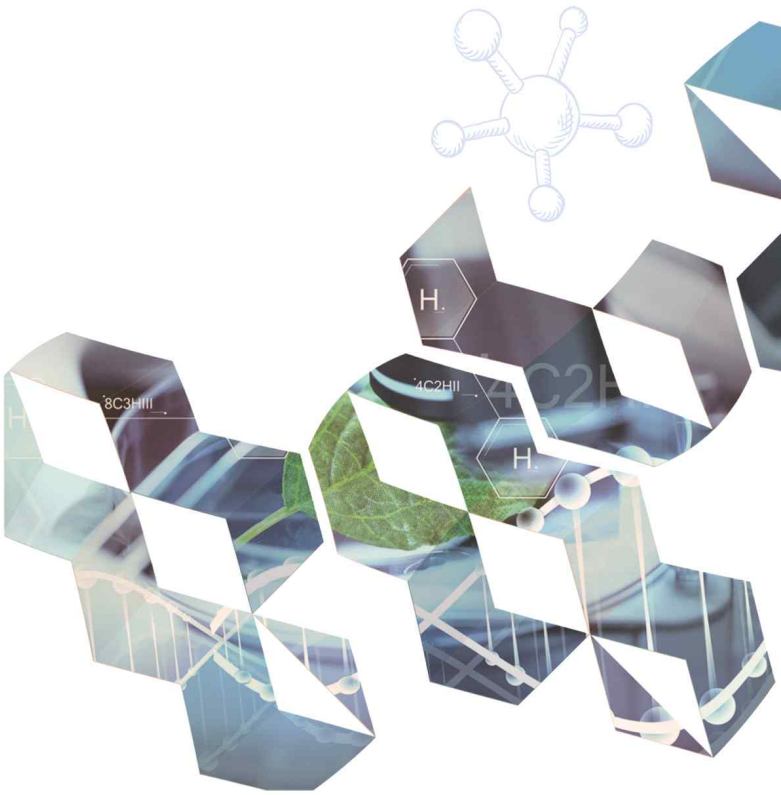
발 간 등 록 번 호
11-148082-100047-14

NICS-GP2025-4

# 유해화학물질 함량 확인 방법에 관한 해설서(I)

2024



화학물질안전원
화학물질등록평가팀

# 발 간 사

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

그러나 함량을 정량적으로 확인할 수 있는 시험방법 등의 수단은 갖고 있지 않습니다. 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. 일반 공업용 화학물질은 종류가 너무 많고, 정량분석이 어려운 특성을 고려한 것이라 할 수 있습니다.

발암성이나 생식독성 등을 이유로 유독물질로 지정되는 화학물질은 지정 함량이 각각 0.1%, 0.3% 매우 낮고, 위해 가능성도 크기 때문에 이러한 함량을 초과하지만 오류 없이 미량 함유된 혼합물이 적정하게 관리되고 있는지 확인할 필요성이 커졌습니다.

이에 화학물질안전원은 2020년 함량 확인 시험법 마련을 위한 종합계획을 수립하고, 연차적으로 시험법을 개발, 검증 및 적용성 확인 연구를 수행하고 있고, 162개 물질에 대한 함량 확인 시험방법을 마련하게 되어, 해당 시험법에 대한 해설서를 발간하게 되었습니다. 본 해설서는 같이 발행되는 안내서와 달리 개별 물질에 대한 기본 정보와 시험방법을 기술하고 있습니다.

유독물질(유해성 물질)이 2,500여종에 이르고, 다른 관리 대상 물질도 포함되기 때문에 해설서가 앞으로 방대해져, 권과 호로 구분할 예정입니다. 그리고 모든 물질은 고유번호 순서로 기술하고, 권과 호로 구분되는 내용은 고유번호와 함께 안내서를 통해 쉽게 접근할 수 있도록 할 계획입니다. 내년에는 개편되는 유해성 물질 함량 기준 등도 일반 정보에 반영할 것입니다.

본 해설서에 포함된 함량 확인 시험 방법은 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 채취하고, 함량 확인 시험방법을 적용하면서 필요한 경우 수정·보완할 것이며, 아직 마련되지 않은 물질에 대해서도 시험법 마련에 박차를 가할 것입니다.

2025.04

화학물질안전원장 박 봉균

# 목차

Ⅰ. 총설 ····· 1

Ⅱ. 관리 대상 화학물질 목록

1. 유독물질 ····· 4
2. 허가물질 ····· 13
3. 제한물질 ····· 13
4. 금지물질 ····· 14
5. 중점관리물질 ····· 15
6. 사고대비물질 ····· 19

Ⅲ. 관리 대상 화학물질 시험 방법 ····· 21

Ⅳ. 찾아보기 ····· 1188

# Ⅰ. 총설

## 1. 해설서 의미

‘유해화학물질 함량 확인 방법에 관한 해설서(이하 ‘해설서’)는 관리 대상 화학물질이 함유된 혼합물을 제조, 수입 등 취급하는 자가 자신이 취급하는 물질이 「화학물질의 등록 및 평가 등에 관한 법률」(이하 ‘화평법’)에서 지정한 유독물질 등 유해화학물질에 해당하는지 확인하는 시험방법이 작성되었다.

혼합물의 함량 확인에 대한 기본 개념과 결과 해석 등에 대해서는 화학물질안전원에서 발간한 ‘유해화학물질 함량 확인 방법에 관한 안내서(이하 ‘안내서’)에 기술되어 있으므로 이것을 우선 참조하는 것이 좋다. 안내서에 소개한 바와 같이 직접 함량을 확인하는 시험을 하는 경우는 다른 방식으로는 함량 확인이 어렵거나, 규제기관이 필요하다고 판단하는 때다.

본 해설서에는 분석 물질에 대한 일반 현황을 비롯하여 분석 개요, 분석기기 및 기구, 시약 및 표준용액, 시료 채취 및 관리, 정도보증 및 정도관리, 분석 절차 및 결과 보고 등을 기술하고 있다. 이러한 함량 확인을 위한 시험방법은 실제 시료를 분석하는 데 부족할 수도 있고, 아직 법적인 근거도 마련되지 않아 활용이 제한적이라 할 수 있다. 향후 시험법 개발 과정에서 확보된 시험방법 원문 등도 활용하고, 안내서도 참조한다면 해설서의 활용 범위가 더 커질 것이다.

특히 2025년 후반기부터 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.

해설서는 유해화학물질이 함유된 제품이 유해화학물질 지정 함량 기준을 초과하거나 미달하는가를 산업체가 정량적으로 분석하거나, 규제기관에서 확인하고자 하는 경우 활용할 수 있는 적절한 방법을 기술하고 있다. 따라서 이를 활용한 최종 분석 결과는 정부나 산업체가 성분명세서, 화학물질안전정보와 같은 정보제공 서류 등 규제 준수 및 확인 목적으로 활용될 수 있다.

해설서의 내용이 압축되어 제공되는 만큼 분석 대상 화학물질과 혼합물에 대한 정보, 예를 들어 정확한 화학물질 명칭, 물리적·화학적 특성, 분석 물질 이외의 성분에 대한 정보 등은 실제 분석에 많은 도움을 줄 것이다.

앞으로 해설서에 관리 대상 화학물질을 계속 추가하고, 내용을 보완함은 물론 법적 근거도 마련하여 분석법으로서의 활용성을 제고할 계획이다.

## 2. 해설서 발간

연차적 확인 시험방법 개발 계획에 따라 시험법을 마련, 검증·적용성 평가 등이 완료되면 해설서 또한 연차적으로 발간하고, 필요한 경우 통합도 할 것이다.

본 해설서에는 화평법과 화관법의 관리 대상 물질을 함유하는 혼합물을 분석하는 방법을

기술하는 것으로, 유독물질, 허가물질, 제한물질, 금지물질, 중점관리물질 및 사고대비물질로 구분되어 제공될 것이며, 향후에는 권과 호로 구분하여 발간할 예정이다(*).

※ 권과 호 : 예를 들어 각 관리 대상 화학물질은 권으로 구분하고, 관리 대상 화학물질의 시험방법을 한 권으로 기술하기 어려운 경우 고유번호로 구분하여 호를 부여(예 유독물질의 경우 고유번호 97-1-1부터 97-1-100은 1호, 97-1-101부터 97-1-200까지는 2호 등)

다만 본 해설서는 확인 시험방법의 개발, 검증 및 적용성 검토가 완료된 162종에 대한 것으로 별도로 권과 호를 구분하지 않았다. 162종에 대해 관리 대상 물질별로 구분하여 목차를 작성하고, 관리 대상이 중복되는 화학물질의 경우 목차에는 구분하되 실제 시험법은 중복하지 않았다. 참고로 162종 및 향후 추가될 물질에 대한 시험법 위치(권, 호 및 페이지)는 안내서에 기술되어 있는 등 해설서와 안내서는 서로 연계하였다.

해설서는 확인 시험방법을 연차적으로 만들지만 그 완성 시기와 상관없이 고유번호 순으로 작성하였으며, 동일 고유번호 내에 복수의 물질이 있는 경우는 해당 고유번호 맨 앞 페이지에 별도로 목차를 두었다. 예를 들어 무기 시안화합물, 수은 화합물, 카드뮴 화합물 등은 시험방법은 각각 목차로 구분한 다음. 하나의 고유번호에 기술되었다.

기타 해설서 이해에 필요하다고 판단되는 사항은 계속 추가할 예정이다.

## 3. 발간 자료 온라인 제공

현재 유독물질로 지정된 물질은 1,220여종(고유번호 기준)이고, 우선 계획하고 있는 함량 확인 시험방법 개발 대상 물질도 800종(개별물질 기준)을 초과한다. 1개 물질에 5～6페이지이므로 5,000여 페이지에 이르는 등 자료가 매우 방대하다. 화평법에 따른 기존화학물질 등록이 진행됨에 따라 유독물질 지정도 빠르게 늘어나고 있어 계속해서 인쇄물로 해설서를 제공하는 것은 불가능할 것이다. 또한 필요한 경우는 시험법 개발 과정에서 마련된 시험법 원문 제공도 고려해야할 것이다.

또한 개발 일정과 관리 대상 화학물질의 특성상(예, 국내외 분석법 부재 등) 내용이 자주 변경될 수밖에 없고, 활용하면서 수정·개편도 불가피할 것이므로 인쇄물보다는 온라인 형태로 제공하는 것이 더 편리할 것이다.

따라서 우선 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 계획하고 있다.

화학물질안전원은 향후 함량 확인 시험방법에 대한 정보제공 방법을 종합적으로 검토할 예정이며, 특히 유독물질 개편 내용 등을 신속하게 반영하는 방안도 마련할 예정이다.

## 4. 약어

| 약어 | 원어 | 한글 |
|---|---|---|
| ICP-OES | Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry(Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry) | 유도결합플라즈마 원자방출분광법<br>※ 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 크로마트그래프법 |
| 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 |
| PFA | Perfluoroalkoxy alkane | 불소중합체 |
| TFM | Modified PTFE | 변형 폴리테트라플루오르에틸렌 |
| PTFE | Polytetrafluoroethylene | 고밀도 폴리에틸렌 |
| LDPE | Low density polyethylene | 저밀도 폴리에틸렌 |

# Ⅱ. 관리 대상 화학물질 목록

## 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(Sodiumicyanoaurate) | 15280-09-8 | UV/VIS | | 42 |
| | (Dipotassium tetracyanoniccolate) | 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 |
| | 나트륨시아노트리히드로보레이트(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 monocyanide) | 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 (ZnAs2)) | 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 |
| | 셀레늄화아연(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 |
| | 셀레노시안산칼륨(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 |
| | 티오시안산수은(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 |
| | 크롬산스트론티움(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 | | 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-Naphthylamine) | 91-59-8 | GC-MS | | 780 |
| 97-1-418 | 1,2-디브로모에탄(1,2-Dibromo ethane) | 106-93-4 | GC-FID | | 787 |
| 97-1-419 | 1,2-디브로모-3-클로로프로판(1,2-Dibromo-3-chloropropane) | 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-Aminobiphe nyl) | 92-67-1 | GC-MS | | 808 |
| 97-1-447 | p-아미노아조벤젠(p-Aminoazo bezene) | 60-09-3 | GC-MS | | 815 |
| 97-1-471 | 13-cis-레틴산(13-cis-Retinoic acid) | 4759-48-2 | HPLC-UVD | | 822 |
| 98-1-479 | 4,4‘-메틸렌비스(2-클로로아닐린) (4,4‘-Methylene bis(2-chloroaniline) | 101-14-4 | GC-MS | | 829 |
| 98-1-481 | (에폭시에틸)벤젠((Epoxyethyl)b enzene) | 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 (H2Cr2O7), 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(Tetramethylammonium 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 | 퍼플루오로옥탄술폰산 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-dinitrotoluene) | 121-14-2 | GC-FID | | 1011 |
| | 2,6-디니트로톨루엔(2,6-dinitotoluene) | 606-20-2 | GC-FID | | 1017 |
| 2014-1-696 | 2-에톡시에탄올(2-Ethoxyethanol) | 110-80-5 | GC-FID | | 1023 |
| 2014-1-697 | 2-이미다졸리딘티온(2-Imidazolidinethione) | 96-45-7 | HPLC-UVD | | 1029 |
| 2014-1-698 | 2-메톡시에탄올(2-Methoxyethanol) | 109-86-4 | GC-FID | | 1035 |
| 2014-1-699 | 4,4‘-메틸렌디아닐린(4,4‘-Methylenedianiline) | 101-77-9 | GC-MS | | 1041 |
| 2014-1-700 | 1-메틸-2-피롤리디논(1-Methyl-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-모폴리노-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)bisphenol; 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 | 술팜산 니켈(Nickel bis(sulfamidate); Nickel sulfamate) | 13770-89-3 | ICP-OES | | 1129 |
| 2019-1-945 | 염화니켈 육수화물(Nickel chloride (NiCl2), 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 |

## 2. 허가물질 : 없음

## 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 | GC-MS/ 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 |
| | 크롬산스트론티움(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(Trichloroethylene) | 79-01-6 | GC-FID | | 721 |
| 06-5-12 | 테트라클로로에틸렌(Tetrachloroethylene) | 127-18-4 | GC-FID | | 714 |
| 06-5-13 | 4,4‘-메틸렌비스(2-클로로아닐린) (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-Dibromo ethane) | 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-Aminoazo bezene) | 60-09-3 | GC-MS | | 815 |
| 19 | 황산 디에틸 (Diethyl sulfate) | 64-67-5 | GC-FID | | 735 |
| 21 | 시클로헥시미드(Cycloheximide) | 66-81-9 | HPLC-UVD | | 462 |
| 23 | N,N-디메틸포름아미드(N,N-Di methylformamide) | 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 | 크롬산스트론티움(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 (H2Cr2O7), 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 (ZnAs2)) | 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 |

# Ⅲ. 관리 대상 화학물질 시험 방법

## 97-1-11/2017-1-795

< 유독물질 지정 내용 >

| 고유번호 | 화학물질의 명칭 |
|---|---|
| 97-1-11 | 니코틴[Nicotine; 54-11-5]과 그 염류 및 그 중 하나를 1% 이상 함유한 혼합물 |
| 2017-1-795 | (R,S)-니코틴[(R,S)-Nicotine; 22083-74-5] 및 이를 1% 이상 함유한 혼합물 |

< 분석 대상 물질 >

| 화학물질 명칭(영문) | CAS No | 분석법 | 페이지 |
|---|---|---|---|
| 니코틴/S-니코틴(Nicotine/S-Nicotine) | 54-11-5 | LC-DAD | 22 |
| (R,S)-니코틴 [(R,S-Nicotine)] | 22083-74-5 | LC-DAD | 22 |
| R-니코틴(R-Nicotine) | 25162-00-9 | LC-DAD | 22 |
| 타르타르산 니코틴 (Nicotine hydrogen tartrate) | 65-31-6 | GC-FID | 29 |

[97-1-11],[2017-1-795](유독물질)

# Nicotine/〔(R,S)-Nicotine/(니코틴 / (R,S)-니코틴)〕

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : (R,S)-Nicotine(CAS No : 22083-74-5)
  (R-Nicotine: 25162-00-9, S-Nicotine: 54-11-5)
- 수용해도 : -
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : LC-DAD
- 방법검출한계 및 정량한계 :
  S-(-)-니코틴: 202.9 mg/kg / 646.2 mg/kg
  R-(+)-니코틴: 74.9 mg/kg / 238.6 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 S-(-)-니코틴과 R-(+)-니코틴의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래피법으로 시료 중 S-(-)-니코틴과 R-(+)-니코틴을 분리하여 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 S-(-)-니코틴과 R-(+)-니코틴에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1. 고성능액체크로마토그래프

고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이이검출기, 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 샘플루프(Loop)는 대상 시료의 농도에 따라 20 ~ 100 $\mu$L의 범위 내의 것을 사용한다.

## 4. 시약 및 표준용액

에탄올(Ethanol, $C_2H_5OH$, 분자량 : 46.07)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

헥산(Hexane, $C_6H_{14}$, 분자량 : 86.18)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

트리플루오로아세트산(Trifluoroacetic acid, $CF_3CO_2H$, 분자량 : 114.02)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

트리에탄올아민(Triethanolamine, $C_6H_{15}NO_3$, 분자량 : 149.188)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

S-(-)-니코틴(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 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.

R-(+)-니코틴 (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 에탄올 20 mL를 넣고 R-(+)-니코틴(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 에탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃ 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

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.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.4. 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1. 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3에서 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7.0항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

### 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 20 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 에탄올 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

S-(-)-니코틴 및 R-(+)-니코틴 혼합표준용액(100mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 10 ~ 80 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 10 $\mu$L를 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. S-(-)-니코틴 및 R-(+)-니코틴의 농도를 가로축(x 축)에, S-(-)-니코틴 및 R-(+)-니코틴의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 10 uL를 액체크로마토그래

프에 주입한다. 액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 S-(-)-니코틴 및 R-(+)-니코틴의 농도를 계산한다.

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

여기서, $C_1$ : 분석시료의 S-(-)-니코틴 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 S-(-)-니코틴 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \qquad \text{(식 2)}$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 R-(+)-니코틴 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 R-(+)-니코틴 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌


**9.1.** 전자식 금연보조제 액상 중 유해물질 분석법, 식품의약품안전처, 2016

**9.2.** Moldoveanu, S. C., Dull, G. M., Oden, R. J., Scott, W. A., “Analysis of (S)- and (R)-nicotine in various nicotine samples and in e-liquids”, 2017

**9.3.** 액상 전자담배 중 니코틴 성분 분석법 개발, 식품의약품안전처, 첨단분석팀, 2020


## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | S-(-)-니코틴 : 646.2 mg/kg<br>R-(+)-니코틴 : 238.6 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. S-(-)-니코틴 및 R-(+)-니코틴의 액체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)[1)]**

| 항목 | 조 건 |
|---|---|
| 컬럼 | ChiracelOJ-3 column<br>(250 mm x 4.6 with 3㎛ ) |
| 이동상 | A : 0.12% TFA in Hexane, B : 0.08% TEA in EtOH<br>A : B = 80 : 20 |
| 유속 | 1 mL/min |
| 파장 | 262 nm |
| 주입량 | 10 ㎕ |
| 컬럼 온도 | 30 ℃ |

1) 실험실에서 고성능액체크로마토그래프를 역상시스템으로 사용하고 있는 경우, 위와 같은 순상시스템의 사용이 가능한지 확인 및 주의가 필요함.

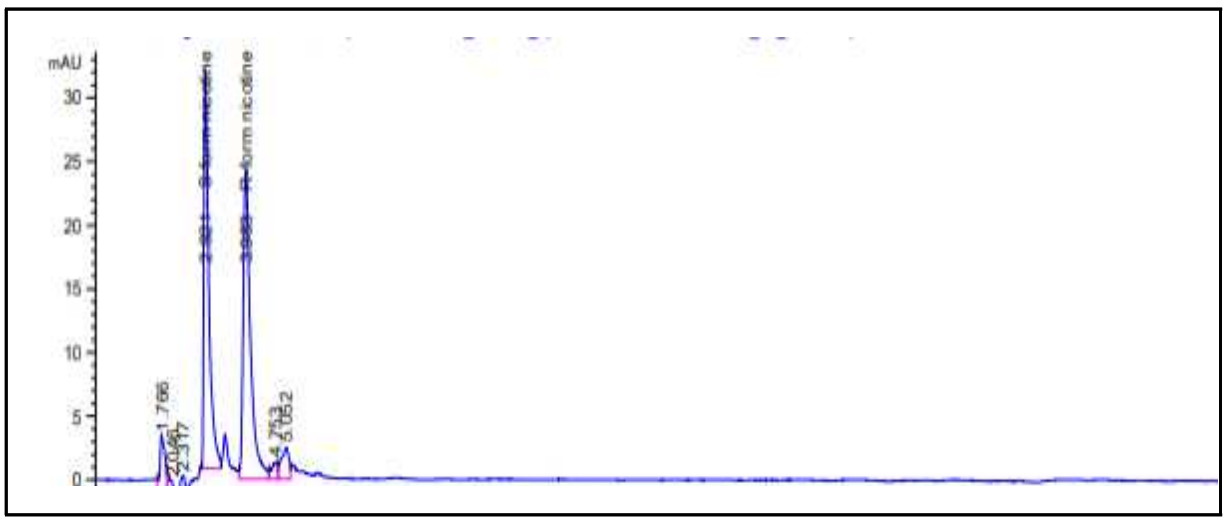



**그림 1. S-(-)-니코틴 및 R-(+)-니코틴 크로마토그램(예시)**

**표 3. S-(-)-니코틴 및 R-(+)-니코틴의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | S-(-)-니코틴: 0.9998<br>R-(+)-니코틴: 0.9998 | S-(-)-니코틴: 0.9998<br>R-(+)-니코틴: 0.9997 |
| 정확도(%) | S-(-)-니코틴: 96.9<br>R-(+)-니코틴: 96.9 | S-(-)-니코틴: 100.0<br>R-(+)-니코틴: 100.0 |
| 정밀도(% RSD) | S-(-)-니코틴: 2.5<br>R-(+)-니코틴: 2.5 | S-(-)-니코틴: 1.0<br>R-(+)-니코틴: 0.9 |

[97-1-11](유독물질)

# Nicotine hydrogen tartrate(타르타르산 니코틴)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Nicotine hydrogen tartrate (CAS No : 65-31-6)
- 수용해도 : -
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 139.8 mg/kg / 445.3 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 타르타르산 니코틴의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 타르타르산 니코틴을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 타르타르산 니코틴에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1. 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다.

### 3.2. 검출기: FID

불꽃이온화검출기는 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.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

타르타르산 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.

25 mL 부피플라스크에 메탄올 20 mL를 넣고 타르타르산 니코틴(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨

가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7. 항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

상대표준편차(%)= $\frac{s}{\overline{x}} \times 100$ ($s$=표준편차, $\overline{x}$ =평균)

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 ㎛ 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

타르타르산 니코틴 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 20 ~ 200 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 ㎕를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 타르타르산 니코틴의 농도를 가로축(x 축)에, 타르타르산 니코틴의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 타르타르산 니

코틴의 농도를 계산한다.

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

여기서, $C_1$ : 분석시료의 타르타르산 니코틴 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 타르타르산 니코틴 농도(mg/L

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

# 9. 참고문헌

9.1 전자식 금연보조제 액상 중 유해물질 분석법, 식품의약품안전처, 2016

9.2 Moldoveanu, S. C., Dull, G. M., Oden, R. J., Scott, W. A., “Analysis of (S)- and (R)-nicotine in various nicotine samples and in e-liquids”, 2017

9.3 액상 전자담배 중 니코틴 성분 분석법 개발, 식품의약품안전처, 첨단분석팀, 2020

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 445.3 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 타르타르산니코틴의 GC 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | Phenomen CP7502 CP-Chirasil<br>(25 m × 0.25mm × 0.25 $\mu$m) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/10 | | | | |
| 주입구 온도 | 240 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 250 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도<br>(℃)<br>50.0 | 초기시간<br>(min.)<br>5.0 | 승온속도<br>(℃/min.)<br>4.0 | 최종온도<br>(℃)<br>225.0 | 최종시간<br>(min.)<br>5.0 |

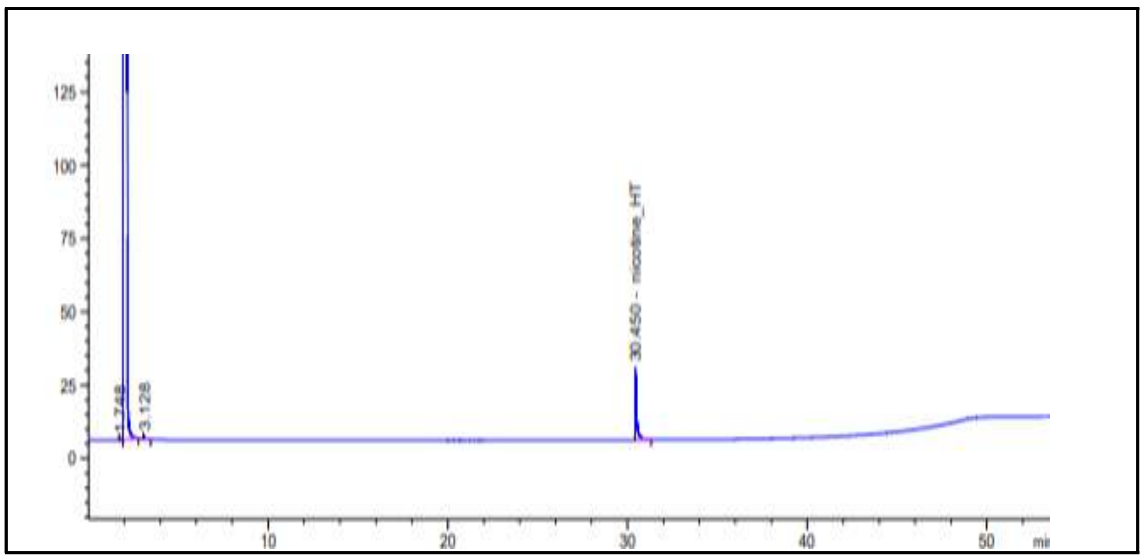



**그림 1. 타르타르산 니코틴 크로마토그램(예시)**

**표 4. 타르타르산 니코틴의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9999 | 0.9990 |
| 정확도(%) | 101.4 | 101.8 |
| 정밀도(% RSD) | 1.5 | 2.8 |

[97-1-12] (유독물질), 75(중점관리물질), 19(사고대비물질)

# Nitrobenzene(니트로벤젠)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Nitrobenzene (CAS No : 98-95-3)
- 수용해도 : 1.9g/L(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.3%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 사고대비물질 혼합물 함량 한계 : 25%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 14.5 mg/kg / 46.4 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 니트로벤젠의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 니트로벤젠을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 니트로벤젠에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프(GC)

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 ㎛, 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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 검출기: FID

불꽃이온화검출기는 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.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

니트로벤젠 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 메탄올 20 mL를 넣고 니트로벤젠(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7. 항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7. 항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

니트로벤젠 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 1 ~ 50 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 니트로벤젠의 농도를 가로축(x 축)에, 니트로벤젠의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 니트로벤젠의 농도를 계산한다.

