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>0~3</td> <td>95</td> <td>5</td> </tr> <tr> <td>7</td> <td>5</td> <td>95</td> </tr> <tr> <td>12</td> <td>5</td> <td>95</td> </tr> <tr> <td>15</td> <td>90</td> <td>5</td> </tr> <tr> <td>20</td> <td>90</td> <td>5</td> </tr> </tbody> </table>	시간(min)	A(%)	B(%)	0~3	95	5	7	5	95	12	5	95	15	90	5	20	90	5
	시간(min)	A(%)	B(%)																
	0~3	95	5																
	7	5	95																
	12	5	95																
	15	90	5																
20	90	5																	
유속	1 mL/min																		
주입량	10 μL																		
컬럼 온도	25 °C																		
파장	210 nm																		

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 대상물질의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

마. 2-Imidazolidinethione(2014-1-697, 96-45-7)

1) 개요

1.1 목적

이 시험기준은 유해화학물질 중 2-이미다졸리딘티온의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래프-자외선/가시광선 분광광도계로 시료 중 2-이미다졸리딘티온을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 유해화학물질 중의 2-이미다졸리딘티온 물질 분석에 적용한다.

1.3 간섭물질

1.3.1 추출 용매에는 분석성분의 머무름 시간에서 피크가 나타나는 간섭물질이 있을 수 있다. 희석 용매 안에 간섭물질이 발견되면 증류하거나 컬럼 크로마토그래피에 의해 제거한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 고성능액체크로마토그래프

2.1.1 고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이검출기, DAD)로 이루어져야 한다. 분리관은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 분리관(ODS 계통 분리관)을 사용하고 이동상 용매를 혼합비율에 따라 조절할 수 있어야 한다. 주입구(Injector)의 샘플 루프(Loop)는 대상 시료의 농도에 따라 20 ~ 100 μ L의 범위 내의 것을 사용한다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 초음파추출기

2.4 시린지 필터

0.45 μ m 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.5 부피플라스크

10 ~ 1000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.6 피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 메탄올

메탄올(methanol, CH₃OH)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.2 표준용액

3.2.1 2-이미다졸리딘티온 표준원액 (1,000 mg/L)

고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.1.1 25 mL 부피플라스크에 메탄올 20 mL를 넣고 2-이미다졸리딘티온(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

3.2.1.2 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

3.2.2 2-이미다졸리딘티온 표준용액(100 mg/L)

50 mL 부피플라스크에 표준원액(1,000 mg/L) 5 mL를 정확히 취하여 넣고 메탄올로 표선을 채운다. 필요시 이 용액을 단계적으로 희석하여 사용한다.

4) 분석절차

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 무게를 측정하여 200 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올을 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다.

4.1.2 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 메탄올로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.3 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 2-이미다졸리딘티온 표준용액(100 mg/L)을 3개 농도 이상으로 메탄올을 이용하여 단계적으로 희석하여 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다.

4.2.2 2-이미다졸리딘티온의 농도를 가로축(x 축)에, 2-이미다졸리딘티온의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

4.3 측정

4.3.1 시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주입한다.

4.3.2 액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

< 액체크로마토그래프-자외선/가시광선 분광광도계 분석 조건 >

항목	조 건
컬럼	C ₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm)
이동상	정제수 : 메탄올 (90 : 10)
유속	1 mL/min
주입량	10 μL
컬럼 온도	25 °C
파장	234 nm

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 대상물질의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C₁ : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C₀ : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

바. Cycloheximide(97-1-147, 66-81-9)

1) 개요

1.1 목적

이 시험기준은 유해화학물질 중 사이클로헥시미드의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 고성능액체크로마토그래프-자외선/가시광선 분광광도계으로 시료 중 사이클로헥시미드를 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 유해화학물질 중의 사이클로헥시미드 물질 분석에 적용한다.

1.3 간섭물질

1.3.1 추출 용매에는 분석성분의 머무름 시간에서 피크가 나타나는 간섭물질이 있을 수 있다. 희석 용매 안에 간섭물질이 발견되면 증류하거나 컬럼 크로마토그래피에 의해 제거한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 고성능액체크로마토그래프

2.1.1 고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이검출기, DAD)로 이루어져야 한다. 분리관은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 분리관(ODS 계통 분리관)을 사용하고 이동상 용매를 혼합비율에 따라 조절할 수 있어야 한다. 주입구(Injector)의 샘플 루프(Loop)는 대상 시료의 농도에 따라 20 ~ 100 μ L의 범위 내의 것을 사용한다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 초음파추출기

2.4 시린지 필터

0.45 μ m 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.5 부피플라스크

10 ~ 1000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.6 피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 메탄올

메탄올(methanol, CH₃OH)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.2 표준용액

3.2.1 사이클로헥시미드 표준원액 (1,000 mg/L)

고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.1.1 25 mL 부피플라스크에 메탄올 20 mL를 넣고 사이클로헥시미드(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

3.2.1.2 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

3.2.2 사이클로헥시미드 표준용액(100 mg/L)

50 mL 부피플라스크에 표준원액(1,000 mg/L) 5 mL를 정확히 취하여 넣고 메탄올로 표선을 채운다. 필요시 이 용액을 단계적으로 희석하여 사용한다.

4) 분석절차

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 무게를 측정하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다.

4.1.2 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 메탄올 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.3 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 사이클로헥시미드 표준용액(100mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 고성능액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다.

4.2.2치를 이용하여 시험용액을 고성능액체크로마토그래프에 주입한다.

4.3.2 고성능액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

< 액체크로마토그래프-자외선/가시광선 분광광도계 분석 조건 >

항목	조 건		
컬럼	C ₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) A : 0.1% H ₃ PO ₄ in DW B : 0.1% H ₃ PO ₄ in ACN		
이동상	시간(min)	A(%)	B(%)
	0~3	95	5
	7	5	95
	12	5	95
	15	95	5
	20	95	5
유속	1 mL/min		
파장	210 nm		
주입량	10 μL		
컬럼 온도	30 °C		

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 대상물질의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C₁ : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C₀ : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

사. 13-cis-Retinoic acid(97-1-471, 4759-48-2)

1) 개요

1.1 목적

이 시험기준은 유해화학물질 중 아이소트레티노인의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래프-자외선/가시광선 분광광도계로 시료 중 아이소트레티노인을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 유해화학물질 중의 아이소트레티노인 물질 분석에 적용한다.

1.3 간섭물질

1.3.1 추출 용매에는 분석성분의 머무름 시간에서 피크가 나타나는 간섭물질이 있을 수 있다. 희석 용매 안에 간섭물질이 발견되면 증류하거나 컬럼 크로마토그래피에 의해 제거한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 고성능액체크로마토그래프

2.1.1 고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이검출기, DAD)로 이루어져야 한다. 분리관은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 분리관(ODS 계통 분리관)을 사용하고 이동상 용매를 혼합비율에 따라 조절할 수 있어야 한다. 주입구(Injector)의 샘플 루프(Loop)는 대상 시료의 농도에 따라 20 μ L~100 μ L의 범위 내의 것을 사용한다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 초음파추출기

2.4 시린지 필터

0.45 μ m 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.5 부피플라스크

10 ~ 1000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.6 피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 테트라하이드로퓨란

테트라하이드로퓨란(tetrahydrofuran, C_4H_8O)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.1.2 메탄올

메탄올(methanol, CH_3OH)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.2 표준용액

3.2.1 아이소트레티노인 표준원액 (1,000 mg/L)

고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.1.1 25 mL 부피플라스크에 테트라하이드로퓨란 2 mL를 넣고 아이소트레티노인(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 충분히 녹인 후 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

3.2.1.2 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

3.2.2 아이소트레티노인 표준용액(100 mg/L)

50 mL 부피플라스크에 표준원액(1,000 mg/L) 5 mL를 정확히 취하여 넣고 메탄올로 표선을 채운다. 필요시 이 용액을 단계적으로 희석하여 사용한다.

4) 분석절차

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 무게를 측정하여 20 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올을 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다.

4.1.2 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 메탄올로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.3 0.45 μ m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

[비고 1] 아이소트레티노인은 빛과 열에 의해 분해산물을 생성시킬 수 있으므로 빛과 열을 차단하여 신속하게 시험한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 아이소트레티노인 표준용액(100 mg/L)을 3개 농도 이상으로 메탄올을 이용하여 단계적으로 희석하여 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다.

4.2.2 아이소트레티노인의 농도를 가로축(x 축)에, 아이소트레티노인의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

4.3 측정

4.3.1 시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주입한다.

4.3.2 액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

< 액체크로마토그래프-자외선/가시광선 분광광도계 분석 조건 >

항목	조 건		
컬럼	C ₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm)		
	A : Methanol, Water, acetic acid (30:70:0.5)		
	B : Methanol, Acetonitrile, Water, Acetic acid (70:25:4.5:0.5)		
	시간(min)	A(%)	B(%)
이동상	0~3	38	62
	9	0	100
	15	0	100
	16	38	62
	20	38	62
유속	1 mL/min		
주입량	10 μL		
컬럼 온도	25 °C		
파장	355 nm		

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 대상물질의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

아. 2-Benzyl-2-dimethylamino-1-(4-morpholino -phenyl)-1-butanone

(2019-1-880, 119313-12-1)

1) 개요

1.1 목적

이 시험기준은 유해화학물질 중 2-벤질-2-다이메틸아미노-1-(4-모폴리노-페닐)-1-부타논의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래프-자외선/가시광선 분광광도계로 시료 중 2-벤질-2-다이메틸아미노-1-(4-모폴리노-페닐)-1-부타논을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 유해화학물질 중의 2-벤질-2-다이메틸아미노-1-(4-모폴리노-페닐)-1-부타논 물질 분석에 적용한다.