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

여기서, $C_1$ : 분석시료의 니트로벤젠 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 니트로벤젠 농도(mg/L

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

9.1 Determination of explosives and related compounds in drinking water by solid phase extraction and capillary column gas /mass spectrometery (GC/MS), EPA method 529

9.2 ES 08304, 유해화학물질공정시험기준

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 46.4 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 니트로벤젠의 GC 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-5<br>(30 m × 0.25mm × 0.25 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | |
| 주입구 온도 | 250 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 280 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 2.0 | 5.0 | 250 | 5.0 |

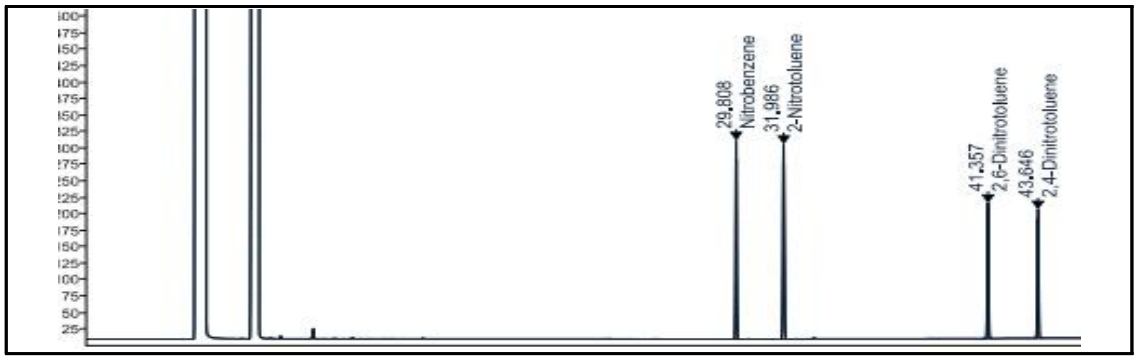



**그림 1. 니트로벤젠 크로마토그램(예시)**

**표 3. 니트로벤젠의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9997 | 0.9996 |
| 정확도(%) | 103.0 | 101.4 |
| 정밀도(% RSD) | 0.8 | 0.8 |

# 97-1-90

## < 유독물질 지정 내용 >

| 고유번호 | 화학물질의 명칭 |
|---|---|
| 97-1-90 | 무기시안 화합물[Inorganic cyanide compounds] 및 이를 1% 이상 함유한 혼합물. 다만, 베를린청(Ferric ferrocyanide), 페로시안염(Ferrocyanide, salts), 페리시안염(Ferricyanide, salts) 및 그 중 하나를 함유한 혼합물은 제외 |

## < 분석 대상 물질 >

| 화학물질 명칭(영문) | CAS No | 분석법 | 페이지 |
|---|---|---|---|
| 청화금나트륨(Sodiumicyanoaurate) | 15280-09-8 | UV/VIS | 42 |
| (Dipotassium tetracyanoniccolate) | 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 |
| 나트륨시아보노하이드리드(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 monocyanide) | 506-65-0 | UV/VIS | 122 |
| 시안화구리(Copper cyanide) | 544-92-3 | UV/VIS | 130 |

[97-1-90](유독물질)

# Sodium dicyanoaurate(청화금나트륨)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Sodium dicyanoaurate (CAS No : 15280-09-8)
- 수용해도 : -
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : UV/VIS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 0.82 mg/kg / 2.6 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 무기 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 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 자외선/가시광선 흡광광도계 (UV/VIS)

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

### 3.2 흡수셀

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

3.2.2 따로 흡수셀의 길이를 지정하지 않았을 때는 10 mm셀을 사용한다.

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

### 3.3 시안증류장치

### 3.4 pH 측정기

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

### 3.5 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.

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

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

#### 4.1.2 페놀프탈레인 0.5 % 용액

페놀프탈레인(4.1.1) 0.5 g을 에틸알코올 50 mL에 녹이고 정제수를 넣어 100 mL로 한 후 이 용액이 홍색을 나타낼 때까지 수산화나트륨용액을 넣는다.

#### 4.1.3 에틸알코올 (Ethanol, $C_2H_5OH$)

#### 4.1.4 인산(Phosphoric acid, $H_3PO_4$)

#### 4.1.5 수산화나트륨 (Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.6 수산화나트륨 2 % 용액

수산화나트륨(4.1.5) 20,0 g을 정제수에 녹여 1 L로 한 다음 폴리에틸렌 병에 넣어 보관한다.

#### 4.1.7 슬퍼민산암모늄 (Ammonium sulfamate, $NH_4SO_3NH_2$)

#### 4.1.8 슬퍼민산암모늄 10 % 용액

슬퍼민산암모늄(4.1.7) 10 g을 정제수 100 mL에 녹인다.

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

**4.1.10 에틸렌디아민테트라아세트산나트륨용액 (EDTA용액)**

에틸렌디아민 4아세트산 2나트륨 · 2수화물 10 g(4.1.9)을 정제수에 넣어 녹이고 0.4 % 수산화나트륨 용액으로 약알칼리성으로 하여 정제수를 넣어 100 mL 로한다.

**4.1.11 클로로포름 (Chloroform, $CHCl_3$)**

**4.1.12 아세트산아연 (2수화물) (Zinc acetate dihydrate, $Zn(CH_3COO)_2{\cdot}2H_2O$)**

**4.1.13 아세트산아연 용액 10 %**

아세트산아연 (2수화물) (4.1.12) 100 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

**4.1.14 아세트산 (Glacial acetic acid, $CH_3COOH$)**

**4.1.15 무수인산일수소나트륨(Disodium hydrogen Phosphate, $Na_2HPO_4$)**

**4.1.16 인산이수소칼륨(Potassium dihydrogen Phosphate, $K_2HPO_4$)**

**4.1.17 인산염완충용액 pH6.8**

인산이수소칼륨(4.1.16) 34.0 g과 무수인산일수소나트륨(4.1.15) 35.5 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

**4.1.18 클로라민 T(3수화물)(chloramine-T trihydrate, $C_7H_7ClNNaO_2S{\cdot}3H_2O$)**

클로라민 T(3수화물)은 변질되기 쉬우므로 냉장보관한다.

**4.1.19 클로라민 T용액 1 %**

클로라민 T(3수화물) (4.1.18) 1.25 g을 정제수에 녹여 100 mL 로 한다.

**4.1.20 1-페닐-3메틸-5-파라졸론(1-phenyl-3-methyl-5-pyrazolone, $C_{10}H_{10}N_2O$)**

**4.1.21 피리딘(pyrindine, $C_5H_5N$)**

**4.1.22 피리딘파라졸론혼액**

1-페닐-3메틸-5-피라졸론(4.1.20) 0.25 g을 75 ℃로 가열한 정제수 100 mL에 녹이고, 실온으로 식힌 다음 비스(1-페닐-3-메틸-5-피라졸론)0.02 g을 피리딘(4.1.21) 20 mL 에 녹인 용액을 넣어 섞는다.

**4.1.23 *p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌 ((CH3)2NC6H4CH:CSCSNHCO)**

**4.1.24 *p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌 용액**

*p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌(4.1.23) 0.02 g을 아세톤에 녹여 100 mL로 한다.

**4.1.25 아세톤 (Acetone, $(CH_3)_2CO$)**

**4.1.26 정제수**

### 4.2 표준용액

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

#### 4.2.1 시안 표준물질 (1,000 mg/L)

#### 4.2.2 시안 표준물질 (10 mg/L)

시안 표준물질(1,000 mg/L) (4.2.1)의 10.0 mg을 정확히 취하여 2 % 수산화나트륨 용액 100 mL 와 물을 넣어 정확히 1,000 mL 로 한다음, 이 용액 10 mL를 정확히 취하여 정제수를 넣어 100 mL로 한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또

는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 증류 추출

**7.1.1.1** 시료 2.5 g을 정확히 달아 500 mL용량의 증류플라스크에 넣고 정제수를 넣어 약 250 mL 로 한다.

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

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

**7.1.1.4** 증류플라스크를 가열하여 매분 2 mL ~ 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.

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

**7.1.1.6** 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 ℃의 수욕조에서 30분간 방치한다.

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

## 7.2 검정곡선의 작성

**7.2.1** 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.

**7.2.2** 이하 7.3 과 같은 방법으로 측정하여 금속의 농도와 측정값으로부터 검정곡선을 작성한다.

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

## 7.3 측정법

**7.3.1** 전처리 및 발색과정을 거친 시험용액은 자외선 분광광도계를 이용하여 620 nm의 파

장에서 측정한다.

7.3.2 시료에서 측정한 시안의 측정값을 검정곡선의 y 값에 대입하여 농도(mg/L)를 계산한다.

시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

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

$$\text{제품 중 시안의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times 2.5 \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 시안의 농도(mg/L)

$C_0$ : 바탕시료의 시안의 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

$V$ : 시료 용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품 시료의 무게(g)

환산계수 : 금속 화합물 추정치 계산을 위한 환산계수(5.23)

## 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

9.1 토양오염 공정시험기준 ES 07325.1b: 시안-자외선가시선 분광법 [국립환경과학원고시 제2018-53호, 2019. 7. 31]

9.2 유해화학물질 공정시험기준 ES 08315: 무기청화금나트륨 [국립환경과학원고시 제2019-30호, 2019. 7. 31]

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 2.6 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 청화금나트륨의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9980 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 109.5 | 104.9 |
| 정밀도(% RSD) | 1.7 | 3.7 |

[97-1-90](유독물질)

# Dipotassium tetracyanoniccolate

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Dipotassium tetracyanoniccolate (CAS No : 14220-17-8)
- 수용해도 : -
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : UV/VIS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 0.38 mg/kg / 1.2 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 무기 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 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 자외선/가시광선 흡광광도계 (UV/VIS)

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

### 3.2 흡수셀

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

**3.2.2** 따로 흡수셀의 길이를 지정하지 않았을 때는 10 mm셀을 사용한다.

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

### 3.3 시안증류장치

### 3.4 pH 측정기

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

### 3.5 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.

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

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

#### 4.1.2 페놀프탈레인 0.5 % 용액

페놀프탈레인(4.1.1) 0.5 g을 에틸알코올 50 mL에 녹이고 정제수를 넣어 100 mL로 한 후 이 용액이 홍색을 나타낼 때까지 수산화나트륨용액을 넣는다.

#### 4.1.3 에틸알코올 (Ethanol, $C_2H_5OH$)

#### 4.1.4 인산(Phosphoric acid, H3PO4)

#### 4.1.5 수산화나트륨 (Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.6 수산화나트륨 2 % 용액

수산화나트륨(4.1.5) 20,0 g을 정제수에 녹여 1 L로 한 다음 폴리에틸렌 병에 넣어 보관한다.

#### 4.1.7 슬퍼민산암모늄 (Ammonium sulfamate, $NH_4SO_3NH_2$)

#### 4.1.8 슬퍼민산암모늄 10 % 용액

슬퍼민산암모늄(4.1.7) 10 g을 정제수 100 mL에 녹인다.

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

4.1.10 에틸렌디아민테트라아세트산나트륨용액 (EDTA용액)

에틸렌디아민 4아세트산 2나트륨 · 2수화물 10 g(4.1.9)을 정제수에 넣어 녹이고 0.4 % 수산화나트륨 용액으로 약알칼리성으로 하여 정제수를 넣어 100 mL 로한다.

4.1.11 클로로포름 (Chloroform, $CHCl_3$)

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

4.1.13 아세트산아연 용액 10 %

아세트산아연 (2수화물) (4.1.12) 100 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

4.1.14 아세트산 (Glacial acetic acid, $CH_3COOH$)

4.1.15 무수인산일수소나트륨(Disodium hydrogen Phosphate, $Na_2HPO_4$)

4.1.16 인산이수소칼륨(Potassium dihydrogen Phosphate, $K_2HPO_4$)

4.1.17 인산염완충용액 pH6.8

인산이수소칼륨(4.1.16) 34.0 g과 무수인산일수소나트륨(4.1.15) 35.5 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

4.1.18 클로라민 T(3수화물)(chloramine-T trihydrate, $C_7H_7ClNNaO_2S{\cdot}3H_2O$)

클로라민 T(3수화물)은 변질되기 쉬우므로 냉장보관한다.

4.1.19 클로라민 T용액 1 %

클로라민 T(3수화물) (4.1.18) 1.25 g을 정제수에 녹여 100 mL 로 한다.

4.1.20 1-페닐-3메틸-5-파라졸론(1-phenyl-3-methyl-5-pyrazolone, $C_{10}H_{10}N_2O$)

4.1.21 피리딘(pyrindine, $C_5H_5N$)

4.1.22 피리딘파라졸론혼액

1-페닐-3메틸-5-피라졸론(4.1.20) 0.25 g을 75 ℃로 가열한 정제수 100 mL에 녹이고, 실온으로 식힌 다음 비스(1-페닐-3-메틸-5-피라졸론)0.02 g을 피리딘(4.1.21) 20 mL 에 녹인 용액을 넣어 섞는다.

4.1.23 *p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌 ($(CH_3)_2NC_6H_4CH{:}CSCSNHCO$)

4.1.24 *p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌 용액

*p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌(4.1.23) 0.02 g을 아세톤에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.25 아세톤 (Acetone, $(CH_3)_2CO$)

4.1.26 정제수

### 4.2 표준용액

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

#### 4.2.1 시안 표준물질 (1,000 mg/L)

#### 4.2.2 시안 표준물질 (10 mg/L)

시안 표준물질(1,000 mg/L) (4.2.1)의 10.0 mg을 정확히 취하여 2 % 수산화나트륨 용액 100 mL 와 물을 넣어 정확히 1,000 mL 로 한다음, 이 용액 10 mL를 정확히 취하여 정제수를 넣어 100 mL로 한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

6.1.1 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를

준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7..2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 증류 추출

**7.1.1.1** 시료 2.5 g을 정확히 달아 500 mL용량의 증류플라스크에 넣고 정제수를 넣어 약 250 mL 로 한다.

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

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

**7.1.1.4** 증류플라스크를 가열하여 매분 2 mL ~ 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.

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

**7.1.1.6** 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 ℃의 수욕조에서 30분간 방치한다.

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

## 7.2 검정곡선의 작성

**7.2.1** 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.

**7.2.2** 이하 7.3 과 같은 방법으로 측정하여 금속의 농도와 측정값으로부터 검정곡선을 작성한다.

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

## 7.3 측정법

**7.3.1** 전처리 및 발색과정을 거친 시험용액은 자외선 분광광도계를 이용하여 620 nm의 파

장에서 측정한다.

7.3.2 시료에서 측정한 시안의 측정값을 검정곡선의 y 값에 대입하여 농도(mg/L)를 계산한다.

시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

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

$$\text{제품 중 시안의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times 2.5 \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 시안의 농도(mg/L)

$C_0$ : 바탕시료의 시안의 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

$V$ : 시료 용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품 시료의 무게(g)

환산계수 : 금속 화합물 추정치 계산을 위한 환산계수(2.32)

## 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

9.1 토양오염 공정시험기준 ES 07325.1b: 시안-자외선가시선 분광법 [국립환경과학원고시 제2018-53호, 2019. 7. 31]

9.2 유해화학물질 공정시험기준 ES 08315: 무기시안화합물 [국립환경과학원고시 제2019-30호, 2019. 7. 31]

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 1.2 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. Dipotassium tetracyanoniccolate의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9980 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 109.5 | 104.9 |
| 정밀도(% RSD) | 1.7 | 3.7 |

[97-1-90](유독물질)

# Zinc cyanide(시안화아연)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Zinc cyanide (CAS No : 557-21-1)
- 수용해도 : 0.0005 g/100mL(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : UV/VIS, 1.1 mg/kg(0.9 mg/kg)

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 무기 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 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 자외선/가시광선 흡광광도계 (UV/VIS)

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

### 3.2 흡수셀

**3.2.1** 시료액의 흡수파장이 약 370 nm이상일 때는 석영 또는 경질유리 흡수셀을 사용하고 약 370 nm이하일 때는 석영 흡수셀을 사용한다.

**3.2.2** 따로 흡수셀의 길이를 지정하지 않았을 때는 10 mm셀을 사용한다.

**3.2.3** 흡수셀에는 시험용액으로 흡수셀을 씻은 다음 셀의 약 80 %까지 넣고 외면이 젖어

있을 때는 깨끗이 닦는다. 필요하면(휘발성 용매를 사용할 때와 같은 경우)흡수셀에 마개를 하고 흡수셀에 방향성이 있을 때는 항상 방향을 일정하게 하여 사용한다.

### 3.3 시안증류장치

### 3.4 pH 측정기

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

### 3.5 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.

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

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

#### 4.1.2 페놀프탈레인 0.5 % 용액

페놀프탈레인(4.1.1) 0.5 g을 에틸알코올 50 mL에 녹이고 정제수를 넣어 100 mL로 한 후 이 용액이 홍색을 나타낼 때까지 수산화나트륨용액을 넣는다.

#### 4.1.3 에틸알코올 (Ethanol, $C_2H_5OH$)

#### 4.1.4 인산(Phosphoric acid, $H_3PO_4$)

#### 4.1.5 수산화나트륨 (Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.6 수산화나트륨 2 % 용액

수산화나트륨(4.1.5) 20,0 g을 정제수에 녹여 1 L로 한 다음 폴리에틸렌 병에 넣어 보관한다.

#### 4.1.7 슬퍼민산암모늄 (Ammonium sulfamate, $NH_4SO_3NH_2$)

#### 4.1.8 슬퍼민산암모늄 10 % 용액

슬퍼민산암모늄(4.1.7) 10 g을 정제수 100 mL에 녹인다.

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

**4.1.10 에틸렌디아민테트라아세트산나트륨용액 (EDTA용액)**

에틸렌디아민 4아세트산 2나트륨·2수화물 10 g(4.1.9)을 정제수에 넣어 녹이고 0.4 % 수산화나트륨 용액으로 약알칼리성으로 하여 정제수를 넣어 100 mL 로한다.

**4.1.11 클로로포름 (Chloroform, $CHCl_3$)**

**4.1.12 아세트산아연 (2수화물) (Zinc acetate dihydrate, $Zn(CH_3COO)_2{\cdot}2H_2O$)**

**4.1.13 아세트산아연 용액 10 %**

아세트산아연 (2수화물) (4.1.12) 100 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

**4.1.14 아세트산 (Glacial acetic acid, $CH_3COOH$)**

**4.1.15 무수인산일수소나트륨(Disodium hydrogen Phosphate, $Na_2HPO_4$)**

**4.1.16 인산이수소칼륨(Potassium dihydrogen Phosphate, $K_2HPO_4$)**

**4.1.17 인산염완충용액 pH6.8**

인산이수소칼륨(4.1.16) 34.0 g과 무수인산일수소나트륨(4.1.15) 35.5 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

**4.1.18 클로라민 T(3수화물)(chloramine-T trihydrate, $C_7H_7ClNNaO_2S{\cdot}3H_2O$)**

클로라민 T(3수화물)은 변질되기 쉬우므로 냉장보관한다.

**4.1.19 클로라민 T용액 1 %**

클로라민 T(3수화물) (4.1.18) 1.25 g을 정제수에 녹여 100 mL 로 한다.

**4.1.20 1-페닐-3메틸-5-파라졸론(1-phenyl-3-methyl-5-pyrazolone, $C_{10}H_{10}N_2O$)**

**4.1.21 피리딘(pyrindine, $C_5H_5N$)**

**4.1.22 피리딘파라졸론혼액**

1-페닐-3메틸-5-피라졸론(4.1.20) 0.25 g을 75 ℃로 가열한 정제수 100 mL에 녹이고, 실온으로 식힌 다음 비스(1-페닐-3-메틸-5-피라졸론)0.02 g을 피리딘(4.1.21) 20 mL 에 녹인 용액을 넣어 섞는다.

**4.1.23 *p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌 ((CH3)2NC6H4CH:CSCSNHCO)**

**4.1.24 *p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌 용액**

*p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌(4.1.23) 0.02 g을 아세톤에 녹여 100 mL로 한다.

**4.1.25 아세톤 (Acetone, $(CH_3)_2CO$)**

**4.1.26 정제수**

### 4.2 표준용액

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

#### 4.2.1 시안 표준물질 (1,000 mg/L)

#### 4.2.2 시안 표준물질 (10 mg/L)

시안 표준물질(1,000 mg/L) (4.2.1)의 10.0 mg을 정확히 취하여 2 % 수산화나트륨 용액 100 mL 와 물을 넣어 정확히 1,000 mL 로 한다음, 이 용액 10 mL를 정확히 취하여 정제수를 넣어 100 mL로 한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

6.1.1 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를

준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3에서 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7..2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 증류 추출

**7.1.1.1** 시료 2.5 g을 정확히 달아 500 mL용량의 증류플라스크에 넣고 정제수를 넣어 약 250 mL 로 한다.

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

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

**7.1.1.4** 증류플라스크를 가열하여 매분 2 mL ~ 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.

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

**7.1.1.6** 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 ℃의 수욕조에서 30분간 방치한다.

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

## 7.2 검정곡선의 작성

**7.2.1** 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.

**7.2.2** 이하 7.3 과 같은 방법으로 측정하여 금속의 농도와 측정값으로부터 검정곡선을 작성한다.

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

## 7.3 측정법

**7.3.1** 전처리 및 발색과정을 거친 시험용액은 자외선 분광광도계를 이용하여 620 nm의 파

장에서 측정한다.

7.3.2 시료에서 측정한 시안의 측정값을 검정곡선의 y 값에 대입하여 농도(mg/L)를 계산한다.

시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

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

$$\text{제품 중 시안의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times 2.5 \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 시안의 농도(mg/L)

$C_0$ : 바탕시료의 시안의 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

$V$ : 시료 용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품 시료의 무게(g)

환산계수 : 금속 화합물 추정치 계산을 위한 환산계수(2.26)

## 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

9.1 토양오염 공정시험기준 ES 07325.1b: 시안-자외선가시선 분광법 [국립환경과학원고시 제2018-53호, 2019. 7. 31]

9.2 유해화학물질 공정시험기준 ES 08315: 무기시안화합물 [국립환경과학원고시 제2019-30호, 2019. 7. 31]

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 1.1 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 시안화아연의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9980 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 109.5 | 104.9 |
| 정밀도(% RSD) | 1.7 | 3.7 |

[97-1-90] (유독물질), 33(사고대비물질)

# Sodium cyanide(시안화나트륨)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Sodium cyanide (CAS No : 143-33-9)
- 수용해도 : 63.7 g/100mL(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 사고대비물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : UV/VIS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 0.28 mg/kg / 0.9 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 무기 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 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 자외선/가시광선 흡광광도계 (UV/VIS)

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

### 3.2 흡수셀

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

3.2.2 따로 흡수셀의 길이를 지정하지 않았을 때는 10 mm셀을 사용한다.

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

### 3.3 시안증류장치

### 3.4 pH 측정기

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

### 3.5 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.

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

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

#### 4.1.2 페놀프탈레인 0.5 % 용액

페놀프탈레인(4.1.1) 0.5 g을 에틸알코올 50 mL에 녹이고 정제수를 넣어 100 mL로 한 후 이 용액이 홍색을 나타낼 때까지 수산화나트륨용액을 넣는다.

#### 4.1.3 에틸알코올 (Ethanol, $C_2H_5OH$)

#### 4.1.4 인산(Phosphoric acid, $H_3PO_4$)

#### 4.1.5 수산화나트륨 (Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.6 수산화나트륨 2 % 용액

수산화나트륨(4.1.5) 20,0 g을 정제수에 녹여 1 L로 한 다음 폴리에틸렌 병에 넣어 보관한다.

#### 4.1.7 슬퍼민산암모늄 (Ammonium sulfamate, $NH_4SO_3NH_2$)

#### 4.1.8 슬퍼민산암모늄 10 % 용액

슬퍼민산암모늄(4.1.7) 10 g을 정제수 100 mL에 녹인다.

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

#### 4.1.10 에틸렌디아민테트라아세트산나트륨용액 (EDTA용액)

에틸렌디아민 4아세트산 2나트륨 · 2수화물 10 g(4.1.9)을 정제수에 넣어 녹이고 0.4 % 수산화나트륨 용액으로 약알칼리성으로 하여 정제수를 넣어 100 mL 로한다.

#### 4.1.11 클로로포름 (Chloroform, $CHCl_3$)

#### 4.1.12 아세트산아연 (2수화물) (Zinc acetate dihydrate, $Zn(CH_3COO)_2{\cdot}2H_2O$)

#### 4.1.13 아세트산아연 용액 10 %

아세트산아연 (2수화물) (4.1.12) 100 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

#### 4.1.14 아세트산 (Glacial acetic acid, $CH_3COOH$)

#### 4.1.15 무수인산일수소나트륨(Disodium hydrogen Phosphate, $Na_2HPO_4$)

#### 4.1.16 인산이수소칼륨(Potassium dihydrogen Phosphate, $K_2HPO_4$)

#### 4.1.17 인산염완충용액 pH6.8

인산이수소칼륨(4.1.16) 34.0 g과 무수인산일수소나트륨(4.1.15) 35.5 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

#### 4.1.18 클로라민 T(3수화물)(chloramine-T trihydrate, $C_7H_7ClNNaO_2S{\cdot}3H_2O$)

클로라민 T(3수화물)은 변질되기 쉬우므로 냉장보관한다.

#### 4.1.19 클로라민 T용액 1 %

클로라민 T(3수화물) (4.1.18) 1.25 g을 정제수에 녹여 100 mL 로 한다.

#### 4.1.20 1-페닐-3메틸-5-파라졸론(1-phenyl-3-methyl-5-pyrazolone, $C_{10}H_{10}N_2O$)

#### 4.1.21 피리딘(pyrindine, $C_5H_5N$)

#### 4.1.22 피리딘파라졸론혼액

1-페닐-3메틸-5-피라졸론(4.1.20) 0.25 g을 75 ℃로 가열한 정제수 100 mL에 녹이고, 실온으로 식힌 다음 비스(1-페닐-3-메틸-5-피라졸론)0.02 g을 피리딘(4.1.21) 20 mL 에 녹인 용액을 넣어 섞는다.

#### 4.1.23 *p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌 ((CH3)2NC6H4CH:CSCSNHCO)

#### 4.1.24 *p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌 용액

*p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌(4.1.23) 0.02 g을 아세톤에 녹여 100 mL로 한다.

#### 4.1.25 아세톤 (Acetone, $(CH_3)_2CO$)

#### 4.1.26 정제수

### 4.2 표준용액

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

#### 4.2.1 시안 표준물질 (1,000 mg/L)

#### 4.2.2 시안 표준물질 (10 mg/L)

시안 표준물질(1,000 mg/L) (4.2.1)의 10.0 mg을 정확히 취하여 2 % 수산화나트륨 용액 100 mL 와 물을 넣어 정확히 1,000 mL 로 한다음, 이 용액 10 mL를 정확히 취하여 정제수를 넣어 100 mL로 한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3에서 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 증류 추출

**7.1.1.1** 시료 2.5 g을 정확히 달아 500 mL용량의 증류플라스크에 넣고 정제수를 넣어 약 250 mL 로 한다.

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

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

**7.1.1.4** 증류플라스크를 가열하여 매분 2 mL ~ 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.

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

**7.1.1.6** 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 ℃의 수욕조에서 30분간 방치한다.

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

## 7.2 검정곡선의 작성

**7.2.1** 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.

**7.2.2** 이하 7.3 과 같은 방법으로 측정하여 금속의 농도와 측정값으로부터 검정곡선을 작성한다.

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

## 7.3 측정법

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

7.3.2 시료에서 측정한 시안의 측정값을 검정곡선의 y 값에 대입하여 농도(mg/L)를 계산한다.

시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

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

$$\text{제품 중 시안의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times 2.5 \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 시안의 농도(mg/L)

$C_0$ : 바탕시료의 시안의 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료 용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품 시료의 무게(g)

환산계수 : 금속 화합물 추정치 계산을 위한 환산계수(1.18)

### 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

9.1 토양오염 공정시험기준 ES 07325.1b: 시안-자외선가시선 분광법 [국립환경과학원고시 제2018-53호, 2019. 7. 31]

9.2 유해화학물질 공정시험기준 ES 08315: 무기시안화합물 [국립환경과학원고시 제2019-30호, 2019. 7. 31]

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 0.9 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 시안화나트륨의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9980 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 109.5 | 104.9 |
| 정밀도(% RSD) | 1.7 | 3.7 |

[97-1-90](유독물질)

# Potassium dicyanoaurate

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Potassium dicyanoaurate (CAS No : 13967-50-5)
- 수용해도 : -
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : UV/VIS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 0.85 mg/kg / 2.7 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 무기 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 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 자외선/가시광선 흡광광도계 (UV/VIS)

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

### 3.2 흡수셀

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

**3.2.2** 따로 흡수셀의 길이를 지정하지 않았을 때는 10 mm셀을 사용한다.

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

### 3.3 시안증류장치

### 3.4 pH 측정기

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

### 3.5 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.

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

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

#### 4.1.2 페놀프탈레인 0.5 % 용액

페놀프탈레인(4.1.1) 0.5 g을 에틸알코올 50 mL에 녹이고 정제수를 넣어 100 mL로 한 후 이 용액이 홍색을 나타낼 때까지 수산화나트륨용액을 넣는다.

#### 4.1.3 에틸알코올 (Ethanol, $C_2H_5OH$)

#### 4.1.4 인산(Phosphoric acid, $H_3PO_4$)

#### 4.1.5 수산화나트륨 (Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.6 수산화나트륨 2 % 용액

수산화나트륨(4.1.5) 20,0 g을 정제수에 녹여 1 L로 한 다음 폴리에틸렌 병에 넣어 보관한다.

#### 4.1.7 슬퍼민산암모늄 (Ammonium sulfamate, $NH_4SO_3NH_2$)

#### 4.1.8 슬퍼민산암모늄 10 % 용액

슬퍼민산암모늄(4.1.7) 10 g을 정제수 100 mL에 녹인다.

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

**4.1.10 에틸렌디아민테트라아세트산나트륨용액 (EDTA용액)**

에틸렌디아민 4아세트산 2나트륨 · 2수화물 10 g(4.1.9)을 정제수에 넣어 녹이고 0.4 % 수산화나트륨 용액으로 약알칼리성으로 하여 정제수를 넣어 100 mL 로한다.

**4.1.11 클로로포름 (Chloroform, $CHCl_3$)**

**4.1.12 아세트산아연 (2수화물) (Zinc acetate dihydrate, $Zn(CH_3COO)_2{\cdot}2H_2O$)**

**4.1.13 아세트산아연 용액 10 %**

아세트산아연 (2수화물) (4.1.12) 100 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

**4.1.14 아세트산 (Glacial acetic acid, $CH_3COOH$)**

**4.1.15 무수인산일수소나트륨(Disodium hydrogen Phosphate, $Na_2HPO_4$)**

**4.1.16 인산이수소칼륨(Potassium dihydrogen Phosphate, $K_2HPO_4$)**

**4.1.17 인산염완충용액 pH6.8**

인산이수소칼륨(4.1.16) 34.0 g과 무수인산일수소나트륨(4.1.15) 35.5 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

**4.1.18 클로라민 T(3수화물)(chloramine-T trihydrate, $C_7H_7ClNNaO_2S{\cdot}3H_2O$)**

클로라민 T(3수화물)은 변질되기 쉬우므로 냉장보관한다.

**4.1.19 클로라민 T용액 1 %**

클로라민 T(3수화물) (4.1.18) 1.25 g을 정제수에 녹여 100 mL 로 한다.

**4.1.20 1-페닐-3메틸-5-파라졸론(1-phenyl-3-methyl-5-pyrazolone, $C_{10}H_{10}N_2O$)**

**4.1.21 피리딘(pyrindine, $C_5H_5N$)**

**4.1.22 피리딘파라졸론혼액**

1-페닐-3메틸-5-피라졸론(4.1.20) 0.25 g을 75 ℃로 가열한 정제수 100 mL에 녹이고, 실온으로 식힌 다음 비스(1-페닐-3-메틸-5-피라졸론)0.02 g을 피리딘(4.1.21) 20 mL 에 녹인 용액을 넣어 섞는다.

**4.1.23 *p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌 ((CH3)2NC6H4CH:CSCSNHCO)**

**4.1.24 *p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌 용액**

*p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌(4.1.23) 0.02 g을 아세톤에 녹여 100 mL로 한다.

**4.1.25 아세톤 (Acetone, $(CH_3)_2CO$)**

**4.1.26 정제수**

### 4.2 표준용액

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

#### 4.2.1 시안 표준물질 (1,000 mg/L)

#### 4.2.2 시안 표준물질 (10 mg/L)

시안 표준물질(1,000 mg/L) (4.2.1)의 10.0 mg을 정확히 취하여 2 % 수산화나트륨 용액 100 mL 와 물을 넣어 정확히 1,000 mL 로 한다음, 이 용액 10 mL를 정확히 취하여 정제수를 넣어 100 mL로 한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또

는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3에서 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7..2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x} \text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 증류 추출

**7.1.1.1** 시료 2.5 g을 정확히 달아 500 mL용량의 증류플라스크에 넣고 정제수를 넣어 약 250 mL 로 한다.

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

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

**7.1.1.4** 증류플라스크를 가열하여 매분 2 mL ~ 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.

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

**7.1.1.6** 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 ℃의 수욕조에서 30분간 방치한다.

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

## 7.2 검정곡선의 작성

**7.2.1** 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.

**7.2.2** 이하 7.3 과 같은 방법으로 측정하여 금속의 농도와 측정값으로부터 검정곡선을 작성한다.

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

## 7.3 측정법

**7.3.1** 전처리 및 발색과정을 거친 시험용액은 자외선 분광광도계를 이용하여 620 nm의 파

장에서 측정한다.

7.3.2 시료에서 측정한 시안의 측정값을 검정곡선의 y 값에 대입하여 농도(mg/L)를 계산한다.

시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

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

$$\text{제품 중 시안의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times 2.5 \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 시안의 농도(mg/L)

$C_0$ : 바탕시료의 시안의 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료 용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품 시료의 무게(g)

환산계수 : 금속 화합물 추정치 계산을 위한 환산계수(5.54)

## 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

9.1 토양오염 공정시험기준 ES 07325.1b: 시안-자외선가시선 분광법 [국립환경과학원고시 제2018-53호, 2019. 7. 31]

9.2 유해화학물질 공정시험기준 ES 08315: 무기시안화합물 [국립환경과학원고시 제2019-30호, 2019. 7. 31]

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 2.7 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. Potassium dicyanoaurate의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.998 0 | 0.999 8 |
| 정확도(%) | 109.5 | 104.9 |
| 정밀도(% RSD) | 1.7 | 3.7 |

[97-1-90](유독물질)

# Potassium cyanide(시안화칼륨)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Potassium cyanide (CAS No : 151-50-8)
- 수용해도 : 71.6 g/100mL(25℃C)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : UV/VIS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 0.38 mg/kg / 1.2 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 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 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 자외선/가시광선 흡광광도계 (UV/VIS)

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

### 3.2 흡수셀

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

**3.2.2** 따로 흡수셀의 길이를 지정하지 않았을 때는 10 mm셀을 사용한다.

**3.2.3** 흡수셀에는 시험용액으로 흡수셀을 씻은 다음 셀의 약 80 %까지 넣고 외면이 젖어

있을 때는 깨끗이 닦는다. 필요하면(휘발성 용매를 사용할 때와 같은 경우)흡수셀에 마개를 하고 흡수셀에 방향성이 있을 때는 항상 방향을 일정하게 하여 사용한다.

### 3.3 시안증류장치

### 3.4 pH 측정기

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

### 3.5 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.

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

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

#### 4.1.2 페놀프탈레인 0.5 % 용액

페놀프탈레인(4.1.1) 0.5 g을 에틸알코올 50 mL에 녹이고 정제수를 넣어 100 mL로 한 후 이 용액이 홍색을 나타낼 때까지 수산화나트륨용액을 넣는다.

#### 4.1.3 에틸알코올 (Ethanol, $C_2H_5OH$)

#### 4.1.4 인산(Phosphoric acid, $H_3PO_4$)

#### 4.1.5 수산화나트륨 (Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.6 수산화나트륨 2 % 용액

수산화나트륨(4.1.5) 20,0 g을 정제수에 녹여 1 L로 한 다음 폴리에틸렌 병에 넣어 보관한다.

#### 4.1.7 슬퍼민산암모늄 (Ammonium sulfamate, $NH_4SO_3NH_2$)

#### 4.1.8 슬퍼민산암모늄 10 % 용액

슬퍼민산암모늄(4.1.7) 10 g을 정제수 100 mL에 녹인다.

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

**4.1.10 에틸렌디아민테트라아세트산나트륨용액 (EDTA용액)**

에틸렌디아민 4아세트산 2나트륨·2수화물 10 g(4.1.9)을 정제수에 넣어 녹이고 0.4 % 수산화나트륨 용액으로 약알칼리성으로 하여 정제수를 넣어 100 mL 로한다.

**4.1.11 클로로포름 (Chloroform, $CHCl_3$)**

**4.1.12 아세트산아연 (2수화물) (Zinc acetate dihydrate, $Zn(CH_3COO)_2{\cdot}2H_2O$)**

**4.1.13 아세트산아연 용액 10 %**

아세트산아연 (2수화물) (4.1.12) 100 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

**4.1.14 아세트산 (Glacial acetic acid, $CH_3COOH$)**

**4.1.15 무수인산일수소나트륨(Disodium hydrogen Phosphate, $Na_2HPO_4$)**

**4.1.16 인산이수소칼륨(Potassium dihydrogen Phosphate, $K_2HPO_4$)**

**4.1.17 인산염완충용액 pH6.8**

인산이수소칼륨(4.1.16) 34.0 g과 무수인산일수소나트륨(4.1.15) 35.5 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

**4.1.18 클로라민 T(3수화물)(chloramine-T trihydrate, $C_7H_7ClNNaO_2S{\cdot}3H_2O$)**

클로라민 T(3수화물)은 변질되기 쉬우므로 냉장보관한다.

**4.1.19 클로라민 T용액 1 %**

클로라민 T(3수화물) (4.1.18) 1.25 g을 정제수에 녹여 100 mL 로 한다.

**4.1.20 1-페닐-3메틸-5-파라졸론(1-phenyl-3-methyl-5-pyrazolone, $C_{10}H_{10}N_2O$)**

**4.1.21 피리딘(pyrindine, $C_5H_5N$)**

**4.1.22 피리딘파라졸론혼액**

1-페닐-3메틸-5-피라졸론(4.1.20) 0.25 g을 75 ℃로 가열한 정제수 100 mL에 녹이고, 실온으로 식힌 다음 비스(1-페닐-3-메틸-5-피라졸론)0.02 g을 피리딘(4.1.21) 20 mL 에 녹인 용액을 넣어 섞는다.

**4.1.23 *p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌 ((CH3)2NC6H4CH:CSCSNHCO)**

**4.1.24 *p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌 용액**

*p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌(4.1.23) 0.02 g을 아세톤에 녹여 100 mL로 한다.

**4.1.25 아세톤 (Acetone, $(CH_3)_2CO$)**

**4.1.26 정제수**

### 4.2 표준용액

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

#### 4.2.1 시안 표준물질 (1,000 mg/L)

#### 4.2.2 시안 표준물질 (10 mg/L)

시안 표준물질(1,000 mg/L) (4.2.1)의 10.0 mg을 정확히 취하여 2 % 수산화나트륨 용액 100 mL 와 물을 넣어 정확히 1,000 mL 로 한다음, 이 용액 10 mL를 정확히 취하여 정제수를 넣어 100 mL로 한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또

는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3에서 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7..2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x} \text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 증류 추출

**7.1.1.1** 시료 2.5 g을 정확히 달아 500 mL용량의 증류플라스크에 넣고 정제수를 넣어 약 250 mL 로 한다.

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

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

**7.1.1.4** 증류플라스크를 가열하여 매분 2 mL ~ 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.

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

**7.1.1.6** 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 ℃의 수욕조에서 30분간 방치한다.

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

## 7.2 검정곡선의 작성

**7.2.1** 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.

**7.2.2** 이하 7.3 과 같은 방법으로 측정하여 금속의 농도와 측정값으로부터 검정곡선을 작성한다.

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

## 7.3 측정법

**7.3.1** 전처리 및 발색과정을 거친 시험용액은 자외선 분광광도계를 이용하여 620 nm의 파

장에서 측정한다.

7.3.2 시료에서 측정한 시안의 측정값을 검정곡선의 y 값에 대입하여 농도(mg/L)를 계산한다.

시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

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

$$\text{제품 중 시안의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times 2.5 \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 시안의 농도(mg/L)

$C_0$ : 바탕시료의 시안의 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

$V$ : 시료 용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품 시료의 무게(g)

환산계수 : 금속 화합물 추정치 계산을 위한 환산계수(2.5)

## 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

9.1 토양오염 공정시험기준 ES 07325.1b: 시안-자외선가시선 분광법 [국립환경과학원고시 제2018-53호, 2019. 7. 31]

9.2 유해화학물질 공정시험기준 ES 08315: 무기시안화합물 [국립환경과학원고시 제2019-30호, 2019. 7. 31]

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 1.2 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 시안화칼륨의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.998 0 | 0.999 8 |
| 정확도(%) | 109.5 | 104.9 |
| 정밀도(% RSD) | 1.7 | 3.7 |

[97-1-90](유독물질)

# Tripotassium hexacyanocobaltate

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Tripotassium hexacyanocobaltate (CAS No : 13963-58-1)
- 수용해도 : 324.4 g/L(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : UV/VIS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 0.31 mg/kg / 1.0 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 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 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 자외선/가시광선 흡광광도계 (UV/VIS)

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

### 3.2 흡수셀

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

**3.2.2** 따로 흡수셀의 길이를 지정하지 않았을 때는 10 mm셀을 사용한다.

**3.2.3** 흡수셀에는 시험용액으로 흡수셀을 씻은 다음 셀의 약 80 %까지 넣고 외면이 젖어

있을 때는 깨끗이 닦는다. 필요하면(휘발성 용매를 사용할 때와 같은 경우)흡수셀에 마개를 하고 흡수셀에 방향성이 있을 때는 항상 방향을 일정하게 하여 사용한다.

### 3.3 시안증류장치

### 3.4 pH 측정기

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

### 3.5 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.

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

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

#### 4.1.2 페놀프탈레인 0.5 % 용액

페놀프탈레인(4.1.1) 0.5 g을 에틸알코올 50 mL에 녹이고 정제수를 넣어 100 mL로 한 후 이 용액이 홍색을 나타낼 때까지 수산화나트륨용액을 넣는다.

#### 4.1.3 에틸알코올 (Ethanol, $C_2H_5OH$)

#### 4.1.4 인산(Phosphoric acid, $H_3PO_4$)

#### 4.1.5 수산화나트륨 (Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.6 수산화나트륨 2 % 용액

수산화나트륨(4.1.5) 20,0 g을 정제수에 녹여 1 L로 한 다음 폴리에틸렌 병에 넣어 보관한다.

#### 4.1.7 슬퍼민산암모늄 (Ammonium sulfamate, $NH_4SO_3NH_2$)

#### 4.1.8 슬퍼민산암모늄 10 % 용액

슬퍼민산암모늄(4.1.7) 10 g을 정제수 100 mL에 녹인다.

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

**4.1.10 에틸렌디아민테트라아세트산나트륨용액 (EDTA용액)**

에틸렌디아민 4아세트산 2나트륨·2수화물 10 g(4.1.9)을 정제수에 넣어 녹이고 0.4 % 수산화나트륨 용액으로 약알칼리성으로 하여 정제수를 넣어 100 mL 로한다.

**4.1.11 클로로포름 (Chloroform, $CHCl_3$)**

**4.1.12 아세트산아연 (2수화물) (Zinc acetate dihydrate, $Zn(CH_3COO)_2{\cdot}2H_2O$)**

**4.1.13 아세트산아연 용액 10 %**

아세트산아연 (2수화물) (4.1.12) 100 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

**4.1.14 아세트산 (Glacial acetic acid, $CH_3COOH$)**

**4.1.15 무수인산일수소나트륨(Disodium hydrogen Phosphate, $Na_2HPO_4$)**

**4.1.16 인산이수소칼륨(Potassium dihydrogen Phosphate, $K_2HPO_4$)**

**4.1.17 인산염완충용액 pH6.8**

인산이수소칼륨(4.1.16) 34.0 g과 무수인산일수소나트륨(4.1.15) 35.5 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

**4.1.18 클로라민 T(3수화물)(chloramine-T trihydrate, $C_7H_7ClNNaO_2S{\cdot}3H_2O$)**

클로라민 T(3수화물)은 변질되기 쉬우므로 냉장보관한다.

**4.1.19 클로라민 T용액 1 %**

클로라민 T(3수화물) (4.1.18) 1.25 g을 정제수에 녹여 100 mL 로 한다.

**4.1.20 1-페닐-3메틸-5-파라졸론(1-phenyl-3-methyl-5-pyrazolone, $C_{10}H_{10}N_2O$)**

**4.1.21 피리딘(pyrindine, $C_5H_5N$)**

**4.1.22 피리딘파라졸론혼액**

1-페닐-3메틸-5-피라졸론(4.1.20) 0.25 g을 75 ℃로 가열한 정제수 100 mL에 녹이고, 실온으로 식힌 다음 비스(1-페닐-3-메틸-5-피라졸론)0.02 g을 피리딘(4.1.21) 20 mL 에 녹인 용액을 넣어 섞는다.

**4.1.23 *p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌 ((CH3)2NC6H4CH:CSCSNHCO)**

**4.1.24 *p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌 용액**

*p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌(4.1.23) 0.02 g을 아세톤에 녹여 100 mL로 한다.

**4.1.25 아세톤 (Acetone, $(CH_3)_2CO$)**

**4.1.26 정제수**

### 4.2 표준용액

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

#### 4.2.1 시안 표준물질 (1,000 mg/L)

#### 4.2.2 시안 표준물질 (10 mg/L)

시안 표준물질(1,000 mg/L) (4.2.1)의 10.0 mg을 정확히 취하여 2 % 수산화나트륨 용액 100 mL 와 물을 넣어 정확히 1,000 mL 로 한다음, 이 용액 10 mL를 정확히 취하여 정제수를 넣어 100 mL로 한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또

는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3에서 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7..2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x} \text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 증류 추출

**7.1.1.1** 시료 2.5 g을 정확히 달아 500 mL용량의 증류플라스크에 넣고 정제수를 넣어 약 250 mL 로 한다.

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

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

**7.1.1.4** 증류플라스크를 가열하여 매분 2 mL ~ 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.

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

**7.1.1.6** 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 ℃의 수욕조에서 30분간 방치한다.

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

## 7.2 검정곡선의 작성

**7.2.1** 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.

**7.2.2** 이하 7.3 과 같은 방법으로 측정하여 금속의 농도와 측정값으로부터 검정곡선을 작성한다.

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

## 7.3 측정법

**7.3.1** 전처리 및 발색과정을 거친 시험용액은 자외선 분광광도계를 이용하여 620 nm의 파

장에서 측정한다.

7.3.2 시료에서 측정한 시안의 측정값을 검정곡선의 y 값에 대입하여 농도(mg/L)를 계산한다.

시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

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

$$\text{제품 중 시안의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times 2.5 \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 시안의 농도(mg/L)

$C_0$ : 바탕시료의 시안의 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

$V$ : 시료 용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품 시료의 무게(g)

환산계수 : 금속 화합물 추정치 계산을 위한 환산계수(2.13)

## 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

9.1 토양오염 공정시험기준 ES 07325.1b: 시안-자외선가시선 분광법 [국립환경과학원고시 제2018-53호, 2019. 7. 31]

9.2 유해화학물질 공정시험기준 ES 08315: 무기시안화합물 [국립환경과학원고시 제2019-30호, 2019. 7. 31]

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 1.0 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. Tripotassium hexacyanocobaltate의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.998 0 | 0.999 8 |
| 정확도(%) | 109.5 | 104.9 |
| 정밀도(% RSD) | 1.7 | 3.7 |

[97-1-90](유독물질)

# Sodium cyanotrihydroborate

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Sodium cyanotrihydroborate (CAS No : 25895-60-7)
- 수용해도 : 212 g/100mL(29℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : UV/VIS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 0.38 mg/kg / 1.2 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 무기 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 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 자외선/가시광선 흡광광도계 (UV/VIS)

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

### 3.2 흡수셀

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

**3.2.2** 따로 흡수셀의 길이를 지정하지 않았을 때는 10 mm셀을 사용한다.

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

### 3.3 시안증류장치

### 3.4 pH 측정기

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

### 3.5 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.

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

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

#### 4.1.2 페놀프탈레인 0.5 % 용액

페놀프탈레인(4.1.1) 0.5 g을 에틸알코올 50 mL에 녹이고 정제수를 넣어 100 mL로 한 후 이 용액이 홍색을 나타낼 때까지 수산화나트륨용액을 넣는다.

#### 4.1.3 에틸알코올 (Ethanol, $C_2H_5OH$)

#### 4.1.4 인산(Phosphoric acid, $H_3PO_4$)

#### 4.1.5 수산화나트륨 (Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.6 수산화나트륨 2 % 용액

수산화나트륨(4.1.5) 20,0 g을 정제수에 녹여 1 L로 한 다음 폴리에틸렌 병에 넣어 보관한다.

#### 4.1.7 슬퍼민산암모늄 (Ammonium sulfamate, $NH_4SO_3NH_2$)

#### 4.1.8 슬퍼민산암모늄 10 % 용액

슬퍼민산암모늄(4.1.7) 10 g을 정제수 100 mL에 녹인다.

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

**4.1.10 에틸렌디아민테트라아세트산나트륨용액 (EDTA용액)**

에틸렌디아민 4아세트산 2나트륨·2수화물 10 g(4.1.9)을 정제수에 넣어 녹이고 0.4 % 수산화나트륨 용액으로 약알칼리성으로 하여 정제수를 넣어 100 mL 로한다.