1.3 간섭물질

1.3.1 추출 용매에는 분석성분의 머무름 시간에서 피크가 나타나는 간섭물질이 있을 수 있다. 희석 용매 안에 간섭물질이 발견되면 증류하거나 컬럼 크로마토그래피에 의해 제거한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 고성능액체크로마토그래프

2.1.1 고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이검출기, DAD)로 이루어져야 한다. 분리관은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 분리관(ODS 계통 분리관)을 사용하고 이동상 용매를 혼합비율에 따라 조절할 수 있어야 한다. 주입구(Injector)의 샘플 루프(Loop)는 대상 시료의 농도에 따라 20 ~ 100 μ L의 범위 내의 것을 사용한다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 초음파추출기

2.4 시린지 필터

0.45 μ m 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.5 부피플라스크

10 ~ 1000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.6 피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 아세토니트릴

아세토니트릴(acetonitrile, CH₃CN)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.2 표준용액

3.2.1 2-벤질-2-다이메틸아미노-1-(4-모폴리노-페닐)-1-부타논 표준원액 (1,000 mg/L)

고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.1.1 25 mL 부피플라스크에 아세토니트릴 20 mL를 넣고 2-벤질-2-다이메틸아미노-1-(4-모폴리노-페닐)-1-부타논(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 아세토니트릴로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

3.2.1.2 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

3.2.2 2-벤질-2-다이메틸아미노-1-(4-모폴리노-페닐)-1-부타논 표준용액(100 mg/L)

50 mL 부피플라스크에 표준원액(1,000 mg/L) 5 mL를 정확히 취하여 넣고 아세토니트릴로 표선을 채운다. 필요시 이 용액을 단계적으로 희석하여 사용한다.

4) 분석절차

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 무게를 측정하여 200 mL 부피플라스크에 넣고 아세토니트릴을 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다.

4.1.2 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 메탄올로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.3 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 2-벤질-2-다이메틸아미노-1-(4-모폴리노-페닐)-1-부타논 표준용액(100 mg/L)을 3개 농도 이상으로 아세토니트릴을 이용하여 단계적으로 희석하여 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다.

4.2.2 2-벤질-2-다이메틸아미노-1-(4-모폴리노-페닐)-1-부타논의 농도를 가로축(x 축)에, 2-벤질-2-다이메틸아미노-1-(4-모폴리노-페닐)-1-부타논의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

4.3 측정

4.3.1 시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주입한다.

4.3.2 액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

< 액체크로마토그래프-자외선/가시광선 분광광도계 분석 조건 >

항목	조 건		
컬럼	C ₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm)		
	A : Water		
	B : Acetonitrile		
	시간(min)	A(%)	B(%)
이동상	0~3	95	5
	5	5	95
	12	5	95
	15	95	5
	20	95	5
유속	1 mL/min		
주입량	10 μL		
컬럼 온도	25 °C		
파장	320 nm		

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 대상물질의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

자. Hydroxylammonium chloride(97-1-411, 5470-11-1)

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중에 함유되어 있는 염화하이드록실암모늄의 분석방법으로 하이드록실아민($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$)을 유도체화 시액 (Benzaldehyde 2 g/L in Methanol : 7 % Perchloric acid in Water = 1:1)으로 유도체화하여 액체크로마토그래프- 다이오드어레이 검출기로 정량한다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유해화학물질 중에 함유되어 있는 염화하이드록실암모늄 (Hydroxylammonium chloride, CAS No: 5470-11-1) 물질 분석에 적용한다.

1.2.2 낮은 정량한계를 얻을 수 있는 기기를 사용할 경우 소급성이 인정된다면 그 기기를 사용하여 분석할 수 있다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 고성능액체크로마토그래프

2.1.1 고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이검출기, DAD)로 이루어져야 한다. 분리관은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 분리관(ODS 계통 분리관)을 사용하고 이동상 용매를 혼합비율에 따라 조절할 수 있어야 한다. 주입구(Injector)의 샘플 루프(Loop)는 대상 시료의 농도에 따라 20 ~ 100 μL 의 범위 내의 것을 사용한다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 초음파추출기

2.4 시린지 필터

0.45 μm 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.5 부피플라스크

10 ~ 1000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.6 피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 정제수

HPLC급 이상의 정제수를 이용하여야 한다. 분석대상물질의 피크가 검출한계의 1/5 이상 검출되지 않아야 한다. 실험실에서 제조된 3차 정제수의 경우 제조 시 18 MΩ 이상의 저항값을 유지하도록 관리해야 한다.

3.1.2 메탄올(Methanol, CH₃OH)

HPLC급 이상의 용매를 이용하여야 하며 바탕시험 할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.1.3 포름산(Formic acid, HCOOH)

고순도를 사용하여야 하며, 사용하기 전에 방해물질이 없음을 검사하여야 한다.

3.1.4 유도체화 시액 (Benzaldehyde 2 g/L in Methanol : 7 % Perchloric acid in Water = 1 : 1)

3.1.4.1 Benzaldehyde 2 g/L in Methanol

벤즈알데하이드 (Benzaldehyde, C₇H₆O) 2 g을 취하여 메탄올에 녹여 1,000 mL로 한다.

3.1.4.2 7 % Perchloric acid in Water

과염소산 (Perchloric acid, HClO₄) 70 mL을 취하여 물에 섞어 1,000 mL로 한다. 완전히 녹지 않은 경우에는 여과한다.

3.1.4.3 Benzaldehyde 2 g/L in Methanol 과 7 % Perchloric acid in Water를 1 : 1 부피비로 섞은 액을 유도체화 시액으로 한다.

3.2 표준용액

3.2.1 염화하이드록실암모늄 표준원액(1,000 mg/L)

표준원액은 염화하이드록실암모늄 100 mg,을 정확히 달아 100 mL 부피플라스크에 넣고 유도체화 시액(Benzaldehyde 2 g/L in Methanol : 7 % Perchloric acid in Water = 1 : 1)으로 표선까지 채운 뒤 50 °C에서 30 분간 유도체화 시킨 액을 표준원액으로 한다. 표준원액은 시험 당일 제조하여 사용한다.

4) 분석절차

4.1 전처리

4.1.1 시료 1.0 g을 0.0001 g까지 정확히 무게를 재어 유리바이알에 취한 후 유도체화 시액

(Benzaldehyde 2 g/L in Methanol : 7 % Perchloric acid in Water = 1 : 1) 500 mL를 넣고 마개를 닫은 후 초음파 추출기로 1시간 동안 추출한다. 이후 0.45 μ m 멤브레인(PTFE) 필터로 여과하여 기기분석을 실시한다.

[비고] 필요에 따라 전처리 과정 중 시료의 양을 달리 할 수 있다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 검정곡선 작성용 표준용액은 각 표준원액(1,000 mg/L)를 유도체화 시액(Benzaldehyde 2 g/L in Methanol : 7 % Perchloric acid in Water = 1 : 1)으로 각각 희석하여 농도가 5 mg/L, 10 mg/L, 20 mg/L, 50 mg/L, 100 mg/L로 제조하며, 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다.

4.2.2 분석물질의 농도(CS)를 취하여 가로축(x 축)에, 각 표준용액에 해당하는 피크 면적(Ax)을 세로축 (y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

< 액체크로마토그래프-다이오드어레이 분석 조건 >

항 목	조 건	
컬럼	C ₁₈ (4.6 mm × 150 mm, 5 μ m)	
이동상	A - 0.05 % Formic acid in DW	
	B - 0.05 % Formic acid in Methanol	
	시간 (min)	A (%) B (%)
	0	80 20
	2	80 20
	11	30 70
	13	30 70
유속	1.0 mL/min	
	250 nm	
파장	250 nm	
주입량	10 μ L	
컬럼 온도	40 °C	

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 대상물질의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

차. Hydroxylamine(97-1-411, 7803-49-8))

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중에 함유되어 있는 히드록실아민(H_2NO)의 분석방법으로 히드록실아민($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$)을 유도체화 시약 (Benzaldehyde 2 g/L in Methanol : 7 % Perchloric acid in Water = 1 : 1)으로 유도체화하여 액체크로마토그래프-다이오드어레이 검출기로 정량한다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유해화학물질 중에 함유되어 있는 히드록실아민(Hydroxylamine, CAS No: 7803-49-8) 물질 분석에 적용한다.

1.2.2 낮은 정량한계를 얻을 수 있는 기기를 사용할 경우 소급성이 인정된다면 그 기기를 사용하여 분석할 수 있다.

1.3 간섭물질

1.3.1 분석결과에 오류를 가져올 수 있는 주요 오염원으로는 용매, 시약, 유리 기구 및 그 외 분석과정 중에 사용하는 모든 기구 등이다. 이들은 크로마토그램 상의 바탕선을 상승시키는 등 시료분석 과정에 영향을 줄 수 있으며, 분석 자료의 질을 저하 시킬 수 있다. 따라서 모든 시약은 순도 및 불순물의 종류와 함량을 고려하여 엄선하고 필요한 경우 용매나 시약은 증류 및 정제하여 사용한다. 각 실험실에서는 오염원으로 인한 영향 유무나 수준에 대해 바탕시료(Reagent blank)의 측정을 통한 평가가 필요하다.

1.3.2 시약이나 용매는 특급 이상의 것을 사용하고, 필요한 경우 증류나 정제 과정을 통해 불순물의 방해로 인한 문제를 최소화하도록 한다.

1.3.3 유리 기구류는 사용한 후 가능한 빨리 마지막 사용 용매로 헹구어준 후, 세제로 씻는다. 세제 용액에 유리 기구를 넣고 30분간 초음파 세척한다.

1.3.4 세제로 세척한 후 수돗물, 정제수 순으로 헹군 후 건조된 상태로 깨끗한 곳에 보관하여 사용한다.

1.3.5 열에 안정한 물질의 경우 정제수 세척만으로 잘 제거되지 않기 때문에 아세톤, 헥산의 용매 순으로 헹구어 사용한다.

1.3.6 가능한 유리 재질의 기구를 사용하여야 하며, 테프론 재질도 사용할 수 있으나 바탕 시험으로 오염여부를 확인하여 사용해야 한다. 그 외 플라스틱 재질의 마개, 시린지 등의 사용을 피해야 한다.

1.3.7 시약이나 용매는 특급 이상 또는 HPLC 분석급의 것을 사용하고, 필요한 경우 증류나 정제과정을 통해 불순물의 방해로 인한 문제를 최소화하도록 한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 고성능액체크로마토그래프

2.1.1 고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이검출기, DAD)로 이루어져야 한다. 분리관은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 분리관(ODS 계통 분리관)을 사용하고 이동상 용매를 혼합비율에 따라 조절할 수 있어야 한다. 주입구(Injector)의 샘플 루프(Loop)는 대상 시료의 농도에 따라 20 ~ 100 μ L의 범위 내의 것을 사용한다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 초음파추출기

2.4 시린지 필터

0.45 μ m 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.5 부피플라스크

10 ~ 1000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.6 피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 정제수

HPLC급 이상의 정제수를 이용하여야 한다. 분석대상물질의 피크가 검출한계의 1/5 이상 검출되지 않아야 한다. 실험실에서 제조된 3차 정제수의 경우 제조 시 18 M Ω 이상의 저항값을 유지하도록 관리해야 한다.

3.1.2 메탄올(Methanol, CH₃OH)

HPLC급 이상의 용매를 이용하여야 하며 바탕시험 할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.1.3 포름산(Formic acid, HCOOH)

고순도를 사용하여야 하며, 사용하기 전에 방해물질이 없음을 검사하여야 한다.

3.1.3 유도체화 시액 (Benzaldehyde 2 g/L in Methanol : 7 % Perchloric acid in Water = 1 : 1)

3.1.3.1 Benzaldehyde 2 g/L in Methanol

벤즈알데하이드 (Benzaldehyde, C_7H_6O) 2 g을 취하여 메탄올에 녹여 1,000 mL로 한다.

3.1.3.2 7 % Perchloric acid in Water

과염소산 (Perchloric acid, $HClO_4$) 70 mL을 취하여 물에 섞어 1,000 mL로 한다. 완전히 녹지 않은 경우에는 여과한다.

3.1.3.3 Benzaldehyde 2 g/L in Methanol 과 7 % Perchloric acid in Water를 1 : 1 부피비로 섞은 액을 유도체화 시액으로 한다.

3.2 표준용액

3.2.1 하이드록실아민 표준원액(1,000 mg/L)

표준원액은 하이드록실아민 100 mg을 정확히 달아 100 mL 부피플라스크에 넣고 유도체화 시액(Benzaldehyde 2 g/L in Methanol : 7 % Perchloric acid in Water = 1 : 1)으로 표선까지 채운 뒤 50 °C에서 30 분간 유도체화 시킨 액을 표준원액으로 한다. 표준원액은 시험 당일 제조하여 사용한다.

4) 분석절차

4.1 전처리

4.1.1 시료 1.0 g을 0.0001 g까지 정확히 무게를 재어 유리바이알에 취한 후 유도체화 시액 (Benzaldehyde 2 g/L in Methanol : 7 % Perchloric acid in Water = 1 : 1) 500 mL를 넣고 마개를 닫은 후 초음파 추출기로 1시간 동안 추출한다. 이후 0.45 μ m 멤브레인(PTFE) 필터로 여과하여 기기분석을 실시한다.

[비고] 필요에 따라 전처리 과정 중 시료의 양을 달리 할 수 있다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 검정곡선 작성용 표준용액은 각 표준원액(1,000 mg/L)를 유도체화 시액(Benzaldehyde 2 g/L in Methanol : 7 % Perchloric acid in Water = 1 : 1)으로 각각 희석하여 농도가 5 mg/L, 10 mg/L, 20 mg/L, 50 mg/L, 100 mg/L로 제조하며, 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리할 수 있다.

4.2.2 분석물질의 농도(CS)를 취하여 가로축(x 축)에, 각 표준용액에 해당하는 피크 면적(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

< 액체크로마토그래프-다이오드어레이 분석 조건 >

항 목	조 건		
컬럼	C18 (4.6 mm × 150 mm, 5 μm)		
이동상	A - 0.05 % Formic acid in DW B - 0.05 % Formic acid in Methanol		
	시간 (min)	A (%)	B (%)
	0	80	20
	2	80	20
	11	30	70
	13	30	70
	15	80	20
유속	1.0 mL/min		
파장	250 nm		
주입량	10 μL		
컬럼 온도	40 °C		

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 대상물질의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

카. Bis(hydroxylammonium) sulfate(97-1-411, 10039-54-0)

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중에 함유되어 있는 황산히드록실아민의 분석방법으로 하이드록실아민($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$)을 유도체화 시액 (Benzaldehyde 2 g/L in Methanol : 7 % Perchloric acid in Water = 1 : 1)으로 유도체화하여 액체크로마토그래프-다이오드어레이 검출기로 정량한다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유해화학물질 중에 함유되어 있는 황산히드록실아민 (Bis(hydroxylammonium) sulfate, CAS No: 10039-54-0) 물질 분석에 적용한다.

1.2.2 낮은 정량한계를 얻을 수 있는 기기를 사용할 경우 소급성이 인정된다면 그 기기를 사용하여 분석할 수 있다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 고성능액체크로마토그래프

2.1.1 고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이검출기, DAD)로 이루어져야 한다. 분리관은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 분리관(ODS 계통 분리관)을 사용하고 이동상 용매를 혼합비율에 따라 조절할 수 있어야 한다. 주입구(Injector)의 샘플 루프(Loop)는 대상 시료의 농도에 따라 20 ~ 100 μL 의 범위 내의 것을 사용한다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 초음파추출기

2.4 시린지 필터

0.45 μm 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.5 부피플라스크

10 ~ 1000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.6 피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 정제수

HPLC급 이상의 정제수를 이용하여야 한다. 분석대상물질의 피크가 검출한계의 1/5 이상 검출되지 않아야 한다. 실험실에서 제조된 3차 정제수의 경우 제조 시 18 MΩ 이상의 저항값을 유지하도록 관리해야 한다.

3.1.2 메탄올(Methanol, CH₃OH)

HPLC급 이상의 용매를 이용하여야 하며 바탕시험 할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.1.3 포름산(Formic acid, HCOOH)

고순도를 사용하여야 하며, 사용하기 전에 방해물질이 없음을 검사하여야 한다.

3.1.4 유도체화 시액 (Benzaldehyde 2 g/L in Methanol : 7 % Perchloric acid in Water = 1 : 1)

3.1.4.1 Benzaldehyde 2 g/L in Methanol

벤즈알데하이드 (Benzaldehyde, C₇H₆O) 2 g을 취하여 메탄올에 녹여 1,000 mL로 한다.

3.1.4.2 7 % Perchloric acid in Water

과염소산 (Perchloric acid, HClO₄) 70 mL을 취하여 물에 섞어 1,000 mL로 한다. 완전히 녹지 않은 경우에는 여과한다.

3.1.4.3 Benzaldehyde 2 g/L in Methanol 과 7 % Perchloric acid in Water를 1 : 1 부피비로 섞은 액을 유도체화 시액으로 한다.

3.2 표준용액

3.2.1 황산히드록실암모늄 표준원액(1,000 mg/L)

표준원액은 황산히드록실암모늄 100 mg,을 정확히 달아 100 mL 부피플라스크에 넣고 유도체화 시액(Benzaldehyde 2 g/L in Methanol : 7 % Perchloric acid in Water = 1 : 1)으로 표선까지 채운 뒤 50 °C에서 30 분간 유도체화 시킨 액을 표준원액으로 한다. 표준원액은 시험 당일 제조하여 사용한다.

4) 분석절차

4.1 전처리

4.1.1 시료 1.0 g을 0.0001 g까지 정확히 무게를 재어 유리바이알에 취한 후 유도체화 시액 (Benzaldehyde 2 g/L in Methanol : 7 % Perchloric acid in Water = 1 : 1) 500 mL를 넣고 마개를 닫은 후 초음파 추출기로 1시간 동안 추출한다. 이후 0.45 μ m 멤브레인(PTFE) 필터로 여과하여 기기분석을 실시한다.

[비고] 필요에 따라 전처리 과정 중 시료의 양을 달리 할 수 있다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 검정곡선 작성용 표준용액은 각 표준원액(1,000 mg/L)를 유도체화 시액(Benzaldehyde 2 g/L in Methanol : 7 % Perchloric acid in Water = 1 : 1)으로 각각 희석하여 농도가 5 mg/L, 10 mg/L, 20 mg/L, 50 mg/L, 100 mg/L로 제조하며, 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다.

4.2.2 분석물질의 농도(CS)를 취하여 가로축(x 축)에, 각 표준용액에 해당하는 피크 면적 (Ax)을 세로축 (y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

< 액체크로마토그래프-다이오드어레이 분석 조건 >

항 목	조 건		
컬럼	C ₁₈ (4.6 mm × 150 mm, 5 μ m)		
이동상	A - 0.05 % Formic acid in DW		
	B - 0.05 % Formic acid in Methanol		
	시간 (min)	A (%)	B (%)
	0	80	20
	2	80	20
	11	30	70
	13	30	70
	15	80	20
유속	1.0 mL/min		
파장	250 nm		
주입량	10 μ L		
컬럼 온도	40 °C		

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 대상물질의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

타. Nonylphenols

1) 개요

1.1 목적

이 시험기준은 유해화학물질 중 노닐페놀류의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래피/형광검출기로 시료 중 노닐페놀류를 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 유해화학물질 중의 노닐페놀 등 물질 분석에 적용한다.