**4.1.11 클로로포름 (Chloroform, $CHCl_3$)**

**4.1.12 아세트산아연 (2수화물) (Zinc acetate dihydrate, $Zn(CH_3COO)_2{\cdot}2H_2O$)**

**4.1.13 아세트산아연 용액 10 %**

아세트산아연 (2수화물) (4.1.12) 100 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

**4.1.14 아세트산 (Glacial acetic acid, $CH_3COOH$)**

**4.1.15 무수인산일수소나트륨(Disodium hydrogen Phosphate, $Na_2HPO_4$)**

**4.1.16 인산이수소칼륨(Potassium dihydrogen Phosphate, $K_2HPO_4$)**

**4.1.17 인산염완충용액 pH6.8**

인산이수소칼륨(4.1.16) 34.0 g과 무수인산일수소나트륨(4.1.15) 35.5 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

**4.1.18 클로라민 T(3수화물)(chloramine-T trihydrate, $C_7H_7ClNNaO_2S{\cdot}3H_2O$)**

클로라민 T(3수화물)은 변질되기 쉬우므로 냉장보관한다.

**4.1.19 클로라민 T용액 1 %**

클로라민 T(3수화물) (4.1.18) 1.25 g을 정제수에 녹여 100 mL 로 한다.

**4.1.20 1-페닐-3메틸-5-파라졸론(1-phenyl-3-methyl-5-pyrazolone, $C_{10}H_{10}N_2O$)**

**4.1.21 피리딘(pyrindine, $C_5H_5N$)**

**4.1.22 피리딘파라졸론혼액**

1-페닐-3메틸-5-피라졸론(4.1.20) 0.25 g을 75 ℃로 가열한 정제수 100 mL에 녹이고, 실온으로 식힌 다음 비스(1-페닐-3-메틸-5-피라졸론)0.02 g을 피리딘(4.1.21) 20 mL 에 녹인 용액을 넣어 섞는다.

**4.1.23 *p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌 ($(CH_3)_2NC_6H_4CH{:}CSCSNHCO$)**

**4.1.24 *p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌 용액**

*p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌(4.1.23) 0.02 g을 아세톤에 녹여 100 mL로 한다.

**4.1.25 아세톤 (Acetone, $(CH_3)_2CO$)**

**4.1.26 정제수**

### 4.2 표준용액

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

#### 4.2.1 시안 표준물질 (1,000 mg/L)

#### 4.2.2 시안 표준물질 (10 mg/L)

시안 표준물질(1,000 mg/L) (4.2.1)의 10.0 mg을 정확히 취하여 2 % 수산화나트륨 용액 100 mL 와 물을 넣어 정확히 1,000 mL 로 한다음, 이 용액 10 mL를 정확히 취하여 정제수를 넣어 100 mL로 한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

6.1.1 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를

준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7..2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 증류 추출

**7.1.1.1** 시료 2.5 g을 정확히 달아 500 mL용량의 증류플라스크에 넣고 정제수를 넣어 약 250 mL 로 한다.

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

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

**7.1.1.4** 증류플라스크를 가열하여 매분 2 mL ~ 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.

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

**7.1.1.6** 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 ℃의 수욕조에서 30분간 방치한다.

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

## 7.2 검정곡선의 작성

**7.2.1** 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.

**7.2.2** 이하 7.3 과 같은 방법으로 측정하여 금속의 농도와 측정값으로부터 검정곡선을 작성한다.

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

## 7.3 측정법

**7.3.1** 전처리 및 발색과정을 거친 시험용액은 자외선 분광광도계를 이용하여 620 nm의 파

장에서 측정한다.

7.3.2 시료에서 측정한 시안의 측정값을 검정곡선의 y 값에 대입하여 농도(mg/L)를 계산한다.

시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

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

$$\text{제품 중 시안의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times 2.5 \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 시안의 농도(mg/L)

$C_0$ : 바탕시료의 시안의 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

$V$ : 시료 용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품 시료의 무게(g)

환산계수 : 금속 화합물 추정치 계산을 위한 환산계수(2.73)

## 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

9.1 토양오염 공정시험기준 ES 07325.1b: 시안-자외선가시선 분광법 [국립환경과학원고시 제2018-53호, 2019. 7. 31]

9.2 유해화학물질 공정시험기준 ES 08315: 무기시안화합물 [국립환경과학원고시 제2019-30호, 2019. 7. 31]

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 1.2 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 나트륨시아보노하이드리드의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9980 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 109.5 | 104.9 |
| 정밀도(% RSD) | 1.7 | 3.7 |

[97-1-90](유독물질)

# Potassium silver cyanide(시안화은 칼륨)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : (Potassium dicyanoargentate; Potassium silver cyanide) (CAS No: 506-61-6)
- 수용해도 : 25 g/100mL(20℃C)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : UV/VIS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 0.60 mg/kg / 1.9 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 무기 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 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 자외선/가시광선 흡광광도계 (UV/VIS)

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

### 3.2 흡수셀

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

**3.2.2** 따로 흡수셀의 길이를 지정하지 않았을 때는 10 mm셀을 사용한다.

**3.2.3** 흡수셀에는 시험용액으로 흡수셀을 씻은 다음 셀의 약 80 %까지 넣고 외면이 젖어

있을 때는 깨끗이 닦는다. 필요하면(휘발성 용매를 사용할 때와 같은 경우)흡수셀에 마개를 하고 흡수셀에 방향성이 있을 때는 항상 방향을 일정하게 하여 사용한다.

### 3.3 시안증류장치

### 3.4 pH 측정기

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

### 3.5 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.

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

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

#### 4.1.2 페놀프탈레인 0.5 % 용액

페놀프탈레인(4.1.1) 0.5 g을 에틸알코올 50 mL에 녹이고 정제수를 넣어 100 mL로 한 후 이 용액이 홍색을 나타낼 때까지 수산화나트륨용액을 넣는다.

#### 4.1.3 에틸알코올 (Ethanol, $C_2H_5OH$)

#### 4.1.4 인산(Phosphoric acid, $H_3PO_4$)

#### 4.1.5 수산화나트륨 (Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.6 수산화나트륨 2 % 용액

수산화나트륨(4.1.5) 20,0 g을 정제수에 녹여 1 L로 한 다음 폴리에틸렌 병에 넣어 보관한다.

#### 4.1.7 슬퍼민산암모늄 (Ammonium sulfamate, $NH_4SO_3NH_2$)

#### 4.1.8 슬퍼민산암모늄 10 % 용액

슬퍼민산암모늄(4.1.7) 10 g을 정제수 100 mL에 녹인다.

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

**4.1.10 에틸렌디아민테트라아세트산나트륨용액 (EDTA용액)**

에틸렌디아민 4아세트산 2나트륨·2수화물 10 g(4.1.9)을 정제수에 넣어 녹이고 0.4 % 수산화나트륨 용액으로 약알칼리성으로 하여 정제수를 넣어 100 mL 로한다.

**4.1.11 클로로포름 (Chloroform, $CHCl_3$)**

**4.1.12 아세트산아연 (2수화물) (Zinc acetate dihydrate, $Zn(CH_3COO)_2{\cdot}2H_2O$)**

**4.1.13 아세트산아연 용액 10 %**

아세트산아연 (2수화물) (4.1.12) 100 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

**4.1.14 아세트산 (Glacial acetic acid, $CH_3COOH$)**

**4.1.15 무수인산일수소나트륨(Disodium hydrogen Phosphate, $Na_2HPO_4$)**

**4.1.16 인산이수소칼륨(Potassium dihydrogen Phosphate, $K_2HPO_4$)**

**4.1.17 인산염완충용액 pH6.8**

인산이수소칼륨(4.1.16) 34.0 g과 무수인산일수소나트륨(4.1.15) 35.5 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

**4.1.18 클로라민 T(3수화물)(chloramine-T trihydrate, $C_7H_7ClNNaO_2S{\cdot}3H_2O$)**

클로라민 T(3수화물)은 변질되기 쉬우므로 냉장보관한다.

**4.1.19 클로라민 T용액 1 %**

클로라민 T(3수화물) (4.1.18) 1.25 g을 정제수에 녹여 100 mL 로 한다.

**4.1.20 1-페닐-3메틸-5-파라졸론(1-phenyl-3-methyl-5-pyrazolone, $C_{10}H_{10}N_2O$)**

**4.1.21 피리딘(pyrindine, $C_5H_5N$)**

**4.1.22 피리딘파라졸론혼액**

1-페닐-3메틸-5-피라졸론(4.1.20) 0.25 g을 75 ℃로 가열한 정제수 100 mL에 녹이고, 실온으로 식힌 다음 비스(1-페닐-3-메틸-5-피라졸론)0.02 g을 피리딘(4.1.21) 20 mL 에 녹인 용액을 넣어 섞는다.

**4.1.23 *p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌 ((CH3)2NC6H4CH:CSCSNHCO)**

**4.1.24 *p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌 용액**

*p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌(4.1.23) 0.02 g을 아세톤에 녹여 100 mL로 한다.

**4.1.25 아세톤 (Acetone, $(CH_3)_2CO$)**

**4.1.26 정제수**

### 4.2 표준용액

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

#### 4.2.1 시안 표준물질 (1,000 mg/L)

#### 4.2.2 시안 표준물질 (10 mg/L)

시안 표준물질(1,000 mg/L) (4.2.1)의 10.0 mg을 정확히 취하여 2 % 수산화나트륨 용액 100 mL 와 물을 넣어 정확히 1,000 mL 로 한다음, 이 용액 10 mL를 정확히 취하여 정제수를 넣어 100 mL로 한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또

는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3에서 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7..2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x} \text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 증류 추출

**7.1.1.1** 시료 2.5 g을 정확히 달아 500 mL용량의 증류플라스크에 넣고 정제수를 넣어 약 250 mL 로 한다.

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

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

**7.1.1.4** 증류플라스크를 가열하여 매분 2 mL ~ 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.

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

**7.1.1.6** 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 ℃의 수욕조에서 30분간 방치한다.

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

## 7.2 검정곡선의 작성

**7.2.1** 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.

**7.2.2** 이하 7.3 과 같은 방법으로 측정하여 금속의 농도와 측정값으로부터 검정곡선을 작성한다.

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

## 7.3 측정법

**7.3.1** 전처리 및 발색과정을 거친 시험용액은 자외선 분광광도계를 이용하여 620 nm의 파

장에서 측정한다.

7.3.2 시료에서 측정한 시안의 측정값을 검정곡선의 y 값에 대입하여 농도(mg/L)를 계산한다.

시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

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

$$\text{제품 중 시안의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times 2.5 \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 시안의 농도(mg/L)

$C_0$ : 바탕시료의 시안의 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

$V$ : 시료 용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품 시료의 무게(g)

환산계수 : 금속 화합물 추정치 계산을 위한 환산계수(3.82)

## 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

9.1 토양오염 공정시험기준 ES 07325.1b: 시안-자외선가시선 분광법 [국립환경과학원고시 제2018-53호, 2019. 7. 31]

9.2 유해화학물질 공정시험기준 ES 08315: 무기시안화합물 [국립환경과학원고시 제2019-30호, 2019. 7. 31]

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 1.9 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. Potassium dicyanoargentate; Potassium silver cyanide의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9980 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 109.5 | 104.9 |
| 정밀도(% RSD) | 1.7 | 3.7 |

[97-1-90](유독물질)

# Silver cyanide(시안화은)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Silver cyanide (CAS No : 506-64-9)
- 수용해도 : 0.000023 g/100mL(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1.0%
- 분석방법 : UV/VIS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 0.79 mg/kg / 2.5 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 무기 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 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 자외선/가시광선 흡광광도계 (UV/VIS)

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

### 3.2 흡수셀

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

3.2.2 따로 흡수셀의 길이를 지정하지 않았을 때는 10 mm셀을 사용한다.

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

### 3.3 시안증류장치

### 3.4 pH 측정기

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

### 3.5 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.

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

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

#### 4.1.2 페놀프탈레인 0.5 % 용액

페놀프탈레인(4.1.1) 0.5 g을 에틸알코올 50 mL에 녹이고 정제수를 넣어 100 mL로 한 후 이 용액이 홍색을 나타낼 때까지 수산화나트륨용액을 넣는다.

#### 4.1.3 에틸알코올 (Ethanol, $C_2H_5OH$)

#### 4.1.4 인산(Phosphoric acid, $H_3PO_4$)

#### 4.1.5 수산화나트륨 (Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.6 수산화나트륨 2 % 용액

수산화나트륨(4.1.5) 20,0 g을 정제수에 녹여 1 L로 한 다음 폴리에틸렌 병에 넣어 보관한다.

#### 4.1.7 슬퍼민산암모늄 (Ammonium sulfamate, $NH_4SO_3NH_2$)

#### 4.1.8 슬퍼민산암모늄 10 % 용액

슬퍼민산암모늄(4.1.7) 10 g을 정제수 100 mL에 녹인다.

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

**4.1.10 에틸렌디아민테트라아세트산나트륨용액 (EDTA용액)**

에틸렌디아민 4아세트산 2나트륨·2수화물 10 g(4.1.9)을 정제수에 넣어 녹이고 0.4 % 수산화나트륨 용액으로 약알칼리성으로 하여 정제수를 넣어 100 mL 로한다.

**4.1.11 클로로포름 (Chloroform, $CHCl_3$)**

**4.1.12 아세트산아연 (2수화물) (Zinc acetate dihydrate, $Zn(CH_3COO)_2{\cdot}2H_2O$)**

**4.1.13 아세트산아연 용액 10 %**

아세트산아연 (2수화물) (4.1.12) 100 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

**4.1.14 아세트산 (Glacial acetic acid, $CH_3COOH$)**

**4.1.15 무수인산일수소나트륨(Disodium hydrogen Phosphate, $Na_2HPO_4$)**

**4.1.16 인산이수소칼륨(Potassium dihydrogen Phosphate, $K_2HPO_4$)**

**4.1.17 인산염완충용액 pH6.8**

인산이수소칼륨(4.1.16) 34.0 g과 무수인산일수소나트륨(4.1.15) 35.5 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

**4.1.18 클로라민 T(3수화물)(chloramine-T trihydrate, $C_7H_7ClNNaO_2S{\cdot}3H_2O$)**

클로라민 T(3수화물)은 변질되기 쉬우므로 냉장보관한다.

**4.1.19 클로라민 T용액 1 %**

클로라민 T(3수화물) (4.1.18) 1.25 g을 정제수에 녹여 100 mL 로 한다.

**4.1.20 1-페닐-3메틸-5-파라졸론(1-phenyl-3-methyl-5-pyrazolone, $C_{10}H_{10}N_2O$)**

**4.1.21 피리딘(pyrindine, $C_5H_5N$)**

**4.1.22 피리딘파라졸론혼액**

1-페닐-3메틸-5-피라졸론(4.1.20) 0.25 g을 75 ℃로 가열한 정제수 100 mL에 녹이고, 실온으로 식힌 다음 비스(1-페닐-3-메틸-5-피라졸론)0.02 g을 피리딘(4.1.21) 20 mL 에 녹인 용액을 넣어 섞는다.

**4.1.23 *p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌 ((CH3)2NC6H4CH:CSCSNHCO)**

**4.1.24 *p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌 용액**

*p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌(4.1.23) 0.02 g을 아세톤에 녹여 100 mL로 한다.

**4.1.25 아세톤 (Acetone, $(CH_3)_2CO$)**

**4.1.26 정제수**

### 4.2 표준용액

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

#### 4.2.1 시안 표준물질 (1,000 mg/L)

#### 4.2.2 시안 표준물질 (10 mg/L)

시안 표준물질(1,000 mg/L) (4.2.1)의 10.0 mg을 정확히 취하여 2 % 수산화나트륨 용액 100 mL 와 물을 넣어 정확히 1,000 mL 로 한다음, 이 용액 10 mL를 정확히 취하여 정제수를 넣어 100 mL로 한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또

는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3에서 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x} \text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 증류 추출

**7.1.1.1** 시료 2.5 g을 정확히 달아 500 mL용량의 증류플라스크에 넣고 정제수를 넣어 약 250 mL 로 한다.

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

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

**7.1.1.4** 증류플라스크를 가열하여 매분 2 mL ~ 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.

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

**7.1.1.6** 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 ℃의 수욕조에서 30분간 방치한다.

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

## 7.2 검정곡선의 작성

**7.2.1** 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.

**7.2.2** 이하 7.3 과 같은 방법으로 측정하여 금속의 농도와 측정값으로부터 검정곡선을 작성한다.

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

## 7.3 측정법

**7.3.1** 전처리 및 발색과정을 거친 시험용액은 자외선 분광광도계를 이용하여 620 nm의 파

장에서 측정한다.

7.3.2 시료에서 측정한 시안의 측정값을 검정곡선의 y 값에 대입하여 농도(mg/L)를 계산한다.

시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

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

$$\text{제품 중 시안의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times 2.5 \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 시안의 농도(mg/L)

$C_0$ : 바탕시료의 시안의 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

$V$ : 시료 용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품 시료의 무게(g)

환산계수 : 금속 화합물 추정치 계산을 위한 환산계수(5.15)

## 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

9.1 토양오염 공정시험기준 ES 07325.1b: 시안-자외선가시선 분광법 [국립환경과학원고시 제2018-53호, 2019. 7. 31]

9.2 유해화학물질 공정시험기준 ES 08315: 무기시안화합물 [국립환경과학원고시 제2019-30호, 2019. 7. 31]

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 2.5 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 시안화은의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9980 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 109.5 | 104.9 |
| 정밀도(% RSD) | 1.7 | 3.7 |

[97-1-90](유독물질)

# Gold monocyanide(시안화금)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Gold monocyanide (CAS No : 506-65-0)
- 수용해도 : Insoluble
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1.0%
- 분석방법 : UV/VIS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 1.32 mg/kg / 4.2 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 무기 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 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 자외선/가시광선 흡광광도계 (UV/VIS)

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

### 3.2 흡수셀

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

3.2.2 따로 흡수셀의 길이를 지정하지 않았을 때는 10 mm셀을 사용한다.

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

### 3.3 시안증류장치

### 3.4 pH 측정기

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

### 3.5 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.

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

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

#### 4.1.2 페놀프탈레인 0.5 % 용액

페놀프탈레인(4.1.1) 0.5 g을 에틸알코올 50 mL에 녹이고 정제수를 넣어 100 mL로 한 후 이 용액이 홍색을 나타낼 때까지 수산화나트륨용액을 넣는다.

#### 4.1.3 에틸알코올 (Ethanol, $C_2H_5OH$)

#### 4.1.4 인산(Phosphoric acid, $H_3PO_4$)

#### 4.1.5 수산화나트륨 (Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.6 수산화나트륨 2 % 용액

수산화나트륨(4.1.5) 20,0 g을 정제수에 녹여 1 L로 한 다음 폴리에틸렌 병에 넣어 보관한다.

#### 4.1.7 슬퍼민산암모늄 (Ammonium sulfamate, $NH_4SO_3NH_2$)

#### 4.1.8 슬퍼민산암모늄 10 % 용액

슬퍼민산암모늄(4.1.7) 10 g을 정제수 100 mL에 녹인다.

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

**4.1.10 에틸렌디아민테트라아세트산나트륨용액 (EDTA용액)**

에틸렌디아민 4아세트산 2나트륨·2수화물 10 g(4.1.9)을 정제수에 넣어 녹이고 0.4 % 수산화나트륨 용액으로 약알칼리성으로 하여 정제수를 넣어 100 mL 로한다.

**4.1.11 클로로포름 (Chloroform, $CHCl_3$)**

**4.1.12 아세트산아연 (2수화물) (Zinc acetate dihydrate, $Zn(CH_3COO)_2{\cdot}2H_2O$)**

**4.1.13 아세트산아연 용액 10 %**

아세트산아연 (2수화물) (4.1.12) 100 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

**4.1.14 아세트산 (Glacial acetic acid, $CH_3COOH$)**

**4.1.15 무수인산일수소나트륨(Disodium hydrogen Phosphate, $Na_2HPO_4$)**

**4.1.16 인산이수소칼륨(Potassium dihydrogen Phosphate, $K_2HPO_4$)**

**4.1.17 인산염완충용액 pH6.8**

인산이수소칼륨(4.1.16) 34.0 g과 무수인산일수소나트륨(4.1.15) 35.5 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

**4.1.18 클로라민 T(3수화물)(chloramine-T trihydrate, $C_7H_7ClNNaO_2S{\cdot}3H_2O$)**

클로라민 T(3수화물)은 변질되기 쉬우므로 냉장보관한다.

**4.1.19 클로라민 T용액 1 %**

클로라민 T(3수화물) (4.1.18) 1.25 g을 정제수에 녹여 100 mL 로 한다.

**4.1.20 1-페닐-3메틸-5-파라졸론(1-phenyl-3-methyl-5-pyrazolone, $C_{10}H_{10}N_2O$)**

**4.1.21 피리딘(pyrindine, $C_5H_5N$)**

**4.1.22 피리딘파라졸론혼액**

1-페닐-3메틸-5-피라졸론(4.1.20) 0.25 g을 75 ℃로 가열한 정제수 100 mL에 녹이고, 실온으로 식힌 다음 비스(1-페닐-3-메틸-5-피라졸론)0.02 g을 피리딘(4.1.21) 20 mL 에 녹인 용액을 넣어 섞는다.

**4.1.23 *p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌 ((CH3)2NC6H4CH:CSCSNHCO)**

**4.1.24 *p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌 용액**

*p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌(4.1.23) 0.02 g을 아세톤에 녹여 100 mL로 한다.

**4.1.25 아세톤 (Acetone, $(CH_3)_2CO$)**

**4.1.26 정제수**

### 4.2 표준용액

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

#### 4.2.1 시안 표준물질 (1,000 mg/L)

#### 4.2.2 시안 표준물질 (10 mg/L)

시안 표준물질(1,000 mg/L) (4.2.1)의 10.0 mg을 정확히 취하여 2 % 수산화나트륨 용액 100 mL 와 물을 넣어 정확히 1,000 mL 로 한다음, 이 용액 10 mL를 정확히 취하여 정제수를 넣어 100 mL로 한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또

는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3에서 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7..2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x} \text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 증류 추출

**7.1.1.1** 시료 2.5 g을 정확히 달아 500 mL용량의 증류플라스크에 넣고 정제수를 넣어 약 250 mL 로 한다.

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

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

**7.1.1.4** 증류플라스크를 가열하여 매분 2 mL ~ 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.

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

**7.1.1.6** 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 ℃의 수욕조에서 30분간 방치한다.

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

## 7.2 검정곡선의 작성

**7.2.1** 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.

**7.2.2** 이하 7.3 과 같은 방법으로 측정하여 금속의 농도와 측정값으로부터 검정곡선을 작성한다.

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

## 7.3 측정법

**7.3.1** 전처리 및 발색과정을 거친 시험용액은 자외선 분광광도계를 이용하여 620 nm의 파

장에서 측정한다.

7.3.2 시료에서 측정한 시안의 측정값을 검정곡선의 y 값에 대입하여 농도(mg/L)를 계산한다.

시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

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

$$\text{제품 중 시안의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times 2.5 \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 시안의 농도(mg/L)

$C_0$ : 바탕시료의 시안의 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

$V$ : 시료 용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품 시료의 무게(g)

환산계수 : 금속 화합물 추정치 계산을 위한 환산계수(8.57)

## 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

9.1 토양오염 공정시험기준 ES 07325.1b: 시안-자외선가시선 분광법 [국립환경과학원고시 제2018-53호, 2019. 7. 31]

9.2 유해화학물질 공정시험기준 ES 08315: 무기시안화합물 [국립환경과학원고시 제2019-30호, 2019. 7. 31]

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 4.2 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 시안화금의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9980 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 109.5 | 104.9 |
| 정밀도(% RSD) | 1.7 | 3.7 |

[97-1-90](유독물질)

# Copper cyanide(시안화구리)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Copper cyanide (CAS No : 544-92-3)
- 수용해도 : negligible
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1.0%
- 분석방법 : UV/VIS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 0.53 mg/kg / 1.7 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 무기 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 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 자외선/가시광선 흡광광도계 (UV/VIS)

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

### 3.2 흡수셀

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

**3.2.2** 따로 흡수셀의 길이를 지정하지 않았을 때는 10 mm셀을 사용한다.

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

### 3.3 시안증류장치

### 3.4 pH 측정기

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

### 3.5 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.

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

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

**4.1.2 페놀프탈레인 0.5 % 용액**

페놀프탈레인(4.1.1) 0.5 g을 에틸알코올 50 mL에 녹이고 정제수를 넣어 100 mL로 한 후 이 용액이 홍색을 나타낼 때까지 수산화나트륨용액을 넣는다.

**4.1.3 에틸알코올 (Ethanol, $C_2H_5OH$)**

**4.1.4 인산(Phosphoric acid, $H_3PO_4$)**

**4.1.5 수산화나트륨 (Sodium hydroxide, NaOH)**

**4.1.6 수산화나트륨 2 % 용액**

수산화나트륨(4.1.5) 20,0 g을 정제수에 녹여 1 L로 한 다음 폴리에틸렌 병에 넣어 보관한다.

**4.1.7 슬퍼민산암모늄 (Ammonium sulfamate, $NH_4SO_3NH_2$)**

**4.1.8 슬퍼민산암모늄 10 % 용액**

슬퍼민산암모늄(4.1.7) 10 g을 정제수 100 mL에 녹인다.

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

**4.1.10 에틸렌디아민테트라아세트산나트륨용액 (EDTA용액)**

에틸렌디아민 4아세트산 2나트륨 · 2수화물 10 g(4.1.9)을 정제수에 넣어 녹이고 0.4 % 수산화나트륨 용액으로 약알칼리성으로 하여 정제수를 넣어 100 mL 로한다.