1.3 간섭물질

1.3.1 추출 용매에는 분석성분의 머무름 시간에서 피크가 나타나는 간섭물질이 있을 수 있다. 희석 용매 안에 간섭물질이 발견되면 증류하거나 컬럼 크로마토그래피에 의해 제거한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 고성능액체크로마토그래프

2.1.1 고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이검출기, DAD)로 이루어져야한다. 분리관은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 분리관(ODS 계통 분리관)을 사용하고 이동상 용매를 혼합비율에 따라 조절할 수 있어야 한다. 주입구(Injector)의 샘플루프(Loop)는 대상 시료의 농도에 따라 20 ~ 100 μ L의 범위 내의 것을 사용한다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 초음파추출기

2.4 시린지 필터

0.45 μ m 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.5 부피플라스크

10 ~ 1000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.6 피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 메탄올

메탄올(methanol, CH₃OH)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.2 표준용액

3.2.1 4-노닐페놀 표준원액 (1,000 mg/L)

고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.1.1 25 mL 부피플라스크에 메탄올 20 mL를 넣고 4-노닐페놀(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

3.2.1.2 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

3.2.2 4-n-노닐페놀 표준원액 (1,000 mg/L)

고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.2.1 25 mL 부피플라스크에 메탄올 20 mL를 넣고 4-n-노닐페놀(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

3.2.2.2 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

3.2.3 노닐페놀류 혼합표준용액(100 mg/L)

50 mL 부피플라스크에 각각의 표준원액(1,000 mg/L) 5 mL를 정확히 취하여 넣고 메탄올로 표선을 채운다. 필요시 이 용액을 단계적으로 희석하여 사용한다.

4) 분석절차

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 무게를 측정하여 50 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다.

4.1.2 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 메탄올 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.3 0.45 μ m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 노닐페놀류 혼합표준용액(100mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다.

4.2.2 노닐페놀류의 농도를 가로축(x 축)에, 노닐페놀류의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

4.3 측정

4.3.1 시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주입한다.

4.3.2 액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 대상물질의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<참고> LC(Nonylphenols) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
2001-1-515	Nonylphenols (4-n-nonylphenol)	104-40-5
2001-1-515	Nonylphenols (4-nonylphenol)	84852-15-3

8. 액체크로마토그래프-질량분석법(LC/MS)

가. 1-Methyl-2-pyrrolidinone(2014-1-700, 872-50-4)

1) 개요

1.1 목적

이 시험기준은 유해화학물질 중 메틸피롤리딘의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래프-질량분석기/질량분석기로 시료 중 메틸피롤리딘을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 유해화학물질 중의 메틸피롤리딘 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

메틸피롤리딘

1.4 간섭물질

1.4.1 추출 용매에는 분석성분의 머무름 시간에서 피크가 나타나는 간섭물질이 있을 수 있다. 희석 용매 안에 간섭물질이 발견되면 증류하거나 컬럼 크로마토그래피에 의해 제거한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 액체크로마토그래프

액체크로마토그래프는 일반적으로 500 ~ 5,000 psi의 압력으로 일정하게 이동상을 흘려주어, 고정상인 입자들로 채워져 있는 관을 통하여 물질을 분리한 후 검출기를 사용하여 측정하는 기기이다. 일반적으로 머무름 시간과 피크 면적에 의해 정성 및 정량하며, 중요한 기본 구성으로 펌프, 시료 주입기, 컬럼 및 검출기로 되어있다.

2.1.1 분석용 컬럼 (analytical column) 및 보호 컬럼 (guard column)

분석용 컬럼은 일반적으로 비극성 흡착제가 코팅된 역상 컬럼(C18)을 사용하고 분석용 컬럼과 보호컬럼이 사용된다. 보호컬럼은 길이가 5 ~ 10 cm 정도로 분석용 컬럼의 수명을 연장시키고, 분석용 컬럼과 같은 종류의 충전제를 사용하며 분석용 컬럼 앞에 설치한다.

2.1.2 액송 펌프

일정한 유속과 압력으로 용매를 밀어주는 장치로서 왕복식 펌프, 주사기형 또는 치환형펌프, 가압식 펌프가 있다. 펌프 내부는 용매와의 화학적인 상호 반응이 없어야 하고, 최소한

5,000 psi의 고압이 가능하며, 0.1 ~ 10 mL/분 정도의 유속 조절이 가능해야 한다.

2.1.3 시료주입장치

일반적으로 미량의 시료를 주입하기 때문에 루프 밸브에 의한 주입방식이 많이 이용되며 시료주입량은 보통 1 ~ 200 μ L이다. 정량한계에 따라 시료주입량은 변화시킬 수 있다.

2.2 질량분석기

액체크로마토그래프로부터 용리된 이온성 시료를 대기압하에서 고전압으로 증발시켜 모세관에 도입하고 앞쪽부터 다량의 전하를 분무시킨다. 이온화 후 분배가 일어나며, 이 분리된 시료를 이온화시켜서 질량분석관을 통하여 이온을 질량대 전하비 (m/z)에 따라서 물질을 정성, 정량한다.

2.2.1 질량분석기의 구성

2.2.1.1 이온화방식은 전기분무 이온화 (ESI, electrospray ionization)을 사용하며 분무전압 (spray voltage)은 -4.5 kV, 네블라이징 기체 유량 (nebulizing gas flow)은 1.5 L/min, 건조 기압 (drying gas pressure)한다. 그리고 0.1 MPa, 탈용매관 (desolvent suction) 온도는 250 $^{\circ}$ C, 블록 히터 온도는 200 $^{\circ}$ C로 한다. 분석장비 및 분석조건에 따라 설정을 달리할 수 있다.

2.2.1.2 질량분석기는 사중극자형 (quadrupole) 동등 이상의 성능을 가진 것을 사용한다.

2.2.1.3 선택하는 이온들은 표 2의 이온을 사용할 수 있다.

2.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.4 초음파추출기

2.5 시린지 필터

0.45 μ m 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.6 부피플라스크

10 ~ 1000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.7 피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 아세토나이트릴(Acetonitrile, CH_3CN)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.2 표준용액

3.2.1 메틸피롤리돈 표준원액 (1,000 mg/L)

고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다. 25 mL 부피플라스크에 아세토나이트릴 20 mL를 넣고 메틸피롤리돈(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 아세토나이트릴로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

3.2.2 메틸피롤리돈 표준용액(100 mg/L)

50 mL 부피플라스크에 표준원액(1,000 mg/L) 5 mL를 정확히 취하여 넣고 아세토나이트릴로 표선을 채운다. 필요시 이 용액을 단계적으로 희석하여 사용한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 무게를 측정하여 20 mL 부피플라스크에 넣고 아세토나이트릴 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다.

4.1.2 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 아세토나이트릴 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.3 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 표준용액(100mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래피/질량분석기에 주입하여 분석한다.

4.2.2 농도를 가로축(x 축)에, 메틸피롤리돈의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

[주 1] 기기제조 회사 또는 분리컬럼의 종류 등에 따라 유지시간(Retention time), 피크 높이가 달라질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

<표1. 액체크로마토그래프-질량분석기/질량분석기 분석 조건 >

항목	조 건		
컬럼	Hilic(100mm× 2.1mm × 1.8 μm)		
	A : 0.1 % formic acid in water		
	B : 0.1 % formic acid in acetonitrile		
	시간(min)	A(%)	B(%)
이동상	0~3	10	90
	7	90	10
	8	90	10
	10	10	90
	15	10	90
유속	0.3 mL/min		
주입량	1 μL		
컬럼 온도	25 °C		
이온화	positive		
분석모드			

<표2. 분석항목별 선택이온 조건 >

물질명	Cas No.	Precursor ion (m/z)	Product ion (m/z)
1-Methyl-2-pyrrolidinone	872-50-4	100.0	68.9, 82.0, 41.0

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 대상물질의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C₁ : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C₀ : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 회석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

나. Tetrabromobisphenol A(2019-1-933, 79-94-7)

1) 개요

1.1 목적

이 시험기준은 유해화학물질 중 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-다이브로모페놀]의 시험 방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 LC-MS으로 시료 중 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-다이브로모페놀]을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 유해화학물질 중의 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-다이브로모페놀] 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-다이브로모페놀]

1.4 간섭물질

1.4.1 추출 용매에는 분석성분의 머무름 시간에서 피크가 나타나는 간섭물질이 있을 수 있다. 희석 용매 안에 간섭물질이 발견되면 증류하거나 컬럼 크로마토그래피에 의해 제거한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 액체크로마토그래프

액체 크로마토그래프는 일반적으로 500 ~ 5,000 psi의 압력으로 일정하게 이동상을 흘려 주어, 고정상인 입자들로 채워져 있는 관을 통하여 물질을 분리한 후 검출기를 사용하여 측정하는 기기이다. 일반적으로 머무름 시간과 피크 면적에 의해 정성 및 정량하며, 중요한 기본 구성으로 펌프, 시료 주입기, 컬럼 및 검출기로 되어있다.

2.1.1 분석용 컬럼 (analytical column) 및 보호 컬럼 (guard column)

분석용 컬럼은 일반적으로 비극성 흡착제가 코팅된 역상 컬럼(C18)을 사용하고 분석용 컬럼과 보호컬럼이 사용된다. 보호컬럼은 길이가 5 ~ 10 cm 정도로 분석용 컬럼의 수명을 연장시키고, 분석용 컬럼과 같은 종류의 충전제를 사용하며 분석용 컬럼 앞에 설치한다.

2.1.2 액송 펌프

일정한 유속과 압력으로 용매를 밀어주는 장치로서 왕복식 펌프, 주사기형 또는 치환형펌프, 가압식 펌프가 있다. 펌프 내부는 용매와의 화학적인 상호 반응이 없어야 하고, 최소한 5,000 psi의 고압이 가능하며, 0.1 ~ 10 mL/분 정도의 유속 조절이 가능해야 한다.

2.1.3 시료주입장치

일반적으로 미량의 시료를 주입하기 때문에 루프 밸브에 의한 주입방식이 많이 이용되며 시료주입량은 보통 1 ~ 200 μ L이다. 정량한계에 따라 시료주입량은 변화시킬 수 있다.