**4.1.11 클로로포름 (Chloroform, $CHCl_3$)**

**4.1.12 아세트산아연 (2수화물) (Zinc acetate dihydrate, $Zn(CH_3COO)_2{\cdot}2H_2O$)**

**4.1.13 아세트산아연 용액 10 %**

아세트산아연 (2수화물) (4.1.12) 100 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

**4.1.14 아세트산 (Glacial acetic acid, $CH_3COOH$)**

**4.1.15 무수인산일수소나트륨(Disodium hydrogen Phosphate, $Na_2HPO_4$)**

**4.1.16 인산이수소칼륨(Potassium dihydrogen Phosphate, $K_2HPO_4$)**

**4.1.17 인산염완충용액 pH6.8**

인산이수소칼륨(4.1.16) 34.0 g과 무수인산일수소나트륨(4.1.15) 35.5 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

**4.1.18 클로라민 T(3수화물)(chloramine-T trihydrate, $C_7H_7ClNNaO_2S{\cdot}3H_2O$)**

클로라민 T(3수화물)은 변질되기 쉬우므로 냉장보관한다.

**4.1.19 클로라민 T용액 1 %**

클로라민 T(3수화물) (4.1.18) 1.25 g을 정제수에 녹여 100 mL 로 한다.

**4.1.20 1-페닐-3메틸-5-파라졸론(1-phenyl-3-methyl-5-pyrazolone, $C_{10}H_{10}N_2O$)**

**4.1.21 피리딘(pyrindine, $C_5H_5N$)**

**4.1.22 피리딘파라졸론혼액**

1-페닐-3메틸-5-피라졸론(4.1.20) 0.25 g을 75 ℃로 가열한 정제수 100 mL에 녹이고, 실온으로 식힌 다음 비스(1-페닐-3-메틸-5-피라졸론)0.02 g을 피리딘(4.1.21) 20 mL 에 녹인 용액을 넣어 섞는다.

**4.1.23 *p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌 ((CH3)2NC6H4CH:CSCSNHCO)**

**4.1.24 *p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌 용액**

*p*-디메틸아미노벤지리덴로다닌(4.1.23) 0.02 g을 아세톤에 녹여 100 mL로 한다.

**4.1.25 아세톤 (Acetone, $(CH_3)_2CO$)**

**4.1.26 정제수**

### 4.2 표준용액

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

#### 4.2.1 시안 표준물질 (1,000 mg/L)

#### 4.2.2 시안 표준물질 (10 mg/L)

시안 표준물질(1,000 mg/L) (4.2.1)의 10.0 mg을 정확히 취하여 2 % 수산화나트륨 용액 100 mL 와 물을 넣어 정확히 1,000 mL 로 한다음, 이 용액 10 mL를 정확히 취하여 정제수를 넣어 100 mL로 한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

6.1.1 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를

준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3에서 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7..2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 증류 추출

**7.1.1.1** 시료 2.5 g을 정확히 달아 500 mL용량의 증류플라스크에 넣고 정제수를 넣어 약 250 mL 로 한다.

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

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

**7.1.1.4** 증류플라스크를 가열하여 매분 2 mL ~ 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.

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

**7.1.1.6** 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 ℃의 수욕조에서 30분간 방치한다.

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

## 7.2 검정곡선의 작성

**7.2.1** 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.

**7.2.2** 이하 7.3 과 같은 방법으로 측정하여 금속의 농도와 측정값으로부터 검정곡선을 작성한다.

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

## 7.3 측정법

**7.3.1** 전처리 및 발색과정을 거친 시험용액은 자외선 분광광도계를 이용하여 620 nm의 파

장에서 측정한다.

7.3.2 시료에서 측정한 시안의 측정값을 검정곡선의 y 값에 대입하여 농도(mg/L)를 계산한다.

시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

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

제품 중 시안의 농도(mg/kg) = $\frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times 2.5 \times$ 환산계수 (식 1)

여기서, $C_1$ : 분석시료의 시안의 농도(mg/L)

$C_0$ : 바탕시료의 시안의 농도(mg/L)

ƒ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료 용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품 시료의 무게(g)

환산계수 : 금속 화합물 추정치 계산을 위한 환산계수(3.44)

## 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

9.1 토양오염 공정시험기준 ES 07325.1b: 시안-자외선가시선 분광법 [국립환경과학원고시 제2018-53호, 2019. 7. 31]

9.2 유해화학물질 공정시험기준 ES 08315: 무기시안화합물 [국립환경과학원고시 제2019-30호, 2019. 7. 31]

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 1.7 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 시안화구리의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9980 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 109.5 | 104.9 |
| 정밀도(% RSD) | 1.7 | 3.7 |

[97-1-94](유독물질), 06-5-10(제한물질), 196(중점관리물질)

# Chromic anhydride(무수크롬산)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Chromic anhydride (CAS No : 1333-82-0)
- 수용해도 : 169 g/100 mL (25 ℃C)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 제한물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : UV/VIS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 5.31 mg/kg / 16.9 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 6가 크로뮴(97-1-94)을 함유한 무수크롬산의 금속화합물을 알칼리 분해하여 시료용액에 함유된 6가 크로뮴과 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.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 자외선/가시광선 흡광광도법 (UV/VIS)

**3.1.1** 자외선/가시선 분광광도계(UV/VIS)는 광원부, 파장선택부, 시료부 및 측광부로 구성되고 광원부에서 측광부까지의 광학계에는 측정목적에 따라 여러 가지 형식이 있다.

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

### 3.2 흡수셀

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

**3.2.2** 따로 흡수셀의 길이를 지정하지 않았을 때는 10 mm셀을 사용한다.

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

### 3.3 가열교반장치

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

### 3.4 pH 측정기

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

### 3.5 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.

### 3.6 코니칼 비커

### 3.7 거름종이

0.45 $\mu$m 직경의 셀룰로오즈 또는 폴리카보네이트 막 거름종이

### 3.8 시계접시

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

#### 4.1.1 질산 (Nitric acid, $HNO_3$, (69 ~ 71) %)

#### 4.1.2 탄산나트륨 (Sodium carbonate, $Na_2CO_3$)

#### 4.1.3 수산화나트륨 (Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.4 무수 염화마그네슘 (Magnesium chloride anhydrous, $MgCl_2$)

#### 4.1.5 인산수소칼륨 (potassium monohydrogen phophate, $K_2HPO_4$)

#### 4.1.6 인산이수소칼륨 (Potassium dihydrogen phosphate, $KH_2PO_4$)

#### 4.1.7 인산염 완충용액 pH 7

1 M 인산수소칼륨 용액(4.1.7.1) 61.5 mL와 1 M 인산이수소칼륨(4.1.7.2) 38.5 mL를 혼합하여 제조한다. pH측정기를 이용하여 제조된 완충용액의 pH가 7.0 ± 0.1이어야 한다.

##### 4.1.7.1 인산수소칼륨 용액 1 M

인산수소칼륨(4.1.5) 87.09 g을 정확히 달아 정제수에 녹이고 500 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

##### 4.1.7.2 인산이수소칼륨 용액 1 M

인산이수소칼륨(4.1.6) 68.04 g을 정확히 달아 정제수에 녹이고 500 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

#### 4.1.8 황산 (Sulfuric acid, $H_2SO_4$, (96 ~ 98) %)

#### 4.1.9 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.

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

#### 4.1.11 다이페닐카바자이드 용액 0.5 %

다이페닐카바자이드(4.1.10) 0.25 g을 아세톤 50 mL에 녹여 조제 후 갈색병에 보관한다. 이 조제 후 색이 변하면 사용하지 않는다.

#### 4.1.12 중크롬산칼륨 (Potassium dichromate, $K_2Cr_2O_7$)

### 4.2 표준용액

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

#### 4.2.1 6가 크로뮴 표준물질 (1,000 mg/L)

#### 4.2.2 6가 크로뮴 표준물질 (100 mg/L)

6가 크로뮴 표준물질(1,000 mg/L) (4.2.1) 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 취한 후 정제수로 표선까지 정확히 맞춘다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3에서 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

#### 7.1.1 알칼리 분해

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

7.1.1.2 각각의 시료에 알칼리 분해용액 50 mL를 넣어준 후 인산염 완충액 0.5 mL를 첨가한다.

7.1.1.3 비커에 시계접시 또는 플라스틱 덮개를 덮고, (90 ~ 95) ℃를 유지하면서 1시간 동안 교반한다.

7.1.1.4 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.

7.1.1.5 10 % 황산을 이용하여 pH를 (2.0 ± 0.5)로 맞춘다. 필요시에는 필터로 여과하고, 색이 있는 경우 C18 카트리지를 사용하여 여과한다.

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

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

## 7.2 검정곡선의 작성

7.2.1 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 mL을 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.

7.2.2 이하 7.1.1.7 과 같은 방법으로 측정하여 금속의 농도와 측정값으로부터 검정곡선을 작성한다.

7.2.3 6가 크로뮴의 농도(mg/L)를 가로축(x 축)에, 흡광도를 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

## 7.3 측정법

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

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

시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

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

$$\text{제품 중 6가 크로뮴의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times 2.5 \times \text{환산계수} \quad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 6가 크로뮴의 농도(mg/L)

$C_0$ : 바탕시료의 6가 크로뮴의 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료 용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품 시료의 무게(g)

환산계수 : 금속 화합물 추정치 계산을 위한 환산계수(1.92)

## 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

9.1 Method 3060A : Alkaline digestion for hexavalent chromium (1996. 12.)

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 16.9 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 무수크롬산의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9969 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 105.7 | 99.6 |
| 정밀도(% RSD) | 1.6 | 0.9 |

[97-1-102](유독물질), 06-4-13(금지물질)

# Benzidine(벤지딘)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Benzidine (CAS No : 92-87-5)
- 수용해도 : 0.322 g/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 금지물질 혼합물 함향 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-MS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 48.5 mg/kg / 154.4 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 아조염료에 해당하는 4,4'-메틸렌디아닐린, 4,4'-메틸렌비스(2-클로로아닐린), 4,4 '-옥시비스벤젠아민, 4-아미노비페닐, 벤지딘, 2-나프틸아민, p-아미노아조벤젠의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피/질량분석기로 시료 중 아조염료를 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 벤지딘에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 질량분석기 (MS)

이온화방식은 전자충격법 (EI, electron impact)을 사용하며 이온화에너지는 35 eV ~ 70 eV을 사용한다. 질량분석기는 자기장형 (magnetic sector), 사중극자형 (quardrupole) 및 이온

트랩형 (ion trap) 등의 성능을 가진 것을 사용한다. 정량분석에는 선택이온검출법 (SIM, Selected Ion Monitoring)을 이용하는 것이 바람직하다. 선택하는 이온들은 표 2의 이온을 사용할 수 있다.

## 4. 시약 및 표준용액

이 시험방법에 사용되는 시약들은 특별히 순도와 등급이 명시된 경우를 제외하고는 HPLC 또는 잔류농약급을 사용하여야 하며, 다른 시약의 경우는 특급 (GR 또는 ACS 등급) 이상을 사용한다.

**4.1.1** 메탄올 (methanol, $CH_3OH$)

**4.1.2** 클로로벤젠 (Chlorobenzene, $C_6H_5Cl$)

**4.1.3** 아세토니트릴 (Acetonitrile, $CH_3CN$)

**4.1.4** 메틸 t-부틸 에테르 (MTBE, methyl t-butyl ether, $C_5H_{12}O$)

**4.1.5** n-펜탄 (n-Pentane, $C_5H_{12}$)

**4.1.6** 차아황산나트륨(Sodium dithionite, $Na_2S_2O_4$) 용액 :

약 60 g의 차아황산나트륨($Na_2S_2O_4$)을 400 mL 정제수로 용해시킨다. 용해되지 않은 것은 초음파를 사용하여 완전히 용해시키며 이 용액은 시험 당일 제조한다.

**4.1.7** 0.06 M 구연산 완충 용액(pH 6) :

구연산($C_6H_8O_7$) 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.

**4.1.8** 벤지딘 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 메탄올 20 mL를 넣고 벤지딘(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성

상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

### 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상

대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 0.1 g을 무게를 측정하여 70 ℃로 예열된 구연산 완충 용액 15 mL를 가한다. 반응 용기를 밀폐하고 70 ℃에서 30분 동안 처리한다. 그 후 바로 실온으로 냉각시킨다. 3 mL의 차아황산나트륨 수용액을 아조 그룹의 환원 분해를 위해 반응 용기에 첨가한다. 그런 뒤 강하게 흔들어 섞고, 즉시 70 ℃에서 30분 동안 처리한다. 그리고 2분 이내에 실온인 (20 ~ 25) ℃로 냉각시킨다. 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 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다. 필요시 희석하여 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

벤지딘 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 0.1 ~ 5 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 벤지딘의 농도를 가로축(x 축)에, 벤지딘의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 벤지딘의 농도를 계산한다.

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

여기서, $C_1$ : 분석시료의 벤지딘 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 벤지딘 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

$V$ : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

# 9. 참고문헌

9.1 어린이 용품 함유 아조염료 함량시험방법, 2012

9.2. 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 154.4mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 벤지딘의 질량스펙트럼 특성 이온(예시)**

| 화합물명 | 제1선택이온 (m/z) | 제2선택이온 (m/z) |
|---|---|---|
| 벤지딘 | 184 | 185, 183 |

**표 3. 벤지딘의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-35 (30 m × 0.25mm × 0.25 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | |
| 주입구 온도 | 260 ℃ | | | | |
| 이송관 온도 | 300 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 310 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 100.0 | 2.0 | 15.0 | 310 | 6.0 |
| 이온화방법 | EI (Electron Impact), 70 eV | | | | |

**표 4. 크로마토그램 및 스펙트럼(예시)**

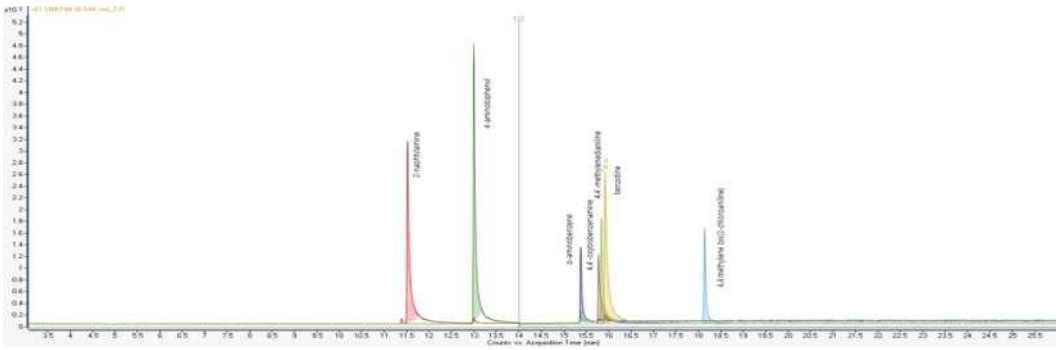


**표 5. 벤지딘의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9983 | 0.9979 |
| 정확도(%) | 100.3 | 101.3 |
| 정밀도(% RSD) | 2.2 | 2.7 |

[97-1-111](유독물질),76(사고대비물질)

# Bromine(브롬)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Bromine(CAS No : 7726-95-6)
- 수용해도 : 42 g/L(0℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 사고대비물질 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : IC
- 방법검출한계 및 정량한계 : 151.35 mg/kg / 482 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 브롬의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 이온크로마토그래피법으로 시료 중 브롬를 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 브롬에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 이온크로마토그래프 (IC)

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.

#### 3.1.1 검출기

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

#### 3.1.2 분리컬럼

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

#### 3.1.2.1 억제기형

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

#### 3.1.2.2 비억제기형

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

### 3.1.3 시료 주입부

일반적으로 미량의 시료를 사용하기 때문에 루프-밸브에 의한 주입방식이 많이 이용되며 시료주입량은 보통 10 $\mu$L ~ 100 $\mu$L이다.

### 3.1.4 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.

### 3.1.5 펌프

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

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 시약

### 4.1.1 억제기용 재생액(0.05 M $H_2SO_4$)

황산 (sulfuric acid, H2SO4, 분자량 : 98.08) 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.

#### 4.1.2 용리액

##### 4.1.2.1 억제기형 (0.003 M $NaHCO_3$ ~ 0.0024 M $Na_2CO_3$)

탄산수소나트륨 (sodium bicarbonate, NaHCO3, 분자량 : 84.01) 1.008 g과 탄산나트륨 (sodium carbonate, $Na_2CO_3$, 분자량 : 105.99) 1.0175 g을 정제수에 녹여 4 L로 한다.

##### 4.1.2.2 비억제기형(0.0013 M 글루콘산 ~ 0.0013 M $Na_2B_4O_7$)

글루콘산 (gluconic acid, $C_6H_{12}O_7$, 분자량 : 196.2) 1.02 g과 붕산나트륨 (sodium boric acid, Na2B4O7, 분자량 : 201.37) 1.0466 g을 정제수에 녹여 4 L로 한다.

### 4.2 표준용액

#### 4.2.1 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.

#### 4.2.2 표준용액

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

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

### 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7. 항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한

시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

상대표준편차(%)= $\frac{s}{\bar{x}} \times 100$ ($s$=표준편차, $\bar{x}$ =평균)

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

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

**7.1.2** 시료용액을 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터 등 으로 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 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과하여 100 mL 부피플라스크에 모은 후 정제수로 표선을 채워 이를 시험용액으로 한다.

### 7.2 측정법

**7.2.1** 이온크로마토그래프의 전체 시스템을 작동시켜 유속을 1 mL/min ~ 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.

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

### 7.3 검정곡선의 작성

**7.3.1** 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.

**7.3.2** 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 달라 질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

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

## 8. 결과보고

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

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

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

$C_0$ : 검정곡선에서 얻어진 방법바탕시료의 음이온 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** 환경부, 수질오염공정시험기준, ES 04350.1b 음이온류-이온크로마토그래피

**9.2** KS I ISO 10304-1 ; 2007, 수질 - 이온 크로마토그래피를 이용한 용존 음이온의 측정 - 제1부 : 브롬이온, 염소이온, 불소이온, 질산성 이온, 아질산성 이온, 인산이온, 황산이온의 측정

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 482 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

표 2. 브롬의 IC 기기분석 조건(예시)

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

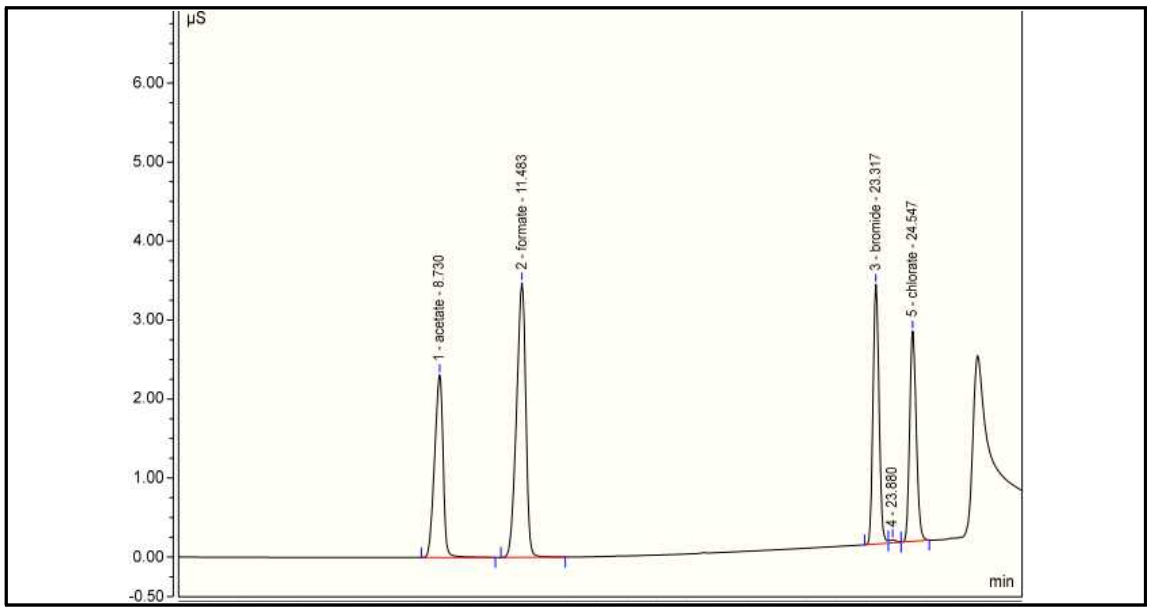



그림 1. 브롬 크로마토그램(예시)

표 3. 브롬의 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 1.0000 | 0.9991 |
| 방법검출한계(mg/kg) | 151.35 | 117.47 |
| 정밀도(% RSD) | 1.2 | 3.5 |

[97-1-114](유독물질)

# Hydrogen bromine(브롬화수소)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Hydrogen bromine(CAS No : 10035-10-6)
- 수용해도 : 193 g/100mL(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : IC
- 방법검출한계 및 정량한계 : 132.51 mg/kg / 422.0 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 브롬화수소의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 이온크로마토그래피법으로 시료 중 브롬화수소를 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 브롬화수소에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 이온크로마토그래프 (IC)

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.

#### 3.1.1 검출기

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

#### 3.1.2 분리컬럼

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

##### 3.1.2.1 억제기형

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

#### 3.1.2.2 비억제기형

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

### 3.1.3 시료 주입부

일반적으로 미량의 시료를 사용하기 때문에 루프-밸브에 의한 주입방식이 많이 이용되며 시료주입량은 보통 10 $\mu$L ~ 100 $\mu$L이다.

### 3.1.4 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.

### 3.1.5 펌프

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

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 시약

#### 4.1.1 억제기용 재생액(0.05 M $H_2SO_4$)

황산 (sulfuric acid, H2SO4, 분자량 : 98.08) 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.

#### 4.1.2 용리액

#### 4.1.2.1 억제기형 (0.003 M $NaHCO_3$ ~ 0.0024 M $Na_2CO_3$)

탄산수소나트륨 (sodium bicarbonate, NaHCO3, 분자량 : 84.01) 1.008 g과 탄산나트륨 (sodium carbonate, $Na_2CO_3$, 분자량 : 105.99) 1.0175 g을 정제수에 녹여 4 L로 한다.

#### 4.1.2.2 비억제기형(0.0013 M 글루콘산 ~ 0.0013 M $Na_2B_4O_7$)

글루콘산 (gluconic acid, $C_6H_{12}O_7$, 분자량 : 196.2) 1.02 g과 붕산나트륨 (sodium boric acid, Na2B4O7, 분자량 : 201.37) 1.0466 g을 정제수에 녹여 4 L로 한다.

### 4.2 표준용액

#### 4.2.1 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.

#### 4.2.2 표준용액

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

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5. 4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨

가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

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

**7.1.2** 시료용액을 0.45 ㎛ 멤브레인 필터 등 으로 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 ㎛ 멤브레인 필터로 여과하여 100 mL 부피플라스크에 모은 후 정제수로 표선을 채워 이를 시험용액으로 한다.

### 7.2 측정법

**7.2.1** 이온크로마토그래프의 전체 시스템을 작동시켜 유속을 1 mL/min ~ 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.

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

### 7.3 검정곡선의 작성

**7.3.1** 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.

**7.3.2** 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 달라 질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

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

## 8. 결과보고

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

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

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

$C_0$ : 검정곡선에서 얻어진 방법바탕시료의 음이온 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** 환경부, 수질오염공정시험기준, ES 04350.1b 음이온류-이온크로마토그래피

**9.2** KS I ISO 10304-1 ; 2007, 수질 - 이온 크로마토그래피를 이용한 용존 음이온의 측정 - 제1부 : 브롬이온, 염소이온, 불소이온, 질산성 이온, 아질산성 이온, 인산이온, 황산이온의 측정

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 422.0 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 브롬화수소의 IC 기기분석 조건(예시)**

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

**표 3. 크로마토그램 및 스펙트럼(예시)**

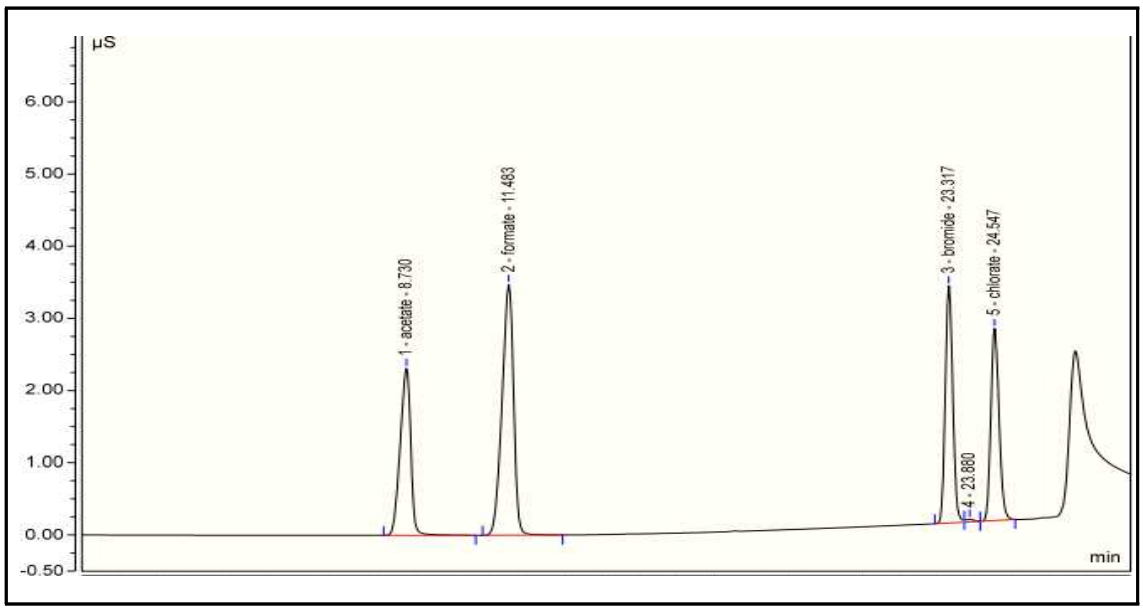



그림 1. 브롬화수소 크로마토그램(예시)

**표 4. 브롬화수소의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 1.0000 | 0.9991 |
| 정확도(%) | 98.0 | 97.7 |
| 정밀도(% RSD) | 1.2 | 3.5 |

[97-1-118](유독물질), 139(중점관리물질)

# Binapacryl(비나파크릴)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Binapacryl(CAS No : 485-31-4)
- 수용해도 : -
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 34.4 mg/kg / 109.7 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 비나파크릴의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 비나파크릴을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 비나파크릴에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 검출기: FID

불꽃이온화검출기는 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.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

비나파크릴 (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 메탄올 20 mL를 넣고 비나파크릴(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x} \text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

비나파크릴 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 10 ~ 500 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 비나파크릴의 농도를 가로축(x 축)에, 비나파크릴의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 비나파크릴의 농도를 계산한다.