2.2 질량분석기

액체 크로마토그래프로부터 용리 된 이온성 시료를 대기압하에서 고전압으로 증발시켜 모세관에 도입하고 앞쪽부터 다량의 전하를 분무시킨다. 이온화 후 분배가 일어나며, 이 분리된 시료를 이온화시켜서 질량분석관을 통하여 이온을 질량대 전하비 (m/z)에 따라서 물질을 정성, 정량한다.

2.2.1 질량분석기의 구성

2.2.1.1 이온화방식은 전기분무 이온화 (ESI, electrospray ionization)을 사용하며 분무전압 (spray voltage)은 -4.5 kV, 네블라이징 기체 유량 (nebulizing gas flow)은 1.5 L/min, 건조 기압 (drying gas pressure)한다. 그리고 0.1 MPa, 탈용매관 (desolvent suction) 온도는 250 $^{\circ}$ C, 블록 히터 온도는 200 $^{\circ}$ C로 한다. 분석장비 및 분석조건에 따라 설정을 달리할 수 있다.

2.2.1.2 질량분석기는 사중극자형 (quadrupole) 동등 이상의 성능을 가진 것을 사용한다.

2.2.1.3 선택하는 이온들은 표 2의 이온을 사용할 수 있다.

2.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.4 초음파추출기

2.5 시린지 필터

0.45 μ m 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.6 부피플라스크

10 ~ 1000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.7 피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 메탄올

메탄올(Methanol, CH₃OH)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.2 표준용액

3.2.1 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-다이브로모페놀] 표준원액 (1,000 mg/L)

고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.1.1 25 mL 부피플라스크에 메탄올 20 mL를 넣고 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-다이브로모페놀](순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

3.2.1.2 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

3.2.2 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-다이브로모페놀] 표준용액(100 mg/L)

50 mL 부피플라스크에 표준원액(1,000 mg/L) 5 mL를 정확히 취하여 넣고 메탄올로 표선을 채운다. 필요시 이 용액을 단계적으로 희석하여 사용한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 무게를 측정하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다.

4.1.2 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 메탄올 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.3 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-다이브로모페놀] 표준용액(100mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래피/질량분석기에 주입하여 분석한다.

4.2.2 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-다이브로모페놀]의 농도를 가로축(x 축)에, 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-다이브로모페놀]의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

<표1. 액체크로마토그래프-질량분석기 분석 조건 >

항목	조 건		
컬럼	C ₁₈ (50 mm × 2.1 mm × 5 μm) A : 10 mM ammonium acetate in water B : Methanol		
이동상	시간(min)	A(%)	B(%)
	0~2	95	5
	7	10	90
	11	10	90
	13	95	5
	17	95	5
유속	0.3 mL/min		
주입량	1 μL		
컬럼 온도	25 °C		
이온화	Negative		
분석모드			

<표2. 분석항목별 선택이온 조건 >

물질명	Cas No.	타겟이온 (m/z)
Tetrabromobisphenol A, TBBA	79-94-7	542.6

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 대상물질의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C₁ : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C₀ : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

다. Malachite green chloride(2003-1-537, 569-64-2)

1) 개요

1.1 목적

이 시험기준은 유해화학물질 중 말라카이트 그린염화물의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 LC-MS으로 시료 중 말라카이트 그린염화물을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 유해화학물질 중의 말라카이트 그린염화물 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

말라카이트 그린염화물

1.4 간섭물질

1.4.1 추출 용매에는 분석성분의 머무름 시간에서 피크가 나타나는 간섭물질이 있을 수 있다. 희석 용매 안에 간섭물질이 발견되면 증류하거나 컬럼 크로마토그래피에 의해 제거한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 액체크로마토그래프

액체 크로마토그래프는 일반적으로 500 ~ 5,000 psi의 압력으로 일정하게 이동상을 흘려 주어, 고정상인 입자들로 채워져 있는 관을 통하여 물질을 분리한 후 검출기를 사용하여 측정하는 기기이다. 일반적으로 머무름 시간과 피크 면적에 의해 정성 및 정량하며, 중요한 기본 구성으로 펌프, 시료 주입기, 컬럼 및 검출기로 되어있다.

2.1.1 분석용 컬럼 (analytical column) 및 보호 컬럼 (guard column)

분석용 컬럼은 일반적으로 비극성 흡착제가 코팅된 역상 컬럼(C18)을 사용하고 분석용 컬럼과 보호컬럼이 사용된다. 보호컬럼은 길이가 5 ~ 10 cm 정도로 분석용 컬럼의 수명을 연장시키고, 분석용 컬럼과 같은 종류의 충전제를 사용하며 분석용 컬럼 앞에 설치한다.

2.1.2 액송 펌프

일정한 유속과 압력으로 용매를 밀어주는 장치로서 왕복식 펌프, 주사기형 또는 치환형펌프, 가압식 펌프가 있다. 펌프 내부는 용매와의 화학적인 상호 반응이 없어야 하고, 최소한 5,000 psi의 고압이 가능하며, 0.1 ~ 10 mL/분 정도의 유속 조절이 가능해야 한다.

2.1.3 시료주입장치

일반적으로 미량의 시료를 주입하기 때문에 루프 밸브에 의한 주입방식이 많이 이용되며 시료주입량은 보통 1 ~ 200 μL 이다. 정량한계에 따라 시료주입량은 변화시킬 수 있다.

2.2 질량분석기

액체 크로마토그래프로부터 용리 된 이온성 시료를 대기압하에서 고전압으로 증발시켜 모세관에 도입하고 앞쪽부터 다량의 전하를 분무시킨다. 이온화 후 분배가 일어나며, 이 분리된 시료를 이온화 시켜서 질량분석관을 통하여 이온을 질량대 전하비 (m/z)에 따라서 물질을 정성, 정량한다.

2.2.1 질량분석기의 구성

2.2.1.1 이온화방식은 전기분무 이온화 (ESI, electrospray ionization)을 사용하며 분무전압 (spray voltage)은 -4.5 kV, 네블라이징 기체 유량 (nebulizing gas flow)은 1.5 L/min, 건조 기압 (drying gas pressure)한다. 그리고 0.1 MPa, 탈용매관 (desolvent suction) 온도는 250 $^{\circ}\text{C}$, 블록 히터 온도는 200 $^{\circ}\text{C}$ 로 한다. 분석장비 및 분석조건에 따라 설정을 달리할 수 있다.

2.2.1.2 질량분석기는 사중극자형 (quadrupole) 동등 이상의 성능을 가진 것을 사용한다.

2.2.1.3 선택하는 이온들은 표 2의 이온을 사용할 수 있다.

2.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.4 초음파추출기

2.5 시린지 필터

0.45 μm 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.6 부피플라스크

10 ~ 1000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.7 피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 아세토나이트릴

아세토나이트릴(Acetonitrile, CH_3CN)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.1.2 초산

초산(Acetic acid, CH_3COOH)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.2 표준용액

3.2.1 말라카이트 그린염화물 표준원액 (1,000 mg/L)

고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.1.1 25 mL 부피플라스크에 아세토나이트릴 20 mL를 넣고 말라카이트 그린염화물(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 아세토나이트릴로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

3.2.1.2 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 °C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

3.2.2 말라카이트 그린염화물 표준용액(100 mg/L)

50 mL 부피플라스크에 표준원액(1,000 mg/L) 5 mL를 정확히 취하여 넣고 아세토나이트릴로 표선을 채운다. 필요시 이 용액을 단계적으로 희석하여 사용한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 무게를 측정하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 0.1 % 초산 함유 아세토나이트릴을 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다.

4.1.2 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 0.1 % 초산 함유 아세토나이트릴로 표선까지 채운 다음 초음파 추출한다.

4.1.3 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 말라카이트 그린염화물 표준용액(100 mg/L)을 3개 농도 이상으로 0.1 % 초산 함유 아세토나이트릴로 희석하여 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다.

4.2.2 말라카이트 그린염화물의 농도를 가로축(x 축)에, 말라카이트 그린염화물의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

4.3 측정

4.3.1 시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주입한다.

4.3.2 액체크로마토그래프/질량분석기로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

<표1. 액체크로마토그래프-질량분석기 분석 조건 >

항목	조 건		
컬럼	C ₁₈ (2.1 mm × 50 mm, 5 μm) A : 0.1 % formic acid in Water B : 0.1 % formic acid in Acetonitrile		
	시간(min)	A(%)	B(%)
이동상	0~3	95	5
	6	10	90
	8	10	90
	9	95	5
	15	95	5
유속	0.3 mL/min		
주입량	1 μL		
컬럼 온도	25 °C		
이온화	Positive		
분석모드			

<표2. 분석항목별 선택이온 조건 >

물질명	Cas No.	타겟이온 (m/z)	선택이온 1 (m/z)	선택이온 2 (m/z)
MalachiteGreenchloride	569-64-2	329.1	313.1	208.1

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 대상물질의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

라. Fenbutatin oxide(97-1-128, 13356-08-6)

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중에 함유되어 있는 펜부타틴 옥사이드($C_{60}H_{78}OSn_2$)의 분석 방법으로 펜부타틴 옥사이드($C_{60}H_{78}OSn_2$)를 아세톤으로 추출하여 액체크로마토그래프/질량 분석기로 정량한다.

1.2 적용범위

이 시험방법은 유해화학물질 중에 함유되어 있는 펜부타틴 옥사이드 (Fenbutatin oxide, CAS No: 13356-08-6) 등 물질 분석에 적용한다.