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

여기서, $C_1$ : 분석시료의 비나파크릴의 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 비나파크릴의 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

9.1 식품공전 잔류농약 분석법 실무 해설서

9.2 살생물제품 함유 살생물물질 함유량 분석 시험방법 자료집, (2019)

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 109.7mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 비나파크릴의 GC 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-5<br>(30 m × 0.25mm × 0.25 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/10 | | | | |
| 주입구 온도 | 260 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 270 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 5.0 | 10.0 | 300 | 5.0 |

**표 3. 크로마토그램 및 스펙트럼(예시)**

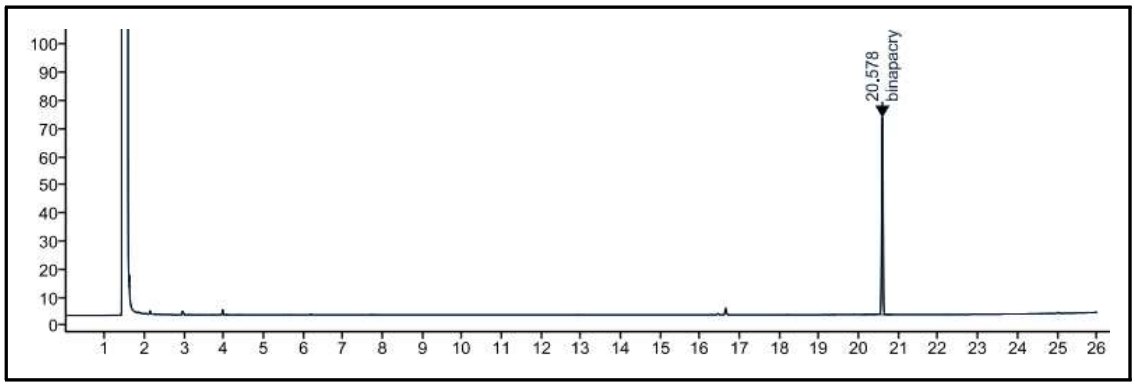



**그림 1. 비나파크릴 크로마토그램(예시)**

**표 4. 비나파크릴의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9998 | 0.9992 |
| 정확도(%) | 102.8 | 100.0 |
| 정밀도(% RSD) | 3.2 | 1.9 |

# 97-1-119

## < 유독물질 지정 내용 >

| 고유번호 | 화학물질의 명칭 |
|---|---|
| 97-1-119 | 비소[Arsenic; 7440-38-2]와 그 화합물 및 이를 0.1% 이상 함유한 혼합물 |

## < 분석 대상 물질 >

| 화학물질 명칭(영문) | CAS No | 분석법 | 페이지 |
|---|---|---|---|
| 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 (ZnAs2)) | 12044-55-2 | ICP-OES | 224 |
| 비산나트륨 칠수화물(Disodium arsenate heptahydrate) | 10048-95-0 | ICP-OES | 232 |

[97-1-119](유독물질),179(중점관리물질)

# Gallium arsenide(갈륨아르세니드)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Gallium arsenide(CAS No : 1303-00-0)
- 수용해도 : < 0.1 g/100 ml (20℃C)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 4.93 mg/kg / 15.7 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 비소(97-1-119)를 함유한 Sodium dioxoarsenate, 황화비소 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

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

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마 분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

**4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)**

**4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)**

**4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)**

**4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)**

**4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)**

### 4.2 표준용액

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

**4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)**

**4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)**

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}() = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x} \text{=평균})$$

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

#### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

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

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

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

7.1.1.6 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

7.1.1.7 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.03 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 ICP-OES 분석방법

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

표 1. ICP-OES에 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 | 315.8872 |

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

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

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

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(1.93)

## 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 2. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 15.7 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 3. 갈륨아르세니드의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9997 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 93.6 | 104.8 |
| 정밀도(% RSD) | 1.4 | 2.7 |

[97-1-119](유독물질), 06-4-59(금지물질)

# Arsenic pentoxide(오산화비소)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Arsenic pentoxide(CAS No : 1303-28-2)
- 수용해도 : 65.8 g/100 mL(20 ℃C)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 금지물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 3.93 mg/kg / 12.5 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 비소(97-1-119)를 함유한 Sodium dioxoarsenate, 황화비소 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

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

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마 분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

**4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)**

**4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)**

**4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)**

**4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)**

**4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)**

### 4.2 표준용액

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

**4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)**

**4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)**

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

다.

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

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

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

7.1.1.6 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

7.1.1.7 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.03 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 ICP-OES기 분석방법

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

**표 1. ICP-OES에 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 | 315.8872 |

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

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

제품 중 분석물질의 농도(mg/kg) = $\frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times$ 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(1.53)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 2. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 12.5 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 3. 오산화비소의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9997 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 93.6 | 104.8 |
| 정밀도(% RSD) | 1.4 | 2.7 |

[97-1-119](유독물질),180(중점관리물질)

# Arsenic sulfide(황화비소)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Arsenic sulfide(CAS No : 1303-33-9)
- 수용해도 : insoluble
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 4.21 mg/kg / 13.4 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 비소(97-1-119)를 함유한 Sodium dioxoarsenate, 황화비소 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

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

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마 분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

**4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)**

**4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)**

**4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)**

**4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)**

**4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)**

### 4.2 표준용액

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

**4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)**

**4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)**

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x} \text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

[비고] 염산과 과산화수소의 혼산을 선택적으로 첨가가능하며, 분해되지 않거나 시료에 실리

카 또는 타이타늄이 함유되어 있을 경우 플루오르화수소산(HF)을 추가적으로 0.5 mL를 넣는다.

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

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

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

7.1.1.6 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

7.1.1.7 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.03 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 ICP-OES기 분석방법

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

**표 1. ICP-OES에 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 | 315.8872 |

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

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

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

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(1.64)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 13.4 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 황화비소의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9997 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 93.6 | 104.8 |
| 정밀도(% RSD) | 1.4 | 2.7 |

[97-1-119](유독물질), 247(중점관리물질)

# Arsenic(비소)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Arsenic(CAS No : 7440-38-2)
- 수용해도 : insoluble
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 2.36 mg/kg / 7.5 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 비소(97-1-119)를 함유한 Sodium dioxoarsenate, 황화비소 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

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

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마 분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

**4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)**

**4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)**

**4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)**

**4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)**

**4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)**

### 4.2 표준용액

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

**4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)**

**4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)**

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

다.

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

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

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

7.1.1.6 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

7.1.1.7 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.03 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 ICP-OES기 분석방법

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

**표 1. ICP-OES에 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 | 315.8872 |

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

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

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

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)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 7.5 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 비소의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9997 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 93.6 | 104.8 |
| 정밀도(% RSD) | 1.4 | 2.7 |

[97-1-119](유독물질), 267(중점관리물질)

# Calcium arsenate(비산칼슘)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Calcium arsenate(CAS No : 7778-44-1)
- 수용해도 : 0.013 g/100 ml (25℃C)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 6.81 mg/kg / 21.7 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 비소(97-1-119)를 함유한 Sodium dioxoarsenate, 황화비소 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

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

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마 분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

**4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)**

**4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)**

**4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)**

**4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)**

**4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)**

### 4.2 표준용액

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

**4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)**

**4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)**

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

다.

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

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

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

7.1.1.6 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

7.1.1.7 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.03 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 ICP-OES기 분석방법

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

**표 1. ICP-OES에 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 | 315.8872 |

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

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

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

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(2.66)

### 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

9.1 US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 21.7 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 비산 칼슘의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9997 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 93.6 | 104.8 |
| 정밀도(% RSD) | 1.4 | 2.7 |

[97-1-119](유독물질), 283(중점관리물질)

# Sodium dioxoarsenate

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Sodium dioxoarsenate(CAS No : 7784-46-5)
- 수용해도 : -
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 4.43 mg/kg / 14.1 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 비소(97-1-119)를 함유한 Sodium dioxoarsenate, 황화비소 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

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

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마 분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

**4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)**

**4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)**

**4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)**

**4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)**

**4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)**

### 4.2 표준용액

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

**4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)**

**4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)**

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

다.

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

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

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

7.1.1.6 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

7.1.1.7 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.03 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 ICP-OES기 분석방법

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

**표 1. ICP-OES에 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 | 315.8872 |

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

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

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

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(1.73)

## 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

9.1 US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 14.1 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. Sodium dioxoarsenate의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9997 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 93.6 | 104.8 |
| 정밀도(% RSD) | 1.4 | 2.7 |

[97-1-119](유독물질), 367(중점관리물질)

# Zinc arsenide (ZnAs2)(비소화아연)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Zinc arsenide(CAS No : 12044-55-2)
- 수용해도 : insoluble
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 3.67 mg/kg / 11.7 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 비소(97-1-119)를 함유한 Sodium dioxoarsenate, 황화비소 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

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

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마 분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

#### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

#### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

#### 4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

#### 4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

#### 4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

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

#### 4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

#### 4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

다.

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

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

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

7.1.1.6 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

7.1.1.7 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.03 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 ICP-OES기 분석방법

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

**표 1. ICP-OES에 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 | 315.8872 |

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

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

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

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(1.44)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 11.7 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. (Zinc arsenide (ZnAs2))의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9997 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 93.6 | 104.8 |
| 정밀도(% RSD) | 1.4 | 2.7 |

[97-1-119](유독물질)

# Disodium arsenate heptahydrate(비산나트륨 칠수화물)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Disodium arsenate heptahydrate(CAS No : 10048-95-0)
- 수용해도 : 212 g/100mL(29℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 10.64 mg/kg / 33.9 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 비소(97-1-119)를 함유한 Sodium dioxoarsenate, 황화비소 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

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

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마 분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

#### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

#### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

#### 4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

#### 4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

#### 4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

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

#### 4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

#### 4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한

시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

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

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

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

7.1.1.6 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

7.1.1.7 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.03 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 ICP-OES기 분석방법

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

**표 1. ICP-OES에 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 | 315.8872 |

# 8. 결과보고

### 8.1 계산

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

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

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(4.16)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 33.9 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 비산나트륨칠수화물의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9997 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 93.6 | 104.8 |
| 정밀도(% RSD) | 1.4 | 2.7 |

[97-1-128](유독물질)

# Fenbutatin oxide(산화펜브타틴)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Fenbutatin oxide(CAS No : 13356-08-6)
- 수용해도 : 0.0127 mg/L(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : LC-MS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 287.62 mg/kg / 916.0 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 산화펜브타틴의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 이온크로마토그래피/질량분석법으로 시료 중 산화 펜브타틴을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 산화 펜브타틴에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 액체크로마토그래프 (LC)

액체 크로마토그래프는 일반적으로 500 psi ~ 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.

분석용 컬럼은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 컬럼($C_{18}$)을 사용하고, 길이 50 mm, 내경 2.1 mm, 충전제 크기 2.6 $\mu$m, 분석용 컬럼과 보호 컬럼이 사용된다. 보호 컬럼은 길이가 5 cm ~ 10 cm 정도로 분석용 컬럼의 수명을 연장시키고, 분석용 컬럼과 같은 종류의 충전제를 사용하며 분석용 컬럼앞에 설치한다.

### 3.2 질량분석기(MS)

액체 크로마토그래프로부터 용리된 이온성 시료를 대기압하에서 고전압으로 증발시켜 모세관에 도입하고 앞쪽부터 다량의 전하를 분무시킨다. 이온화 후 분배가 일어나며, 이 분

리된 시료를 이온화 시켜서 질량분석관을 통하여 이온을 질량대 전하비 (m/z)에 따라서 물질을 정성, 정량한다.

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 ℃, 블록 히터 온도는 200 ℃로 한다. 분석장비 및 분석조건에 따라 설정을 달리할 수 있다.

질량분석기는 사중극자형(quadrupole) 동등 이상의 성능을 가진 것을 사용한다.

## 4. 시약 및 표준용액

아세톤(acetone, $CH_3COCH_3$, 분자량 : 58.08)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

산화 펜브타틴 표준원액 (100 mg/L)

표준원액은 산화 펜브타틴 10 mg을 정확히 달아 100 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤으로 표선까지 채운다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

### 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 0.1 g을 무게를 측정하여 1,000 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

산화 펜브타틴 표준원액(100 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (0.05 ~ 1) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의

농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 산화 펜브타틴의 농도를 가로축(x 축)에, 산화 펜브타틴의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 산화 펜브타틴 화합물의 농도를 계산한다.

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

여기서, $C_1$ : 분석시료의 대상물질의 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 대상물질의 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료 추출용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

9.1 식품 및 식품첨가물 공전(식품의약품안전처 고시(제 2022-31호))

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 916 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 산화 펜브타틴의 LC-MS 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조건 |
|---|---|
| 컬럼 | Infinitylab Poroshell 120 EC-C18(2.1 mm x 50 mm, 2.7 μm) |
| 이동상 | A - 10 mM Ammonium Formate + 0.1 % Formic Acid(D.W)<br>B - Methanol<br>Time / A(%) / B(%)<br>0 / 10 / 90<br>6 / 10 / 90 |
| 유속 | 0.45 mL/min |
| 주입량 | 3 μL |
| 컬럼 온도 | NotControlled |
| 이온화 모드 | Positive |

**표 3. LC-MS에 의한 산화 펜브타틴의 측정질량(예시)**

| 분석물질 | Precursor Ion (m/z) |
|---|---|
| Fenbutatin oxide | 519 |

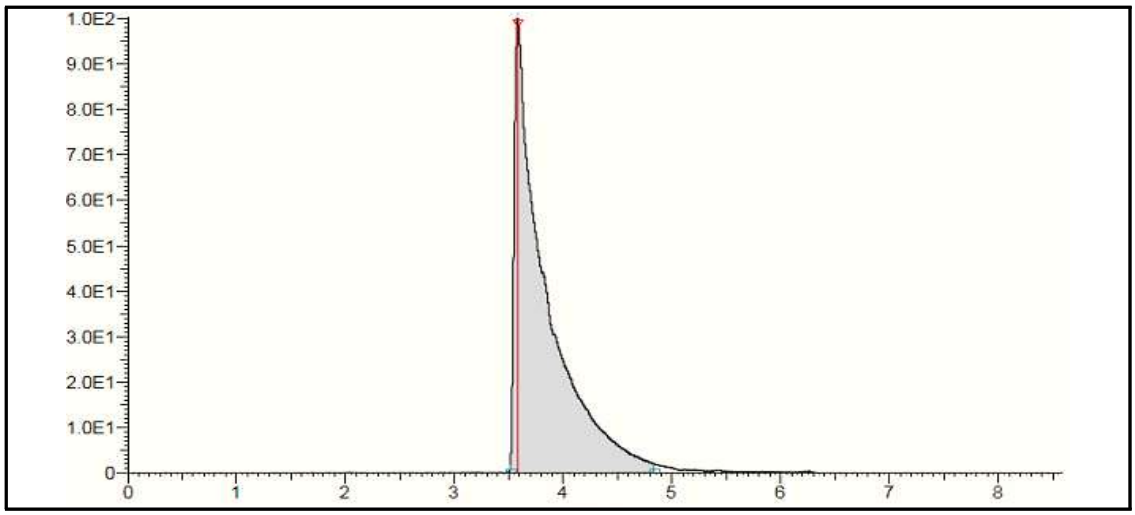



그림 1. 산화 펜브타틴 크로마토그램(예시)

표 4. 산화 펜브타틴의 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 1.0000 | 0.9997 |
| 정확도(%) | 98.6 | 103.5 |
| 정밀도(% RSD) | 7.3 | 1.7 |

[97-1-129](유독물질), 14(사고대비물질)

# Propylene oxide(산화프로필렌)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Propylene oxide(CAS No : 75-56-9)
- 수용해도 : 410 g/L(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 사고대비물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 12.5 mg/kg / 39.8 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 산화프로필렌의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 산화프로필렌을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 산화프로필렌에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3. 1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3. 2 검출기: FID

불꽃이온화검출기는 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.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

산화프로필렌 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 메탄올 20 mL를 넣고 산화프로필렌(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한

다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

산화프로필렌 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 1 ~ 50 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 산화프로필렌의 농도를 가로축(x 축)에, 산화프로필렌의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 산화프로필렌의

농도를 계산한다.

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

여기서, $C_1$ : 분석시료의 산화프로필렌 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 산화프로필렌 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

$V$ : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌


9,1 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 규정(화학물질안전원고시 제2024-30호)

9.2 Aromatic and halogenated volatiles, EPA Method 8021B

9.3 Olivier, E.I, Toit, D.D, Hamman, I.H, “Development of an analytical method for the evaluation of N,N-dimethylformamide in dosage form design”, *Pharmazie*, 62(10), 2007, 735-738.

9.4 E유해화학물질공정시험기준, 국립환경과학원고시, 제2019-30호

9.5 ES 06601.1, 폐기물 공정시험기준, 국립환경과학원고시, 제2021-95호, (2021)


## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 39.8mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 산화프로필렌의 GC 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-624<br>(60 m × 0.32mm × 1.8 $\mu$m) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | |
| 주입구 온도 | 250 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 270 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 2.0 | 15.0 | 250 | 5.0 |

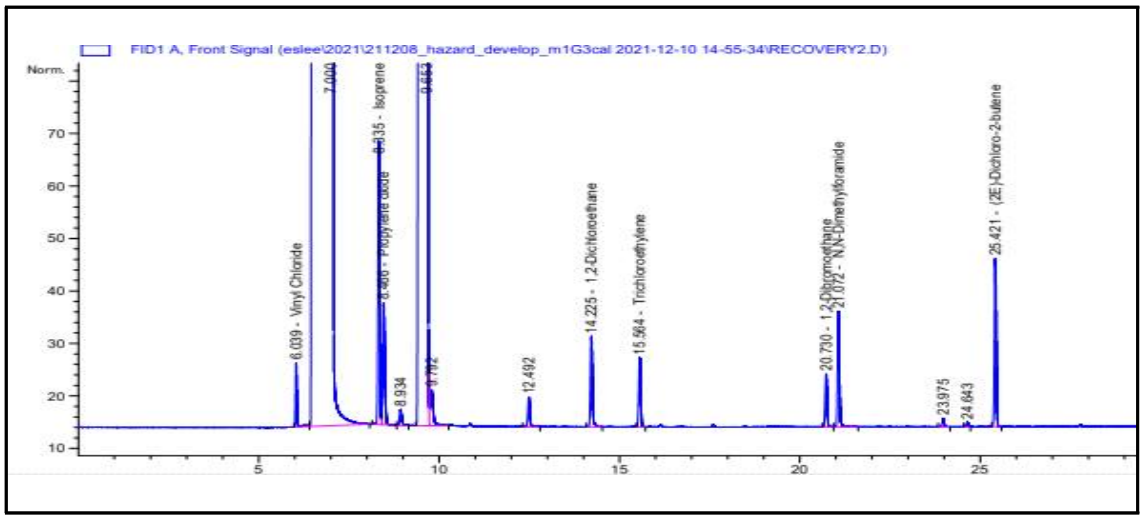



**그림 1. 산화프로필렌 크로마토그램(예시)**

**표 3. 산화프로필렌의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9964 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 104.8 | 98.7 |
| 정밀도(% RSD) | 1.4 | 0.9 |

# 97-1-130

## < 유독물질 지정 내용 >

| 고유번호 | 화학물질의 명칭 |
|---|---|
| 97-1-130 | 산화니켈 및 황화니켈류[Nickel oxide; 1313-99-1, 11099-02-8, 12035-36-8, 1314-06-3 / Nickel sulfide; 16812-54-7, 11113-75-0, 12035-72-2]와 그 중 하나를 0.1% 이상 함유한 혼합물 |

## < 분석 대상 물질 >

| 화학물질 명칭(영문) | CAS No | 분석법 | 페이지 |
|---|---|---|---|
| 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 |

[97-1-130](유독물질), 355(중점관리물질)

# Nickel oxide(이산화니켈)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Nickel peroxide(CAS No : 12035-36-8)
- 수용해도 : -
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 6.31 mg/kg / 20.1 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 니켈을 함유한 황화니켈, 산화니켈 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

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

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마 분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

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

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

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

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

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3에서 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{x} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \overline{x} \text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

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

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

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

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.02 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 금속의 농도(mg/L)를 가로축(x 축)에, 각 금속

의 측정값을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 ICP-OES기 분석방법

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

**표 1. ICP-OES에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Ni | 231.604 | 221.648 |

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

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

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

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(1.55)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 20.1 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 산화니켈의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9999 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 94.3 | 98.8 |
| 정밀도(% RSD) | 1.8 | 1.2 |

[97-1-130](유독물질)

# Nickel sulfide(황화니켈)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Nickel sulfide(CAS No : 12035-72-2)
- 수용해도 : 0.007 35 g/L(20℃C)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 5.53 mg/kg / 17.6 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 니켈을 함유한 황화니켈, 산화니켈 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

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

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마 분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

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

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

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

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3에서 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

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

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

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

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.02 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 유도결합플라즈마 분광기 분석방법

플라즈마를 켜고 30분 ~ 60분간 불꽃을 안정화 시킨 후, 장비제조사에서 제공하는 매뉴

얼에 따라 해당 표준물질을 사용하여 분석조건을 최적화한다.

**표 1. ICP-OES에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Ni | 231.604 | 221.648 |

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

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

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

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(1.36)

## 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 17.6 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 황화니켈의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9999 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 94.3 | 98.8 |
| 정밀도(% RSD) | 1.8 | 1.2 |

[97-1-130](유독물질), 187(중점관리물질)

# Nickel monoxide(산화니켈)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Nickel monoxide(CAS No : 1313-99-1)
- 수용해도 : > 1 mg/mL(20℃C)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 5.18 mg/kg / 16.5 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 니켈(97-1-130)을 함유한 황화니켈, 산화니켈 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

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

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마 분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

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

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

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

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

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3에서 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

상대표준편차(%)= $\frac{s}{\bar{x}} \times 100$ ($s$=표준편차, $\bar{x}$ =평균)

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

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

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

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

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.02 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

### 7.3 ICP-OES 분석방법

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

**표 1. ICP-OES에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Ni | 231.604 | 221.648 |

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

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

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

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(1.27)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 16.5 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 산화니켈의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9999 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 94.3 | 98.8 |
| 정밀도(% RSD) | 1.8 | 1.2 |

# 97-1-134

## < 유독물질 지정 내용 >

| 고유번호 | 화학물질의 명칭 |
|---|---|
| 97-1-134 | 셀레늄[Selenium; 7782-49-2] 또는 그 화합물과 이를 1% 이상 함유한 혼합물. 다만, 셀레늄, 카드뮴 설포셀레나이드 오렌지[Cadmium sulfoselenide orange; 12656-57-4], 카드뮴 설포셀레나이드 레드[Cadmium sulfoselenide red; 58339-34-7]의 경우는 이를 25% 미만 함유한 것은 제외 |

## < 분석 대상 물질 >

| 화학물질 명칭(영문) | CAS No | 분석법 | 페이지 |
|---|---|---|---|
| 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 |
| 셀레늄화아연(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 |
| 셀레노시안산칼륨(Potassium selenocyanate) | 3425-46-5 | ICP-OES | 339 |
| 셀레늄(Selenium) | 7782-49-2 | ICP-OES | 346 |
| 셀레늄산칼륨(Potassium selenate) | 7790-59-2 | ICP-OES | 353 |
| (Sodium selenite pentahydrate) | 26970-82-1 | ICP-OES | 360 |

[97-1-134](유독물질)

# Selenious acid(아셀렌산)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Selenious acid(CAS No : 7783-00-8)
- 수용해도 : 167 g/100mL(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 11.08 mg/kg / 35.3 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 셀레늄(97-1-134)을 함유한 셀레늄화아연, 셀렌화주석 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

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

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마 분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

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

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

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

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

상대표준편차(%)= $\frac{s}{\overline{x}} \times 100$ ($s$=표준편차, $\overline{x}$ =평균)

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

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

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

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

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.02 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

### 7.3 ICP-OES 분석방법

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

**표 1. ICP-OES에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Se | 196.026 | 203.985 |
| Na | 589.592 | 330.327 |
| Zn | 206.200 | 213.857 |
| Sn | 189.927 | 235.485 |
| K | 766.490 | 404.721 |
| Cd | 228.802 | 214.440 |

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

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

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

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(1.63)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 35.3 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 아셀렌산의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9998 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 93.5 | 98.5 |
| 정밀도(% RSD) | 1.4 | 0.9 |

[97-1-134](유독물질)

# Selenic acid disodium salt(셀렌산 나트륨)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Selenic acid disodium salt(CAS No : 13410-01-0)
- 수용해도 : 780 g/L(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 16.27 mg/kg / 51.8 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 셀레늄을 함유한 셀레늄화아연, 셀렌화주석 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

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

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마 분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

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

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

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

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

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

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

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

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.02 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

### 7.3 ICP-OES 분석방법

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

**표 1. ICP-OES에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Se | 196.026 | 203.985 |
| Na | 589.592 | 330.327 |
| Zn | 206.200 | 213.857 |
| Sn | 189.927 | 235.485 |
| K | 766.490 | 404.721 |
| Cd | 228.802 | 214.440 |