1.3 간섭물질

1.3.1 분석결과에 오류를 가져올 수 있는 주요 오염원으로는 용매, 시약, 유리 기구 및 그 외 분석과정 중에 사용하는 모든 기구 등이다. 이들은 크로마토그램 상의 바탕선을 상승시키는 등 시료분석 과정에 영향을 줄 수 있으며, 분석 자료의 질을 저하 시킬 수 있다. 따라서 모든 시약은 순도 및 불순물의 종류와 함량을 고려하여 엄선하고 필요한 경우 용매나 시약은 증류 및 정제하여 사용한다. 각 실험실에서는 오염원으로 인한 영향 유무나 수준에 대해 바탕시료(Reagent blank)의 측정을 통한 평가가 필요하다.

1.3.2 시약이나 용매는 특급 이상의 것을 사용하고, 필요한 경우 증류나 정제 과정을 통해 불순물의 방해로 인한 문제를 최소화하도록 한다.

1.3.3 유리 기구류는 사용한 후 가능한 빨리 마지막 사용 용매로 헹구어준 후, 세제로 씻는다. 세제 용액에 유리 기구를 넣고 30분간 초음파 세척한다.

1.3.4 세제로 세척한 후 수돗물, 정제수 순으로 헹군 후 건조된 상태로 깨끗한 곳에 보관하여 사용한다.

1.3.5 열에 안정한 물질의 경우 정제수 세척만으로 잘 제거되지 않기 때문에 아세톤, 헥산의 용매 순으로 헹구어 사용한다.

1.3.6 가능한 유리 재질의 기구를 사용하여야 하며, 테프론 재질도 사용할 수 있으나 바탕 시험으로 오염여부를 확인하여 사용해야 한다. 그 외 플라스틱 재질의 마개, 시린지 등의 사용을 피해야 한다.

1.3.7 시약이나 용매는 특급 이상 또는 HPLC 분석급의 것을 사용하고, 필요한 경우 증류나 정제 과정을 통해 불순물의 방해로 인한 문제를 최소화하도록 한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 액체크로마토그래프

액체 크로마토그래프는 일반적으로 500 ~ 5,000 psi의 압력으로 일정하게 이동상을 흘려 주어, 고정상인 입자들로 채워져 있는 관을 통하여 물질을 분리한 후 검출기를 사용하여 측정하는 기기이다. 일반적으로 머무름 시간과 피크 면적에 의해 정성 및 정량하며, 중요한 기본 구성으로 펌프, 시료 주입기, 컬럼 및 검출기로 되어있다.

2.1.1 분석용 컬럼 (analytical column) 및 보호 컬럼 (guard column)

분석용 컬럼은 일반적으로 비극성 흡착제가 코팅된 역상 컬럼(C18)을 사용하고 분석용 컬럼과 보호컬럼이 사용된다. 보호컬럼은 길이가 5 ~ 10 cm 정도로 분석용 컬럼의 수명을 연장시키고, 분석용 컬럼과 같은 종류의 충전제를 사용하며 분석용 컬럼 앞에 설치한다.

2.1.2 액송 펌프

일정한 유속과 압력으로 용매를 밀어주는 장치로서 왕복식 펌프, 주사기형 또는 치환형펌프, 가압식 펌프가 있다. 펌프 내부는 용매와의 화학적인 상호 반응이 없어야 하고, 최소한 5,000 psi의 고압이 가능하며, 0.1 ~ 10 mL/분 정도의 유속 조절이 가능해야 한다.

2.1.3 시료주입장치

일반적으로 미량의 시료를 주입하기 때문에 루프 밸브에 의한 주입방식이 많이 이용되며 시료주입량은 보통 1 ~ 200 μ L이다. 정량한계에 따라 시료주입량은 변화시킬 수 있다.

2.2 질량분석기

액체 크로마토그래프로부터 용리 된 이온성 시료를 대기압하에서 고전압으로 증발시켜 모세관에 도입하고 앞쪽부터 다량의 전하를 분무시킨다. 이온화 후 분배가 일어나며, 이 분리된 시료를 이온화 시켜서 질량분석관을 통하여 이온을 질량대 전하비 (m/z)에 따라서 물질을 정성, 정량한다.

2.2.1 질량분석기의 구성

2.2.1.1 이온화방식은 전기분무 이온화 (ESI, electrospray ionization)을 사용하며 분무전압 (spray voltage)은 -4.5 kV, 네블라이징 기체 유량 (nebulizing gas flow)은 1.5 L/min, 건조 기압 (drying gas pressure)한다. 그리고 0.1 MPa, 탈용매관 (desolvent suction) 온도는 250 $^{\circ}$ C, 블록 히터 온도는 200 $^{\circ}$ C로 한다. 분석장비 및 분석조건에 따라 설정을 달리할 수 있다.

2.2.1.2 질량분석기는 사중극자형 (quadrupole) 동등 이상의 성능을 가진 것을 사용한다.

2.2.1.3 선택하는 이온들은 표 2의 이온을 사용할 수 있다.

2.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.4 초음파추출기

2.5 시린지 필터

0.45 μm 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.6 부피플라스크

10 ~ 1000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.7 피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

전체의 시약류에는 분석대상물질의 측정분석에 영향 혹은 방해하는 성분이 함유되지 않은 것이 필요하며 사용 전 확인 시험을 통해 오염여부를 확인하여야 한다.

3.1.1 아세톤(acetone, CH_3COCH_3)

HPLC급 이상의 용매를 이용하여야 하며 바탕시험 할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.2 표준용액

3.2.1 펜부타딘 옥사이드 표준원액(100 mg/L)

표준원액은 펜부타딘 옥사이드 10 mg을 정확히 달아 100 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤으로 표선까지 채운다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 0.1 g을 0.0001 g까지 정확히 무게를 재어 유리바이알에 취한 후 아세톤 1,000 mL를 넣고 마개를 닫은 후 초음파 추출기로 1시간 동안 추출 후 실온으로 냉각한다.

4.1.2 이후 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과하여 시험용액으로 사용한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 표준원액(100.0 mg/L)을 아세톤로 희석하여 농도가 0.2 mg/L, 0.5 mg/L, 1.0 mg/L, 2.0 mg/L, 5.0 mg/L로 제조하며 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리할 수 있다

4.2.2 표준용액의 농도 (C_x)를 가로축 (x 축)에, 각 표준용액에 해당하는 피크 면적 (A_x)과 내부표준물질의 피크면적 (A_i)과의 비 (A_x/A_i)를 세로축 (y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

<표1. 액체크로마토그래프-질량분석기 분석 조건 >

항목	조건		
컬럼	Kinetex EVO C18 (2.1 mm x 50 mm, 2.6 μm)		
이동상	A - 10 mM Ammonium Formate + 0.1 % Formic Acid(D.W)		
	B - Methanol		
	시간(min)	A(%)	B(%)
	0	10	90
	6	10	90
유속	0.45 mL/min		
주입량	1μL		
컬럼 온도	Not controlled		
이온화 모드	Positive		

<표2. 분석항목별 선택이온 조건 >

물질명	Cas No.	타겟이온 (m/z)
Fenbutatin oxide	13356-08-6	519

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 대상물질의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

마. Azocyclotin(97-1-164, 41083-11-8)

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중에 함유되어 있는 아조사이클로틴($C_{20}H_{35}N_3Sn$)의 분석방법으로 아세톤으로 추출하여 액체크로마토그래프/질량분석기로 정량한다.

1.2 적용범위

이 시험방법은 유해화학물질 중에 함유되어 있는 아조사이클로틴 (Azocyclotin, CAS No: 41083-11-8) 물질 분석에 적용한다.

1.3 간섭물질

1.3.1 분석결과에 오류를 가져올 수 있는 주요 오염원으로는 용매, 시약, 유리 기구 및 그 외 분석과정 중에 사용하는 모든 기구 등이다. 이들은 크로마토그램 상의 바탕선을 상승시키는 등 시료분석 과정에 영향을 줄 수 있으며, 분석 자료의 질을 저하 시킬 수 있다. 따라서 모든 시약은 순도 및 불순물의 종류와 함량을 고려하여 엄선하고 필요한 경우 용매나 시약은 증류 및 정제하여 사용한다. 각 실험실에서는 오염원으로 인한 영향 유무나 수준에 대해 바탕시료(Reagent blank)의 측정을 통한 평가가 필요하다.

1.3.2 시약이나 용매는 특급 이상의 것을 사용하고, 필요한 경우 증류나 정제 과정을 통해 불순물의 방해로 인한 문제를 최소화하도록 한다.

1.3.3 유리 기구류는 사용한 후 가능한 빨리 마지막 사용 용매로 헹구어준 후, 세제로 씻는다. 세제 용액에 유리 기구를 넣고 30분간 초음파 세척한다.

1.3.4 세제로 세척한 후 수돗물, 정제수 순으로 헹군 후 건조된 상태로 깨끗한 곳에 보관하여 사용한다.

1.3.5 열에 안정한 물질의 경우 정제수 세척만으로 잘 제거되지 않기 때문에 아세톤, 헥산의 용매 순으로 헹구어 사용한다.

1.3.6 가능한 유리 재질의 기구를 사용하여야 하며, 테프론 재질도 사용할 수 있으나 바탕 시험으로 오염여부를 확인하여 사용해야 한다. 그 외 플라스틱 재질의 마개, 시린지 등의 사용을 피해야 한다.

1.3.7 시약이나 용매는 특급 이상 또는 HPLC 분석급의 것을 사용하고, 필요한 경우 증류나 정제과정을 통해 불순물의 방해로 인한 문제를 최소화하도록 한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 액체크로마토그래프

액체크로마토그래프는 일반적으로 500 ~ 5,000 psi의 압력으로 일정하게 이동상을 흘려주어, 고정상인 입자들로 채워져 있는 관을 통하여 물질을 분리한 후 검출기를 사용하여 측정하는 기기이다. 일반적으로 머무름 시간과 피크 면적에 의해 정성 및 정량하며, 중요한 기본 구성으로 펌프, 시료 주입기, 컬럼 및 검출기로 되어있다.

2.1.1 분석용 컬럼 (analytical column) 및 보호 컬럼 (guard column)

분석용 컬럼은 일반적으로 비극성 흡착제가 코팅된 역상 컬럼(C18)을 사용하고 분석용 컬럼과 보호컬럼이 사용된다. 보호컬럼은 길이가 5 ~ 10 cm 정도로 분석용 컬럼의 수명을 연장시키고, 분석용 컬럼과 같은 종류의 충전제를 사용하며 분석용 컬럼 앞에 설치한다.

2.1.2 액송 펌프

일정한 유속과 압력으로 용매를 밀어주는 장치로서 왕복식 펌프, 주사기형 또는 치환형펌프, 가압식 펌프가 있다. 펌프 내부는 용매와의 화학적인 상호 반응이 없어야 하고, 최소한 5,000 psi의 고압이 가능하며, 0.1 ~ 10 mL/분 정도의 유속 조절이 가능해야 한다.

2.1.3 시료주입장치

일반적으로 미량의 시료를 주입하기 때문에 루프 밸브에 의한 주입방식이 많이 이용되며 시료주입량은 보통 1 ~ 200 μ L이다. 정량한계에 따라 시료주입량은 변화시킬 수 있다.

2.2 질량분석기

액체크로마토그래프로부터 용리 된 이온성 시료를 대기압하에서 고전압으로 증발시켜 모세관에 도입하고 앞쪽부터 다량의 전하를 분무시킨다. 이온화 후 분배가 일어나며, 이 분리된 시료를 이온화시켜서 질량분석관을 통하여 이온을 질량대 전하비 (m/z)에 따라서 물질을 정성, 정량한다.

2.2.1 질량분석기의 구성

2.2.1.1 이온화방식은 전기분무 이온화 (ESI, electrospray ionization)을 사용하며 분무전압 (spray voltage)은 -4.5 kV, 네블라이징 기체 유량 (nebulizing gas flow)은 1.5 L/min, 건조 기압 (drying gas pressure)한다. 그리고 0.1 MPa, 탈용매관 (desolvent suction) 온도는 250 $^{\circ}$ C, 블록 히터 온도는 200 $^{\circ}$ C로 한다. 분석장비 및 분석조건에 따라 설정을 달리할 수 있다.

2.2.1.2 질량분석기는 사중극자형 (quadrupole) 동등 이상의 성능을 가진 것을 사용한다.

2.2.1.3 선택하는 이온들은 표 2의 이온을 사용할 수 있다.

2.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.4 초음파추출기

2.5 시린지 필터

0.45 μm 이하, 테프론(PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.6 부피플라스크

10 ~ 1000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.7 피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

전체의 시약류에는 분석대상물질의 측정분석에 영향 혹은 방해하는 성분이 함유되지 않은 것이 필요하며 사용 전 확인 시험을 통해 오염여부를 확인하여야 한다.

3.1.1 아세톤(acetone, CH_3COCH_3)

HPLC급 이상의 용매를 이용하여야 하며 바탕시험 할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.2 표준용액

3.2.1 아조사이클로틴 표준원액(100 mg/L)

표준원액은 아조사이클로틴 10 mg을 정확히 달아 100 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤으로 표선까지 채운다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 0.1 g을 0.0001 g까지 정확히 무게를 재어 유리바이알에 취한 후 아세톤 1,000 mL를 넣고 마개를 닫은 후 초음파 추출기로 1시간 동안 추출 후 실온으로 냉각한다.

4.1.2 이후 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과하여 시험용액으로 사용한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 표준원액(100.0 mg/L)을 아세톤로 희석하여 농도가 0.2 mg/L, 0.5 mg/L, 1.0 mg/L, 2.0 mg/L, 5.0 mg/L로 제조하며 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다.

4.2.2 표준용액의 농도 (C_x)를 가로축 (x 축)에, 각 표준용액에 해당하는 피크 면적 (A_x)과 내부표준물질의 피크면적 (A_i)과의 비 (A_x/A_i)를 세로축 (y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

<표1. 액체크로마토그래프-질량분석기 분석 조건 >

항목	조건
컬럼	Kinetex EVO C18 (2.1 mm x 50 mm, 2.6 μm)
이동상	A - 10 mM Ammonium Formate + 0.1 % Formic Acid(D.W) B - Methanol
	시간(min) A(%) B(%)
	0 10 90
	6 10 90
유속	0.45 mL/min
주입량	1μL
컬럼 온도	Not Controlled
이온화 모드	Positive

<표2. 분석항목별 선택이온 조건 >

물질명	Cas No.	타겟이온 (m/z)
Azocyclotin	41083-11-8	369

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 대상물질의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

바. Potassium perfluorooctanesulfonate(2010-1-612, 2795-39-3)

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중에 함유되어 있는 과불화옥탄술폰산칼륨($C_8F_{17}KO_3S$)의 분석 방법으로 과불화옥탄술폰산칼륨을 메탄올로 추출하여 액체크로마토그래프 /질량분석기로 정량한다.

1.2 적용범위

1.2. 이 시험방법은 유해화학물질 중에 함유되어 있는 과불화옥탄술폰산칼륨 (Potassium perfluorooctanesulfonate , CAS No: 2795-39-3) 물질 분석에 적용한다.

1.3 간섭물질

1.3.1 분석결과에 오류를 가져올 수 있는 주요 오염원으로는 용매, 시약, 유리 기구 및 그 외 분석과정 중에 사용하는 모든 기구 등이다. 이들은 크로마토그램 상의 바탕선을 상승시키는 등 시료분석 과정에 영향을 줄 수 있으며, 분석 자료의 질을 저하 시킬 수 있다. 따라서 모든 시약은 순도 및 불순물의 종류와 함량을 고려하여 엄선하고 필요한 경우 용매나 시약은 증류 및 정제하여 사용한다. 각 실험실에서는 오염원으로 인한 영향 유무나 수준에 대해 바탕시료(Reagent blank)의 측정을 통한 평가가 필요하다.

1.3.2 모든 유리기구는 꼼꼼하게 세척해야 한다. 유리기구 세척은 세제로 씻은 후에 수돗물로 헹구고 나서 정제수로 헹군다. 부피를 측정하지 않는 유리기구의 경우에는 400 °C로 가열하거나 유기용매로 세척할 수 있다. 부피측정용 유리기구는 유기용매로 세척해야 하며, 120 °C 이상 가열하여서는 안된다. 세척한 유리기구는 보관할 때 거꾸로 두거나 마개를 닫아둔다. 과불화화합물이 알루미늄 호일에서 유리기구로 전달될 수 있으므로 보관할 때 알루미늄 호일 사용을 피한다. 분석대상물질이 유리 표면에 흡착될 수 있으므로 과불화화합물 표준물질, 추출액과 시료 등은 유리재질의 용기나 피펫 등을 이용하지 말아야 한다. 구입한 표준용액이나 내부표준용액 등이 담겨 있는 유리용기 (앰플)는 허용되지만 희석할 때에는 폴리프로필렌 재질 또는 흡착이 일어나지 않는 재질로 확인된 용기를 이용하여야 한다.

1.3.3 방해물질들은 용매에 포함된 오염물질, 시약 (HPLC급 정제수 포함), 시료 용기와 뚜껑, 다른 시료처리 기구에서 비롯할 수 있으며 이들이 크로마토그램의 바탕선을 상승시킨다. 이 방법에 의한 분석대상물질은 일반적인 실험실 용품이나 장비, 예를 들면, 폴리테트라플루오로에틸렌 제품, 액체크로마토그래프 이동상 튜빙, 메탄올, 알루미늄 호일 등에서도 발견될 수 있다. 이와 같이 오염 가능성이 있는 모든 용기나 기구는 정기적으로 검사하여 방해물질이 실험실 바탕시료 수준 이하로 존재하도록 하여야 한다.

1.3.4 시약이나 용매는 특급 이상 또는 HPLC 분석급의 것을 사용하고, 필요한 경우 증류나 정제 과정을 통해 불순물의 방해로 인한 문제를 최소화하도록 한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 고성능액체크로마토그래프

액체 크로마토그래프는 일반적으로 500 ~ 5,000 psi의 압력으로 일정하게 이동상을 흘려 주어, 고정상인 입자들로 채워져 있는 관을 통하여 물질을 분리한 후 검출기를 사용하여 측정하는 기기이다. 일반적으로 머무름 시간과 피크 면적에 의해 정성 및 정량하며, 중요한 기본 구성으로 펌프, 시료 주입기, 컬럼 및 검출기로 되어있다.

2.1.1 분석용 컬럼 (analytical column) 및 보호 컬럼 (guard column)

분석용 컬럼은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 컬럼(C18)을 사용하고, 길이 50 mm, 내경 2.1 mm, 충전제 크기 2.6 μ m, 분석용 컬럼과 보호 컬럼이 사용된다. 보호 컬럼은 길이가 5 ~ 10 cm 정도로 분석용 컬럼의 수명을 연장시키고, 분석용 컬럼과 같은 종류의 충전제를 사용하며 분석용 컬럼앞에 설치한다.

2.1.2 액송 펌프

일정한 유속과 압력으로 용매를 밀어주는 장치로서 왕복식 펌프, 주사기형 또는 치환형 펌프, 가압식 펌프가 있다. 펌프 내부는 용매와의 화학적인 상호 반응이 없어야 하고, 최소한 5,000 psi의 고압이 가능하며, 0.1 ~ 10 mL/분 정도의 유속 조절이 가능해야 한다.

2.1.3 시료주입장치

일반적으로 미량의 시료를 주입하기 때문에 루프 밸브에 의한 주입방식이 많이 이용되며 시료주입량은 보통 1 ~ 200 μ L이다. 정량한계에 따라 시료주입량은 변화시킬 수 있다.

2.2 질량분석기(mass spectrometer)

액체크로마토그래프로부터 용리 된 이온성 시료를 대기압하에서 고전압으로 증발시켜 모세관에 도입하고 앞쪽부터 다량의 전하를 분무시킨다. 이온화 후 분배가 일어나며, 이 분리된 시료를 이온화 시켜서 질량분석관을 통하여 이온을 질량대 전하비 (m/z)에 따라서 물질을 정성, 정량한다.