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

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

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

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(2.39)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 51.8 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 셀렌산 나트륨의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9998 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 93.5 | 98.5 |
| 정밀도(% RSD) | 1.4 | 0.9 |

[97-1-134](유독물질)

# Selenium tetrachloride(사염화셀레늄)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Selenium tetrachloride(CAS No : 10026-03-6)
- 수용해도 : -
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 19.06 mg/kg / 60.7 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 셀레늄(97-1-134)을 함유한 셀레늄화아연, 셀렌화주석 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

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

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마 분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

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

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

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

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

상대표준편차(%)= $\frac{s}{\overline{x}} \times 100$ ($s$=표준편차, $\overline{x}$ =평균)

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

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

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

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

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.02 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

### 7.3 ICP-OES 분석방법

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

**표 1. ICP-OES에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Se | 196.026 | 203.985 |
| Na | 589.592 | 330.327 |
| Zn | 206.200 | 213.857 |
| Sn | 189.927 | 235.485 |
| K | 766.490 | 404.721 |
| Cd | 228.802 | 214.440 |

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

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

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

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(2.8)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 60.7 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 사염화셀레늄의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9998 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 93.5 | 98.5 |
| 정밀도(% RSD) | 1.4 | 0.9 |

[97-1-134](유독물질)

# Tin selenide (SnSe) ; Tin selenide(셀렌화 주석)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Tin selenide (SnSe) ; Tin selenide(CAS No : 1315-06-6)
- 수용해도 : negligible
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 17.02 mg/kg / 54.2 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 셀레늄(97-1-134)을 함유한 셀레늄화아연, 셀렌화주석 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

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

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마 분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

### 4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

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

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

6.1.1 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

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

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

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

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.02 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 ICP-OES 분석방법

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

표 1. ICP-OES에 의한 금속원소별 선택파장

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Se | 196.026 | 203.985 |
| Na | 589.592 | 330.327 |
| Zn | 206.200 | 213.857 |
| Sn | 189.927 | 235.485 |
| K | 766.490 | 404.721 |
| Cd | 228.802 | 214.440 |

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

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

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

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(2.50)

## 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 54.2 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 셀렌화 주석의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9998 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 93.5 | 98.5 |
| 정밀도(% RSD) | 1.4 | 0.9 |

[97-1-134](유독물질)

# Selenium dioxide(이산화 셀레늄)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Selenium dioxide(CAS No : 7446-08-4)
- 수용해도 : 38.4 g/100 mL(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 9.61 mg/kg / 30.6 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 셀레늄(97-1-134)을 함유한 셀레늄화아연, 셀렌화주석 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

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

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마 분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

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

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

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

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

상대표준편차(%)= $\frac{s}{\bar{x}} \times 100$ ($s$=표준편차, $\bar{x}$ =평균)

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

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

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

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

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.02 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 ICP-OES 분석방법

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

**표 1. ICP-OES에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Se | 196.026 | 203.985 |
| Na | 589.592 | 330.327 |
| Zn | 206.200 | 213.857 |
| Sn | 189.927 | 235.485 |
| K | 766.490 | 404.721 |
| Cd | 228.802 | 214.440 |

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

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

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

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(1.41)

## 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 30.6 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 이산화 셀레늄의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9998 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 93.5 | 98.5 |
| 정밀도(% RSD) | 1.4 | 0.9 |

[97-1-134](유독물질)

# Selenic acid(셀렌산)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Selenic acid(CAS No : 7783-08-6)
- 수용해도 : 130 g/100mL(30℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 12.53 mg/kg / 39.9 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 셀렌산(97-1-134)을 함유한 셀레늄화아연, 셀렌화주석 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

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

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마 분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

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

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

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

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

상대표준편차(%)= $\frac{s}{\bar{x}} \times 100$ ($s$=표준편차, $\bar{x}$ =평균)

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

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

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

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

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.02 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

### 7.3 ICP-OES 분석방법

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

**표 1. ICP-OES에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Se | 196.026 | 203.985 |
| Na | 589.592 | 330.327 |
| Zn | 206.200 | 213.857 |
| Sn | 189.927 | 235.485 |
| K | 766.490 | 404.721 |
| Cd | 228.802 | 214.440 |

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

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

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

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(1.84)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 39.9 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 셀렌산의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9998 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 93.5 | 98.5 |
| 정밀도(% RSD) | 1.4 | 0.9 |

[97-1-134](유독물질)

# Zinc selenide(셀레늄화아연)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Zinc selenide(CAS No : 1315-09-9)
- 수용해도 : 0.001 g/100mL(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 12.47 mg/kg / 39.7 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 셀레늄(97-1-134)을 함유한 셀레늄화아연, 셀렌화주석 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

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

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마 분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

### 4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

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

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

6.1.1 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또

는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

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

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

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

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.02 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 ICP-OES 분석방법

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

표 1. ICP-OES에 의한 금속원소별 선택파장

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Se | 196.026 | 203.985 |
| Na | 589.592 | 330.327 |
| Zn | 206.200 | 213.857 |
| Sn | 189.927 | 235.485 |
| K | 766.490 | 404.721 |
| Cd | 228.802 | 214.440 |

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

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

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

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(1.83)

## 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 39.7 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 셀레늄화아연의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9998 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 93.5 | 98.5 |
| 정밀도(% RSD) | 1.4 | 0.9 |

[97-1-134](유독물질)

# Sodium selenite(아셀레늄산나트륨)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Sodium selenite(CAS No : 10102-18-8)
- 수용해도 : 85 g/100 mL(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : ICP-OES, 47.5 mg/kg(44.5 mg/kg)

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 셀레늄(97-1-134)을 함유한 셀레늄화아연, 셀렌화주석 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

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

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마 분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

##### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

### 4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

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

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

6.1.1 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또

는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

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

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

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

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.02 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 ICP-OES 분석방법

플라즈마를 켜고 30분 ~ 60분간 불꽃을 안정화 시킨 후, 장비제조사에서 제공하는 매뉴

얼에 따라 해당 표준물질을 사용하여 분석조건을 최적화한다.

**표 1. ICP-OES에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Se | 196.026 | 203.985 |
| Na | 589.592 | 330.327 |
| Zn | 206.200 | 213.857 |
| Sn | 189.927 | 235.485 |
| K | 766.490 | 404.721 |
| Cd | 228.802 | 214.440 |

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

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

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

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(2.19)

## 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 47.5 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 아셀레늄산나트륨의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9998 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 93.5 | 98.5 |
| 정밀도(% RSD) | 1.4 | 0.9 |

[97-1-134](유독물질)

# Cadmium selenide(셀렌화 카드뮴)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Cadmium selenide(CAS No : 1306-24-7)
- 수용해도 : 0.005 g/L(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 16.49 mg/kg / 52.5 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 셀레늄(97-1-134)을 함유한 셀레늄화아연, 셀레늄화주석 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

[비고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마-분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

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

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

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

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

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어

야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

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

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

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

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.02 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

### 7.3 유도결합플라즈마-원자발광분광기 분석방법

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

**표 1. 유도결합플라즈마-분광분석법에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Se | 196.026 | 203.985 |
| Na | 589.592 | 330.327 |
| Zn | 206.200 | 213.857 |
| Sn | 189.927 | 235.485 |
| K | 766.490 | 404.721 |
| Cd | 228.802 | 214.440 |

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

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

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

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(2.42)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 52.5 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 셀렌화 카드뮴의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9998 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 93.5 | 98.5 |
| 정밀도(% RSD) | 1.4 | 0.9 |

[97-1-134](유독물질)

# Potassium selenocyanate(셀레노시안산칼륨)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Potassium selenocyanate(CAS No : 3425-46-5)
- 수용해도 : -
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 12.40 mg/kg / 39.5 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 셀레늄(97-1-134)을 함유한 셀레늄화아연, 셀레늄화주석 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

[비고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마-분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

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

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

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

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\overline{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \overline{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

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

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

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

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.02 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

### 7.3 유도결합플라즈마-원자발광분광기 분석방법

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

**표 1. 유도결합플라즈마-분광분석법에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Se | 196.026 | 203.985 |
| Na | 589.592 | 330.327 |
| Zn | 206.200 | 213.857 |
| Sn | 189.927 | 235.485 |
| K | 766.490 | 404.721 |
| Cd | 228.802 | 214.440 |

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

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

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

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(1.82)

### 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

9.1 US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 39.5 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 셀레노시안산칼륨의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9998 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 93.5 | 98.5 |
| 정밀도(% RSD) | 1.4 | 0.9 |

[97-1-134](유독물질)

# Selenium(셀레늄)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Selenium(CAS No : 7782-49-2)
- 수용해도 : insoluble
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 6.82 mg/kg / 21.7 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 셀레늄(97-1-134)을 함유한 셀레늄화아연, 셀레늄화주석 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

[비고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마-분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

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

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

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

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

상대표준편차(%)= $\frac{s}{\bar{x}} \times 100$ ($s$=표준편차, $\bar{x}$ =평균)

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

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

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

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

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.02 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 유도결합플라즈마-원자발광분광기 분석방법

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

**표 1. 유도결합플라즈마-분광분석법에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Se | 196.026 | 203.985 |
| Na | 589.592 | 330.327 |
| Zn | 206.200 | 213.857 |
| Sn | 189.927 | 235.485 |
| K | 766.490 | 404.721 |
| Cd | 228.802 | 214.440 |

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

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

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

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)

## 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 21.7 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 셀레늄의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9998 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 93.5 | 98.5 |
| 정밀도(% RSD) | 1.4 | 0.9 |

[97-1-134](유독물질)

# Potassium selenate(셀레늄산칼륨)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Potassium selenate(CAS No : 7790-59-2)
- 수용해도 : 1.11 g/mL (20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 19.06 mg/kg / 60.7 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 셀레늄(97-1-134)을 함유한 셀레늄화아연, 셀레늄화주석 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

[비고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마-분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

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

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

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

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

상대표준편차(%)= $\frac{s}{\overline{x}} \times 100$ ($s$=표준편차, $\overline{x}$ =평균)

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

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

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

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

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.02 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 유도결합플라즈마-분광분석방법

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

**표 1. 유도결합플라즈마-분광분석법에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Se | 196.026 | 203.985 |
| Na | 589.592 | 330.327 |
| Zn | 206.200 | 213.857 |
| Sn | 189.927 | 235.485 |
| K | 766.490 | 404.721 |
| Cd | 228.802 | 214.440 |

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

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

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

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(2.8)

## 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

9.1 US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 60.7 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 셀레늄산칼륨의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9998 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 93.5 | 98.5 |
| 정밀도(% RSD) | 1.4 | 0.9 |

[97-1-134](유독물질)

# Sodium selenite pentahydrate

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Sodium selenite pentahydrate(CAS No : 26970-82-1)
- 수용해도 : 898 g/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 22.67 mg/kg / 72.2 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 셀레늄(97-1-134)을 함유한 셀레늄화아연, 셀레늄화주석 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

[비고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마-분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

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

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

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

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

상대표준편차(%)= $\frac{s}{\bar{x}} \times 100$ ($s$=표준편차, $\bar{x}$ =평균)

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

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

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

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

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.02 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리할 수 있다. 금속의 농도(mg/L)를 가로축(x 축)에, 각 금속의 측정값을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 유도결합플라즈마-원자발광분광기 분석방법

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

**표 1. 유도결합플라즈마-분광분석법에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Se | 196.026 | 203.985 |
| Na | 589.592 | 330.327 |
| Zn | 206.200 | 213.857 |
| Sn | 189.927 | 235.485 |
| K | 766.490 | 404.721 |
| Cd | 228.802 | 214.440 |

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

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

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

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(3.33)

### 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

9.1 US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 72.2 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. Sodium selenite pentahydrate의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9998 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 93.5 | 98.5 |
| 정밀도(% RSD) | 1.4 | 0.9 |

# 97-1-139

## < 유독물질 지정 내용 >

| 고유번호 | 화학물질의 명칭 |
|---|---|
| 97-1-139 | 수산화 트리알킬주석[Trialkyl tin hydroxide]과 그 염류(산화트리알킬주석을 포함한다) 및 트리부틸주석화합물(tributyltin compound), 또는 그 중 하나를 0.1% 이상 함유한 혼합물 |

## < 분석 대상 물질 >

| 화학물질 명칭(영문) | CAS No | 분석법 | 페이지 |
|---|---|---|---|
| 산화트리부틸주석 (Tributyltin oxide ; bis(tributyltin)oxide ; TBTO) | 56-35-9 | GC-MS | 368 |
| 트리부틸주석 수소화물(Tributyltin hydride) | 688-73-3 | GC-MS | 376 |

[97-1-139](유독물질), 06-5-4(제한물질), 11(중점관리물질)

# Tributyltin oxide ; TBTO(산화트리부틸주석)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Tributyltin oxide(CAS No : 56-35-9)
- 수용해도 : 0.07 g/L(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 제한물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-MS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 14.4 mg/kg / 46 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유해화학물질 중에 함유되어 있는 트리부틸주석 수소화물 (Tributyltin hydride , CAS No: 688-73-3), 산화트리부틸주석 (Tributyltin oxide , CAS No: 56-35-9)의 정량 분석에 적용한다. 이 시험방법은 유해화학물질 중에 함유되어 있는 트리부틸주석 수소화물($C_{12}H_{28}Sn$), 산화트리부틸주석($C_{24}H_{54}OSn_2$)의 분석방법으로 소듐테트라에틸보레이트($NaB(C_2H_5)_4$)으로 유도체화(알킬화)한 후 헥산으로 추출하여 기체크로마토그래프/질량분석기로 정량한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 250 mm, 필름두께 0.25 $\mu$m, 길이 15 m ~ 60 m의 DB-5MS의 모세관이나 동등한 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.2 mL/min ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 250 ℃ ~ 300 ℃, 컬럼온도는 40 ℃ ~ 310 ℃로 승온 조작하여 사용한다.

### 3.2 질량분석기 (MS, mass spectrometer)

이온화방식은 전자충격법 (EI, electron impact)을 사용하며 이온화에너지는 35 eV ~ 70 eV을 사용한다. 질량분석기는 자기장형 (magnetic sector), 사중극자형 (quardrupole) 및 이온트랩형 (ion trap) 등의 성능을 가진 것을 사용한다. 정량분석에는 선택이온검출법 (SIM, Selected Ion Monitoring)을 이용하는 것이 바람직하다. 선택하는 이온들은 표 2의 이온을 사용할 수 있다.

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 노말헥산(n-Hexane, $C_6H_{14}$, 86.18)

HPLC급 이상의 용매를 이용하여야 하며 바탕시험 할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

## 4.2 에탄올(Ethanol, $C_2H_5OH$,46.07)

HPLC급 이상의 용매를 이용하여야 하며 바탕시험 할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

## 4.3 메탄올(Methanol, $CH_3OH$, 32.04)

HPLC급 이상의 용매를 이용하여야 하며 바탕시험 할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

## 4.4 무수아세트산나트륨/아세트산 완충 용액

무수아세트산나트륨(Anhydrous sodium acetate, $C_2H_3O_2Na$, 82.03) 82 g을 500 mL 증류수에 녹인 후 아세트산(glacial acetic acid, $CH_3COOH$, 60.05)으로 pH를 4.5로 조정한후 1 L로 맞춘다.

## 4.5 4 % 소듐테트라에틸보레이트(Sodium tetraethyl borate, $NaB(C_2H_5)_4$, 150.05)

소듐테트라에틸보레이트 1.0 g을 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올을 녹여 표시선 까지 채운다.

[비고] 이 용액은 불안정하므로 만든 즉시 사용한다.

## 4.6 무수 황산나트륨(Anhydrous Sodium sulfate, $Na_2SO_4$ , 142.04)

고순도를 사용하여야 하며, 사용하기 전에 방해물질이 없음을 검사하여야 한다.

### 4.7 트리부틸주석 수소화물, 산화트리부틸주석 표준원액 (1,000 mg/L)

표준원액은 트리부틸주석 수소화물, 산화트리부틸주석 100 mg 을 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.

### 4.8 내부표준원액(1,000 mg/L)

내부표준원액은 트리프로필틴클로라이드 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.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 0.1 g을 0.0001 g까지 정확히 무게를 재어 유리바이알에 취한 후 메탄올 20 mL를 넣고 마개를 닫은 후 초음파 추출기로 70 ℃에서 1시간 동안 추출 후 실온으로 냉각한다. 추출이 끝나면 실온에서 냉각시키고 추출액을 60 mL 바이알에 옮긴다. 1) 내부표준원액(1,000 mg/L) 1 mL와 아세트산나트륨/아세트산 완충용액 10 mL를 가하고, 4 % 테트라에틸보레이트 용액 0.2 mL를 넣는다. 2) 유도체화가 잘 이루어지도록 30초 동안 교반한다. 3) 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 달리 할 수 있다

### 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 메탄올 20 mL를 취하여 60 mL 유리바이알에 넣은 후 산화트리부틸주석 표준원액(1,000 mg/L)을 0.075 mL ~ 1.5 mL 까지 단계적으로 취하여 제조하며 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 검정곡선 작성용 표준용액을 1) ~ 3)의 전처리 과정을 따른다. 표준용액의 농도 (C*x*)를 가로축 (x 축)에, 각 표준용액에 해당하는 피크 면적 (*Ax*)과 내부표준물질의 피크면적 (*Ai*)과의 비 (*Ax*/*Ai*)를 세로축 (*y* 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 산화트리부틸주석의 농도를 계산한다.

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

여기서, $C_1$ : 분석시료의 산화트리부틸주석 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 산화트리부틸주석 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

가. KS M 0737 : 2019, “섬유제품의 유기주석화합물 함유량 시험방법”

나. 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원고시 제2024-30호)

다. 환경유해인자공정시험기준(국립환경과학원 고시 제2022-6호) ES 12318.1 어린이 용품 함유 유기주석화합물 - 기체크로마토그래피, 질량분석법(함량)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 46 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 산화트리부틸주석의 질량스펙트럼 특성 이온 및 정량한계(예시)**

| 분석물질명 | 제1선택이온 (m/z) | 제2선택이온 (m/z) |
|---|---|---|
| 트리부틸모노에틸틴 | 291/289 | 263/261, 173/177 |
| 트리프로필에틸틴 (내부표준물질) | 249/247 | 235/233, 193,191 |

**표 3. 산화트리부틸주석의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-5MS(cross-linked 5 % phenylmethylsilicon, 30 m 길이 × 0.25 mm 안지름 × 0.25 μm 필름두께) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(3.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | Splitless | | | | |
| 주입구 온도 | 220 ℃ | | | | |
| 이송관 온도 | 260 ℃ | | | | |
| 이온소스 온도 | 230 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40 | 5 | 15.0 | 300 | 2 |
| 이온화방법 | EI (Electron Impact), 70 eV | | | | |

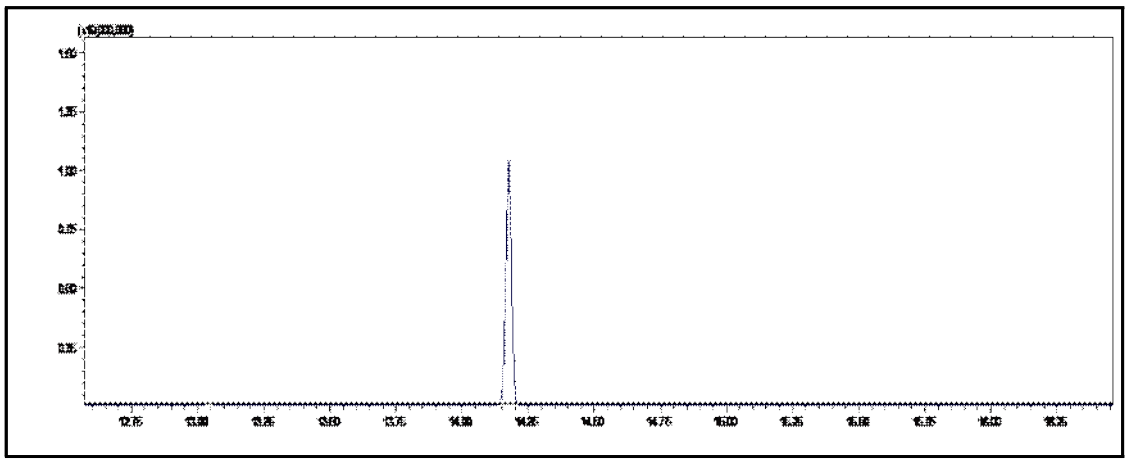


그림 1. 트리부틸모노에틸틴 크로마토그램(예시)

표 4. 산화트리부틸주석의 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9997 | 0.9994 |
| 정확도(%) | 95.8 | 96.2 |
| 정밀도(% RSD) | 8.1 | 0.4 |

[97-1-139](유독물질), 06-5-4(제한물질), 168(중점관리물질)

# Tributyltin hydride(트리부틸주석 수소화물)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Tributyltin hydride(CAS No : 688-73-3)
- 수용해도 : -
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 제한물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-MS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 38.6 mg/kg / 123 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유해화학물질 중에 함유되어 있는 트리부틸주석 수소화물 (Tributyltin hydride , CAS No: 688-73-3), 산화트리부틸주석 (Tributyltin oxide , CAS No: 56-35-9)의 정량 분석에 적용한다. 이 시험방법은 유해화학물질 중에 함유되어 있는 트리부틸주석 수소화물($C_{12}H_{28}Sn$), 산화트리부틸주석($C_{24}H_{54}OSn_2$)의 분석방법으로 소듐테트라에틸보레이트($NaB(C_2H_5)_4$)으로 유도체화(알킬화)한 후 헥산으로 추출하여 기체크로마토그래프/질량분석기로 정량한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 250 mm, 필름두께 0.25 $\mu$m, 길이 15 m ~ 60 m의 DB-5MS의 모세관이나 동등한 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.2 mL/min ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 250 ℃ ~ 300 ℃, 컬럼온도는 40 ℃ ~ 310 ℃로 승온 조작하여 사용한다.

### 3.2 질량분석기 (MS, mass spectrometer)

이온화방식은 전자충격법 (EI, electron impact)을 사용하며 이온화에너지는 35 eV ~ 70 eV을 사용한다. 질량분석기는 자기장형 (magnetic sector), 사중극자형 (quardrupole) 및 이온트랩형 (ion trap) 등의 성능을 가진 것을 사용한다. 정량분석에는 선택이온검출법 (SIM, Selected Ion Monitoring)을 이용하는 것이 바람직하다. 선택하는 이온들은 표 2의 이온을 사용할 수 있다.

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 노말헥산(n-Hexane, $C_6H_{14}$, 86.18)

HPLC급 이상의 용매를 이용하여야 하며 바탕시험 할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

## 4.2 에탄올(Ethanol, $C_2H_5OH$,46.07)

HPLC급 이상의 용매를 이용하여야 하며 바탕시험 할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

## 4.3 메탄올(Methanol, $CH_3OH$, 32.04)

HPLC급 이상의 용매를 이용하여야 하며 바탕시험 할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

## 4.4 무수아세트산나트륨/아세트산 완충 용액

무수아세트산나트륨(Anhydrous sodium acetate, $C_2H_3O_2Na$, 82.03) 82 g을 500 mL 증류수에 녹인 후 아세트산(glacial acetic acid, $CH_3COOH$, 60.05)으로 pH를 4.5로 조정한후 1 L로 맞춘다.

## 4.5 4 % 소듐테트라에틸보레이트(Sodium tetraethyl borate, $NaB(C_2H_5)_4$, 150.05)

소듐테트라에틸보레이트 1.0 g을 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올을 녹여 표시선 까지 채운다.

[비고] 이 용액은 불안정하므로 만든 즉시 사용한다.

## 4.6 무수 황산나트륨(Anhydrous Sodium sulfate, $Na_2SO_4$ , 142.04)

고순도를 사용하여야 하며, 사용하기 전에 방해물질이 없음을 검사하여야 한다.

### 4.7 트리부틸주석 수소화물, 산화트리부틸주석 표준원액 (1,000 mg/L)

표준원액은 트리부틸주석 수소화물, 산화트리부틸주석 100 mg 을 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.

### 4.8 내부표준원액(1,000 mg/L)

내부표준원액은 트리프로필틴클로라이드 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.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 0.1 g을 0.0001 g까지 정확히 무게를 재어 유리바이알에 취한 후 메탄올 20 mL를 넣고 마개를 닫은 후 초음파 추출기로 70 ℃에서 1시간 동안 추출 후 실온으로 냉각한다. 추출이 끝나면 실온에서 냉각시키고 추출액을 60 mL 바이알에 옮긴다. 1) 내부표준원액(1,000 mg/L) 1 mL와 아세트산나트륨/아세트산 완충용액 10 mL를 가하고, 4 % 테트라에틸보레이트 용액 0.2 mL를 넣는다. 2) 유도체화가 잘 이루어지도록 30초 동안 교반한다. 3) 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 달리 할 수 있다

### 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 메탄올 20 mL를 취하여 60 mL 유리바이알에 넣은 후 수소화 트리부틸주석 표준원액(1,000 mg/L)을 0.075 mL ~ 1.5 mL 까지 단계적으로 취하여 제조하며 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 검정곡선 작성용 표준용액을 1) ~ 3)의 전처리 과정을 따른다. 표준용액의 농도 (C*x*)를 가로축 (x 축)에, 각 표준용액에 해당하는 피크 면적 (*Ax*)과 내부표준물질의 피크면적 (*Ai*)과의 비 (*Ax*/*Ai*)를 세로축 (*y* 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 트리부틸주석 수소화물의 농도를 계산한다.