2.2.1 이온화방식

이온화방식은 전기분무 이온화 (ESI, electrospray ionization)을 사용하며 분무전압 (spray voltage)은 -4.5 kV, 네블라이징 기체 유량 (nebulizing gas flow)은 1.5 L/min, 건조 기압 (drying gas pressure)한다. 그리고 0.1 MPa, 탈용매관 (desolvent suction) 온도는 250 $^{\circ}$ C, 블록 히터 온도는 200 $^{\circ}$ C로 한다. 분석장비 및 분석조건에 따라 설정을 달리할 수 있다.

2.2.2 질량분석기는 사중극자형(quadrupole) 동등 이상의 성능을 가진 것을 사용한다.

2.2.3 선택하는 이온들은 표 2의 이온을 사용할 수 있다.

2.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.4 초음파추출기

2.5 시린지 필터

0.45 μm 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.6 부피플라스크

10 ~ 1000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.7 피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 정제수

HPLC급 이상의 정제수를 이용하여야 한다. 분석대상물질의 피크가 검출한계의 1/5 이상 검출되지 않아야 한다. 실험실에서 제조된 3차 정제수의 경우 제조 시 18 $M\Omega$ 이상의 저항값을 유지하도록 관리해야 한다.

3.1.2 메탄올(Methanol, CH_3OH)

HPLC급 이상의 용매를 이용하여야 하며 바탕시험 할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.1.3 포름산암모늄(Ammonium formate, NH_4HCO_2), 포름산(Formic acid, HCOOH)

고순도를 사용하여야 하며, 사용하기 전에 방해물질이 없음을 검사하여야 한다.

3.2 표준용액

3.2.1 과불화옥탄술폰산칼륨 표준원액(100 mg/L)

표준원액은 과불화옥탄술폰산칼륨 10 mg,을 정확히 달아 100 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 100 mg/L가 되도록 제조하며 4 $^{\circ}\text{C}$ 이하에서 냉장보관하며, 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

4) 분석절차

4.1 전처리

4.1.1 시료 0.2 g을 0.0001 g까지 정확히 무게를 재어 유리바이알에 취한 후 메탄올 1,000 mL를 넣고 마개를 닫은 후 초음파 추출기로 1시간 동안 추출한다. 이후 0.45 μ m 멤브레인 (PTFE)필터로 여과하여 기기분석을 실시한다.

[비고] 필요에 따라 전처리 과정 중 시료 및 메탄올의 양을 달리 할 수 있다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 표준원액(100.0 mg/L)을 아세톤로 희석하여 농도가 0.1 mg/L 0.2 mg/L, 0.5 mg/L, 0.8 mg/L, 1 mg/L로 제조하며, 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리할 수 있다

4.2.2 분석물질의 농도(CS)를 취하여 가로축(x 축)에, 각 표준용액에 해당하는 피크 면적 (Ax)을 세로축 (y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

4.3 고성능액체크로마토그래프/질량분석기 분석

전처리에서 얻은 시험용액 1 ~ 10 μ L를 고성능액체크로마토그래프/질량분석기에 주입하여 분석한다. 고성능LC-MS으로부터 크로마토그램에서 각 분석물질의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크로부터 피크 면적을 구한다.

<표1. 액체크로마토그래프-질량분석기 분석 조건 >

항목	분석조건		
컬럼	Kinetex C18 (2.1 mm x 50 mm, 2.6 μ m)		
이동상	A : 10 mM Ammonium Formate + 0.1 % Formic Acid in Water		
	B : Methanol		
	시간(min)	A(%)	B(%)
	0	80	20
	2	80	20
	7	5	95
	10	5	95
	10.5	80	20
	13	80	20
용매 유속	0.3 mL/min		
주입량	1 μ L		
컬럼 온도	Not Controlled		
이온화 분석모드	Negative		

〈표2. 분석항목별 선택이온 조건〉

물질명	Cas No.	타겟이온 (m/z)
Potassium perfluorooctanesulfonate	2795-39-3	499

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 대상물질의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

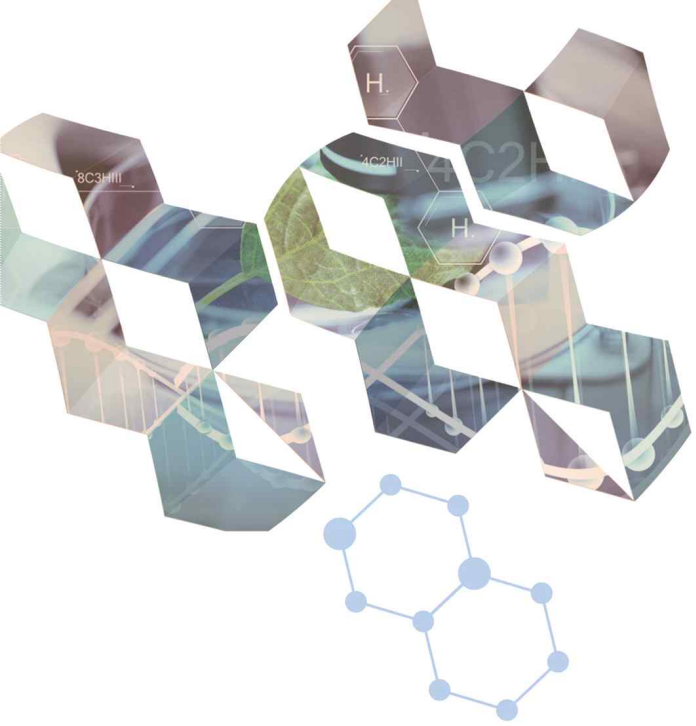
VII. 찾아보기(해설서)

CAS No	권(호)	페이지	CAS No	권(호)	페이지
54-11-5		22	101-80-4		1088
56-35-9		368	104-40-5		868 / 875
60-09-3		815	106-93-4		787
64-67-5		735	106-99-0		989
65-31-6		37	107-06-2		875
66-81-9		462	107-13-1		489
68-12-2		996	109-86-4		1028
74-88-4		602	110-57-6		943
75-01-4		882	110-80-5		1016
75-09-2		1063	117-81-7		911
75-15-0		608	121-14-2		1004
75-21-8		889	123-39-7		1095
75-56-9		247	127-18-4		714
75-59-2		896	127-19-5		1101
78-79-5		1069	143-33-9		66
79-01-6		721	151-50-8		82
79-06-1		496	302-01-2		749
79-94-7		1075	309-00-2		559
80-05-7		1082	485-31-4		169
81-81-2		595	506-61-6		106
84-74-2		917	506-64-9		114
85-68-7		923	506-65-0		122
88-72-2		963	544-92-3		130
91-22-5		969	556-52-5		957
91-59-8		780	557-21-1		58
92-67-1		808	563-68-8		475
92-87-5		146	569-64-2		904
96-09-3		836	592-85-8		434
96-12-8		794	606-20-2		1010
96-23-1		801	683-18-1		1107
96-45-7		1022	688-73-3		376
98-95-3		35	872-50-4		1041
101-14-4		829	1120-71-4		975
101-77-9		1034	1303-00-0		176

CAS No	권(호)	페이지	CAS No	권(호)	페이지
1303-28-2		184	7778-44-1		208
1303-33-9		192	7778-50-9		860
1303-86-2		950	7782-49-2		349
1306-24-7		332	7783-00-8		276
1309-64-4		538	7783-08-6		311
1313-99-1		268	7783-33-7		399
1314-84-7		614	7783-34-8		406
1315-06-6		297	7783-35-9		413
1315-09-9		318	7783-56-4		531
1333-82-0		138	7784-46-5		216
1600-27-7		385	7786-81-4		929
2425-06-1		635	7788-98-9		706
2451-62-9		982	7789-00-6		642
2795-39-3		936	7789-06-2		650
3349-06-2		1048	7789-09-5		844
3375-31-3		1173	7789-12-0		852
3425-46-5		339	7789-47-1		420
3811-04-9		579	7790-44-5		524
4759-48-2		822	7790-59-2		353
5470-11-1		757	7791-20-0		1130
7439-97-6		455	7803-49-8		765
7440-38-2		200	10025-91-9		545
7446-08-4		304	10026-03-6		290
7446-18-6		742	10028-18-9		1151
7446-32-4		517	10034-82-9		690
7487-94-7		448	10035-10-6		161
7550-45-0		1158	10039-54-0		772
7647-18-9		510	10048-95-0		232
7718-54-9		1137	10102-18-8		325
7726-95-6		153	10102-45-1		628
7758-97-6		698	10112-91-1		441
7774-29-0		392	10294-40-3		674
7775-09-9		587	12035-36-8		254
7775-11-3		658	12035-72-2		261

CAS No	권(호)	페이지	CAS No	권(호)	페이지
12044-55-2		224	15280-09-8		42
12054-48-7		115	20859-73-8		621
12208-13-8		503	21908-53-2		427
13356-08-6		240	25152-52-7		552
13410-01-0		283	25162-00-9		22
13463-40-6		1165	25895-60-7		98
13478-00-7		1144	26970-82-1		360
13530-65-9		682	41083-11-8		482
13765-19-0		666	51594-55-9		566
13770-89-3		1122	67843-74-7		572
13963-58-1		90	68359-37-5		469
13967-50-5		74	84852-15-3		868 / 875
14220-17-8		50	119313-12-1		1056

※ 본 안내서에 대한 의견이나 문의 사항이 있는 경우 환경부 화학물질안전원
화학물질등록평가팀(032-560-8663)에 문의하시기 바랍니다.



환경부
화학물질안전원

(우)28164 충청북도 청주시 흥덕구 오송읍
오송생명11로 270 화학물질안전원
대표전화: 043-830-4000