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

여기서, $C_1$ : 분석시료의 트리부틸주석 수소화물 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 트리부틸주석 수소화물 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

가. KS M 0737 : 2019, “섬유제품의 유기주석화합물 함유량 시험방법”

나. 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(국립환경과학원 고시 제2022-26호)

다. 환경유해인자공정시험기준(국립환경과학원 고시 제2022-6호) ES 12318.1 어린이 용품 함유 유기주석화합물 - 기체크로마토그래피, 질량분석법(함량)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 123 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 트리부틸주석 수소화물의 질량스펙트럼 특성 이온 및 정량한계(예시)**

| 분석물질명 | 제1선택이온 (m/z) | 제2선택이온 (m/z) |
|---|---|---|
| 트리부틸모노에틸틴 | 291/289 | 263/261, 173/177 |
| 트리프로필에틸틴 (내부표준물질) | 249/247 | 235/233, 193,191 |

**표 3. 트리부틸주석 수소화물의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-5MS(cross-linked 5 % phenylmethylsilicon, 30 m 길이 × 0.25 mm 안지름 × 0.25 $\mu$m 필름두께) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(3.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | Splitless | | | | |
| 주입구 온도 | 220 ℃ | | | | |
| 이송관 온도 | 260 ℃ | | | | |
| 이온소스 온도 | 230 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40 | 5 | 15.0 | 300 | 2 |
| 이온화방법 | EI (Electron Impact), 70 eV | | | | |

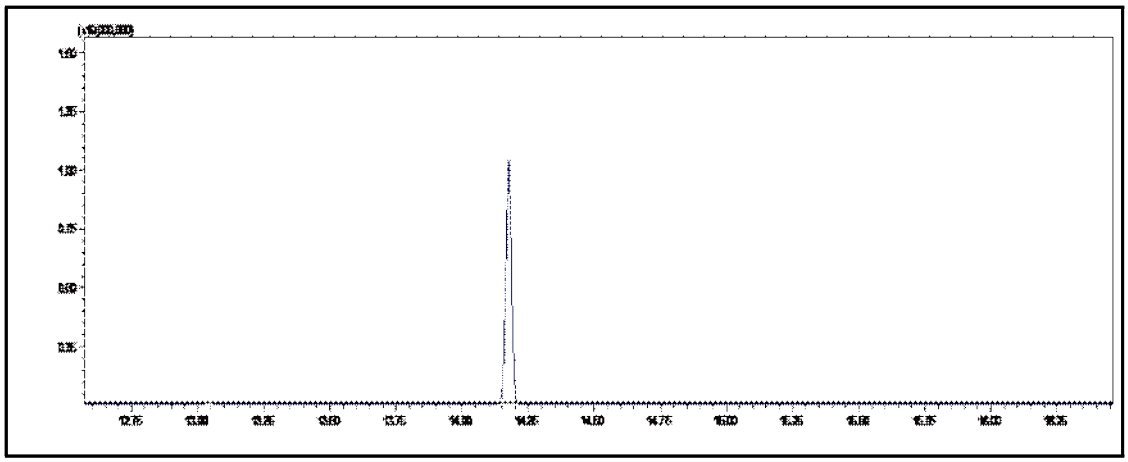


그림 1. 트리부틸모노에틸틴 크로마토그램(예시)

표 4. 트리부틸주석 수소화물의 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9997 | 0.9980 |
| 정확도(%) | 95.5 | 95.1 |
| 정밀도(% RSD) | 8.7 | 1.2 |

# 97-1-140

< 유독물질 지정 내용 >

| 고유번호 | 화학물질의 명칭 |
|---|---|
| 97-1-140 | 수은[Mercury; 7439-97-6] 또는 그 화합물과 수은화합물을 1% 이상 함유한 혼합물. 다만 황화 제이수은(Mercuric sulfide), 요오드화 제일수은(Mercuric iodide), 오레인산 수은(Mercuric oleate), 아미노염화 제이수은(Amino mercury(II) chloride), 뇌산 제이수은(Mercury(II) fulminate) 및 그 중 하나를 함유한 혼합물은 제외 |

< 분석 대상 물질 >

| 화학물질 명칭(영문) | CAS No | 분석법 | 페이지 |
|---|---|---|---|
| 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 |
| 티오시안산수은(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 |

[97-1-140](유독물질)

# Mercuric acetate(아세트산수은)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Mercuric acetate(CAS No : 1600-27-7)
- 수용해도 : 25 g/100mL(10℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : CV-AAS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 0.09 mg/kg / 0.3 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 수은(97-1-140)을 함유한 황산수은, 티오시안수은 등의 금속 화합물을 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.

[비고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 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.

### 3.2 원자흡수분광광도계

원자흡수분광광도계 (AAS, atomic absorption spectrophotometer)는 일반적으로 광원부, 시료원자화부, 파장선택부 및 측광부로 구성되어 있으며 단광속형과 복광속형으로 구분된다.

다원소 분석이나 내부표준물질법을 사용할 수 있는 복합 채널형 (multi-channel)도 있다

#### 3.2.1 광원램프

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

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 시약

#### 4.1.1 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

#### 4.1.2 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

#### 4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

#### 4.1.4 과망간산칼륨 (Potassium permanganate, KMnO4)

#### 4.1.5 과망간산칼륨 용액 5 %

과망간산칼륨(4.1.4) 5 g을 정제수에 녹여 100 mL로 하고 여과한다.(이 용액은 수은이온 안정제로서 시료 용액 50 mL당 5 % 과망간산칼륨을 10 uL 첨가한다.)

#### 4.1.6 염화하이드록시암모늄 (Hydroxylamine hydrochloride, NH2OH · HCl)

#### 4.1.7 염화하이드록시암모늄 용액 10 %

염화하이드록시암모늄(4.1.6) 10 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

#### 4.1.8 수산화나트륨(Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.9 수산화붕소나트륨(Sodium hydroxide, NaBH4)

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

#### 4.1.11 염화주석(II)용액

100 mL 부피플라스크에 염화주석(Ⅱ)·2수화물 (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.

### 4.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을

구입하여 사용할 수 있다.

#### 4.2.1 수은 표준물질 (10 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절

차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

#### 7.1.1 마이크로파분해

**7.1.1.1** PFA 또는 TFM 재질의 마이크로파 분해용기에 잘 혼합된 시료를 약 0.2 g(시료의

재형에 따라 0.1 g ~ 0.3 g정도를 선택적으로 채취)을 1 mg 단위까지 정확히 달아 넣는다.

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

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

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

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

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

7.1.1.6 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

7.1.1.7 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.

### 7.2 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.

### 7.3 측정법

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

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

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

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

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

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(2.65)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**1.9.1** IEC 62321-4 : 2013 Determination of certain substances in electrotechnical products-Part 4 : Mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS

**1.9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 0.3 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 아세트산수은의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9987 | 0.9986 |
| 정확도(%) | 92.7 | 98.0 |
| 정밀도(% RSD) | 2.2 | 2.7 |

[97-1-140](유독물질)

# Mercury diiodide(요오드화 수은)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Mercury diiodide(CAS No : 7774-29-0)
- 수용해도 : 0.005 4 g/100mL(22℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : CV-AAS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 0.13 mg/kg / 0.4 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 수은(97-1-140)을 함유한 황산수은, 티오시안수은 등의 금속 화합물을 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 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 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.

### 3.2 원자흡수분광광도계

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

### 3.2.1 광원램프

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

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 시약

#### 4.1.1 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

#### 4.1.2 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

#### 4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

#### 4.1.4 과망간산칼륨 (Potassium permanganate, KMnO4)

#### 4.1.5 과망간산칼륨 용액 5 %

과망간산칼륨(4.1.4) 5 g을 정제수에 녹여 100 mL로 하고 여과한다.(이 용액은 수은이온 안정제로서 시료 용액 50 mL당 5 % 과망간산칼륨을 10 uL 첨가한다.)

#### 4.1.6 염화하이드록시암모늄 (Hydroxylamine hydrochloride, NH2OH · HCl)

#### 4.1.7 염화하이드록시암모늄 용액 10 %

염화하이드록시암모늄(4.1.6) 10 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

#### 4.1.8 수산화나트륨(Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.9 수산화붕소나트륨(Sodium hydroxide, NaBH4)

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

#### 4.1.11 염화주석(II)용액

100 mL 부피플라스크에 염화주석(Ⅱ)·2수화물 (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.

### 4.2 표준용액

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

#### 4.2.1 수은 표준물질 (10 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

#### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한

반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

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

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

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

7.1.1.6 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

7.1.1.7 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.

### 7.2 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.

### 7.3 측정법

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

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

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

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

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

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(2.27)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**1.9.1** IEC 62321-4 : 2013 Determination of certain substances in electrotechnical products-Part 4 : Mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS

**1.9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 0.4 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 요오드화수은의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9987 | 0.9986 |
| 정확도(%) | 92.7 | 98.0 |
| 정밀도(% RSD) | 2.2 | 2.7 |

[97-1-140](유독물질)

# Dipotassium tetraiodomercurate

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Dipotassium tetraiodomercurate(CAS No : 7783-33-7)
- 수용해도 : -
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : CV-AAS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 0.22 mg/kg / 0.7 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 수은(97-1-140)을 함유한 황산수은, 티오시안수은 등의 금속 화합물을 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 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 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.

### 3.2 원자흡수분광광도계

원자흡수분광광도계 (AAS, atomic absorption spectrophotometer)는 일반적으로 광원부, 시료원자화부, 파장선택부 및 측광부로 구성되어 있으며 단광속형과 복광속형으로 구분된다.

다원소 분석이나 내부표준물질법을 사용할 수 있는 복합 채널형 (multi-channel)도 있다

### 3.2.1 광원램프

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

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 시약

#### 4.1.1 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

#### 4.1.2 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

#### 4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

#### 4.1.4 과망간산칼륨 (Potassium permanganate, KMnO4)

#### 4.1.5 과망간산칼륨 용액 5 %

과망간산칼륨(4.1.4) 5 g을 정제수에 녹여 100 mL로 하고 여과한다.(이 용액은 수은이온 안정제로서 시료 용액 50 mL당 5 % 과망간산칼륨을 10 uL 첨가한다.)

#### 4.1.6 염화하이드록시암모늄 (Hydroxylamine hydrochloride, NH2OH · HCl)

#### 4.1.7 염화하이드록시암모늄 용액 10 %

염화하이드록시암모늄(4.1.6) 10 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

#### 4.1.8 수산화나트륨(Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.9 수산화붕소나트륨(Sodium hydroxide, NaBH4)

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

#### 4.1.11 염화주석(II)용액

100 mL 부피플라스크에 염화주석(Ⅱ)·2수화물 (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.

### 4.2 표준용액

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

#### 4.2.1 수은 표준물질 (10 mg/L)

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

다.

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

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

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

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

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

7.1.1.6 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

7.1.1.7 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.

### 7.2 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.

### 7.3 측정법

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

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

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

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

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

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(3.92)

### 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

1.9.1 IEC 62321-4 : 2013 Determination of certain substances in electrotechnical products-Part 4 : Mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS

1.9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 0.7 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. Dipotassium tetraiodomercurate의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9987 | 0.9986 |
| 정확도(%) | 92.7 | 98.0 |
| 정밀도(% RSD) | 2.2 | 2.7 |

[97-1-140](유독물질)

# Mercury nitrate monohydrate(질산수은 일수화물)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Mercury nitrate monohydrate(CAS No : 7783-34-8)
- 수용해도 : -
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : CV-AAS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 0.09 mg/kg / 0.3 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 수은(97-1-140)을 함유한 황산수은, 티오시안수은 등의 금속 화합물을 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.

[비고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 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.

### 3.2 원자흡수분광광도계

원자흡수분광광도계 (AAS, atomic absorption spectrophotometer)는 일반적으로 광원부, 시료원자화부, 파장선택부 및 측광부로 구성되어 있으며 단광속형과 복광속형으로 구분된다.

다원소 분석이나 내부표준물질법을 사용할 수 있는 복합 채널형 (multi-channel)도 있다

#### 3.2.1 광원램프

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

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 시약

#### 4.1.1 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

#### 4.1.2 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

#### 4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

#### 4.1.4 과망간산칼륨 (Potassium permanganate, KMnO4)

#### 4.1.5 과망간산칼륨 용액 5 %

과망간산칼륨(4.1.4) 5 g을 정제수에 녹여 100 mL로 하고 여과한다.(이 용액은 수은이온 안정제로서 시료 용액 50 mL당 5 % 과망간산칼륨을 10 uL 첨가한다.)

#### 4.1.6 염화하이드록시암모늄 (Hydroxylamine hydrochloride, NH2OH · HCl)

#### 4.1.7 염화하이드록시암모늄 용액 10 %

염화하이드록시암모늄(4.1.6) 10 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

#### 4.1.8 수산화나트륨(Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.9 수산화붕소나트륨(Sodium hydroxide, NaBH4)

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

#### 4.1.11 염화주석(II)용액

100 mL 부피플라스크에 염화주석(Ⅱ)·2수화물 (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.

### 4.2 표준용액

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

#### 4.2.1 수은 표준물질 (10 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

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

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

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

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

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

7.1.1.6 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

7.1.1.7 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.

### 7.2 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.

### 7.3 측정법

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

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

## 8. 결과보고

## 8.1 계산

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

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

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(1.71)

## 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

**1.9.1** IEC 62321-4 : 2013 Determination of certain substances in electrotechnical products-Part 4 : Mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS

**1.9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 0.3 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2 .질산수은 일수화물의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9987 | 0.9986 |
| 정확도(%) | 92.7 | 98.0 |
| 정밀도(% RSD) | 2.2 | 2.7 |

[97-1-140](유독물질)

# Mercury sulfate(황산수은)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Mercury sulfate(CAS No : 7783-35-9)
- 수용해도 : -
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1.0%
- 분석방법 : CV-AAS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 0.09 mg/kg / 0.3 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 수은(97-1-140)을 함유한 황산수은, 티오시안수은 등의 금속 화합물을 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 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 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.

### 3.2 원자흡수분광광도계

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

### 3.2.1 광원램프

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

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 시약

#### 4.1.1 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

#### 4.1.2 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

#### 4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

#### 4.1.4 과망간산칼륨 (Potassium permanganate, KMnO4)

#### 4.1.5 과망간산칼륨 용액 5 %

과망간산칼륨(4.1.4) 5 g을 정제수에 녹여 100 mL로 하고 여과한다.(이 용액은 수은이온 안정제로서 시료 용액 50 mL당 5 % 과망간산칼륨을 10 uL 첨가한다.)

#### 4.1.6 염화하이드록시암모늄 (Hydroxylamine hydrochloride, NH2OH · HCl)

#### 4.1.7 염화하이드록시암모늄 용액 10 %

염화하이드록시암모늄(4.1.6) 10 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

#### 4.1.8 수산화나트륨(Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.9 수산화붕소나트륨(Sodium hydroxide, NaBH4)

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

#### 4.1.11 염화주석(II)용액

100 mL 부피플라스크에 염화주석(Ⅱ)·2수화물 (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.

### 4.2 표준용액

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

#### 4.2.1 수은 표준물질 (10 mg/L)

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

#### 7.1.1 마이크로파분해

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

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

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

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

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

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

7.1.1.6 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

7.1.1.7 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.

### 7.2 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.

### 7.3 측정법

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

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

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

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

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

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(1.48)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**1.9.1** IEC 62321-4 : 2013 Determination of certain substances in electrotechnical products-Part 4 : Mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS

**1.9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 0.3 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 황산수은의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9987 | 0.9986 |
| 정확도(%) | 92.7 | 98.0 |
| 정밀도(% RSD) | 2.2 | 2.7 |

[97-1-140](유독물질)

# Mercury dibromide(브롬화수은)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Mercury dibromide(CAS No : 7789-47-1)
- 수용해도 : 0.6 g/100mL(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : CV-AAS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 0.09 mg/kg / 0.3 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 수은(97-1-140)을 함유한 황산수은, 티오시안수은 등의 금속 화합물을 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.

[비고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 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.

### 3.2 원자흡수분광광도계

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

### 3.2.1 광원램프

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

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 시약

#### 4.1.1 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

#### 4.1.2 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

#### 4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

#### 4.1.4 과망간산칼륨 (Potassium permanganate, KMnO4)

#### 4.1.5 과망간산칼륨 용액 5 %

과망간산칼륨(4.1.4) 5 g을 정제수에 녹여 100 mL로 하고 여과한다.(이 용액은 수은이온 안정제로서 시료 용액 50 mL당 5 % 과망간산칼륨을 10 uL 첨가한다.)

#### 4.1.6 염화하이드록시암모늄 (Hydroxylamine hydrochloride, NH2OH · HCl)

#### 4.1.7 염화하이드록시암모늄 용액 10 %

염화하이드록시암모늄(4.1.6) 10 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

#### 4.1.8 수산화나트륨(Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.9 수산화붕소나트륨(Sodium hydroxide, NaBH4)

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

#### 4.1.11 염화주석(II)용액

100 mL 부피플라스크에 염화주석(Ⅱ)·2수화물 (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.

### 4.2 표준용액

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

#### 4.2.1 수은 표준물질 (10 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

6.1.1 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

6.1.2 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

#### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한

반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

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

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

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

7.1.1.6 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

7.1.1.7 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.

### 7.2 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.

### 7.3 측정법

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

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

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

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

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

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(1.80)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**1.9.1** IEC 62321-4 : 2013 Determination of certain substances in electrotechnical products-Part 4 : Mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS

**1.9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 0.3 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 브롬화수은의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9987 | 0.9986 |
| 정확도(%) | 92.7 | 98.0 |
| 정밀도(% RSD) | 2.2 | 2.7 |

[97-1-140](유독물질)

# Mercuric monoxide(산화수은)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Mercuric monooxide(CAS No : 21908-53-2)
- 수용해도 : 0.005 3 g/100mL(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : CV-AAS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 0.09 mg/kg / 0.2 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 수은(97-1-140)을 함유한 황산수은, 티오시안수은 등의 금속 화합물을 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 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 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.

### 3.2 원자흡수분광광도계

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

### 3.2.1 광원램프

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

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 시약

#### 4.1.1 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

#### 4.1.2 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

#### 4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

#### 4.1.4 과망간산칼륨 (Potassium permanganate, KMnO4)

#### 4.1.5 과망간산칼륨 용액 5 %

과망간산칼륨(4.1.4) 5 g을 정제수에 녹여 100 mL로 하고 여과한다.(이 용액은 수은이온 안정제로서 시료 용액 50 mL당 5 % 과망간산칼륨을 10 uL 첨가한다.)

#### 4.1.6 염화하이드록시암모늄 (Hydroxylamine hydrochloride, NH2OH · HCl)

#### 4.1.7 염화하이드록시암모늄 용액 10 %

염화하이드록시암모늄(4.1.6) 10 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

#### 4.1.8 수산화나트륨(Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.9 수산화붕소나트륨(Sodium hydroxide, NaBH4)

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

#### 4.1.11 염화주석(II)용액

100 mL 부피플라스크에 염화주석(Ⅱ)·2수화물 (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.

### 4.2 표준용액

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

#### 4.2.1 수은 표준물질 (10 mg/L)

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

#### 7.1.1 마이크로파분해

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

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

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

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

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

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

7.1.1.6 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

7.1.1.7 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.

### 7.2 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.

### 7.3 측정법

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

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

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

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

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

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(1.08)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**1.9.1** IEC 62321-4 : 2013 Determination of certain substances in electrotechnical products-Part 4 : Mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS

**1.9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 0.2 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 산화수은의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9987 | 0.9986 |
| 정확도(%) | 92.7 | 98.0 |
| 정밀도(% RSD) | 2.2 | 2.7 |

[97-1-140](유독물질)

# Mercuric thiocyanate(티오시안산수은)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Mercuric thiocyanate(CAS No : 592-85-8)
- 수용해도 : 0.069 g/100mL(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : CV-AAS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 0.09 mg/kg / 0.3 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 수은(97-1-140)을 함유한 황산수은, 티오시안산수은 등의 금속 화합물을 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.

[비고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 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.

### 3.2 원자흡수분광광도계

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

### 3.2.1 광원램프

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

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 시약

#### 4.1.1 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

#### 4.1.2 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

#### 4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

#### 4.1.4 과망간산칼륨 (Potassium permanganate, KMnO4)

#### 4.1.5 과망간산칼륨 용액 5 %

과망간산칼륨(4.1.4) 5 g을 정제수에 녹여 100 mL로 하고 여과한다.(이 용액은 수은이온 안정제로서 시료 용액 50 mL당 5 % 과망간산칼륨을 10 uL 첨가한다.)

#### 4.1.6 염화하이드록시암모늄 (Hydroxylamine hydrochloride, NH2OH · HCl)

#### 4.1.7 염화하이드록시암모늄 용액 10 %

염화하이드록시암모늄(4.1.6) 10 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

#### 4.1.8 수산화나트륨(Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.9 수산화붕소나트륨(Sodium hydroxide, NaBH4)

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

#### 4.1.11 염화주석(II)용액

100 mL 부피플라스크에 염화주석(Ⅱ)·2수화물 (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.

### 4.2 표준용액

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

#### 4.2.1 수은 표준물질 (10 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

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

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

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

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

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

7.1.1.6 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

7.1.1.7 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.

### 7.2 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.

### 7.3 측정법

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

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

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

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

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

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(1.58)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**1.9.1** IEC 62321-4 : 2013 Determination of certain substances in electrotechnical products-Part 4 : Mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS

**1.9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 0.3 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 티오시안산수은의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9987 | 0.9986 |
| 정확도(%) | 92.7 | 98.0 |
| 정밀도(% RSD) | 2.2 | 2.7 |

[97-1-140](유독물질)

# Dimercury dichloride ; Mercury chloride(염화수은)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Mercury chloride(CAS No : 10112-91-1)
- 수용해도 : 4 mg/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : CV-AAS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 0.06 mg/kg / 0.2 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 수은(97-1-140)을 함유한 황산수은, 티오시안수은 등의 금속 화합물을 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.

[비고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 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.

### 3.2 원자흡수분광광도계

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

### 3.2.1 광원램프

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

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 시약

#### 4.1.1 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

#### 4.1.2 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

#### 4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

#### 4.1.4 과망간산칼륨 (Potassium permanganate, KMnO4)

#### 4.1.5 과망간산칼륨 용액 5 %

과망간산칼륨(4.1.4) 5 g을 정제수에 녹여 100 mL로 하고 여과한다.(이 용액은 수은이온 안정제로서 시료 용액 50 mL당 5 % 과망간산칼륨을 10 uL 첨가한다.)

#### 4.1.6 염화하이드록시암모늄 (Hydroxylamine hydrochloride, NH2OH · HCl)

#### 4.1.7 염화하이드록시암모늄 용액 10 %

염화하이드록시암모늄(4.1.6) 10 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

#### 4.1.8 수산화나트륨(Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.9 수산화붕소나트륨(Sodium hydroxide, NaBH4)

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

#### 4.1.11 염화주석(II)용액

100 mL 부피플라스크에 염화주석(Ⅱ)·2수화물 (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.

### 4.2 표준용액

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

#### 4.2.1 수은 표준물질 (10 mg/L)

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

#### 7.1.1 마이크로파분해

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

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

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

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

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

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

7.1.1.6 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

7.1.1.7 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.

### 7.2 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.

### 7.3 측정법

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

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

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

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

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

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(1.18)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**1.9.1** IEC 62321-4 : 2013 Determination of certain substances in electrotechnical products-Part 4 : Mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS

**1.9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 0.7 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 염화수은의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9987 | 0.9986 |
| 정확도(%) | 92.7 | 98.0 |
| 정밀도(% RSD) | 2.2 | 2.7 |

[97-1-140](유독물질), 253(중점관리물질)

# Mercury dichloride ; mercuric chloride(이염화수은)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Mercury dichloride(CAS No : 7487-94-7)
- 수용해도 : 7.4 g/100mL(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : CV-AAS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 0.09 mg/kg / 0.3 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 수은(97-1-140)을 함유한 황산수은, 티오시안수은 등의 금속 화합물을 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 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 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.

### 3.2 원자흡수분광광도계

원자흡수분광광도계 (AAS, atomic absorption spectrophotometer)는 일반적으로 광원부, 시료원자화부, 파장선택부 및 측광부로 구성되어 있으며 단광속형과 복광속형으로 구분된다.

다원소 분석이나 내부표준물질법을 사용할 수 있는 복합 채널형 (multi-channel)도 있다

#### 3.2.1 광원램프

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

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 시약

#### 4.1.1 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

#### 4.1.2 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

#### 4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

#### 4.1.4 과망간산칼륨 (Potassium permanganate, KMnO4)

#### 4.1.5 과망간산칼륨 용액 5 %

과망간산칼륨(4.1.4) 5 g을 정제수에 녹여 100 mL로 하고 여과한다.(이 용액은 수은이온 안정제로서 시료 용액 50 mL당 5 % 과망간산칼륨을 10 uL 첨가한다.)

#### 4.1.6 염화하이드록시암모늄 (Hydroxylamine hydrochloride, NH2OH · HCl)

#### 4.1.7 염화하이드록시암모늄 용액 10 %

염화하이드록시암모늄(4.1.6) 10 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

#### 4.1.8 수산화나트륨(Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.9 수산화붕소나트륨(Sodium hydroxide, NaBH4)

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

#### 4.1.11 염화주석(II)용액

100 mL 부피플라스크에 염화주석(Ⅱ)·2수화물 (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.

### 4.2 표준용액

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

#### 4.2.1 수은 표준물질 (10 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

6.1.1 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

6.1.2 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

다.

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

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

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

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

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

7.1.1.6 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

7.1.1.7 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.

### 7.2 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.

### 7.3 측정법

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

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

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

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

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

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(1.35)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**1.9.1** IEC 62321-4 : 2013 Determination of certain substances in electrotechnical products-Part 4 : Mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS

**1.9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 0.3 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 이염화수은의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9987 | 0.9986 |
| 방법검출한계(mg/kg) | 0.09 | 0.03 |
| 정밀도(% RSD) | 2.2 | 2.7 |

[97-1-140](유독물질), 245(중점관리물질)

# Mercury(수은)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Mercury(CAS No : 7439-97-6)
- 수용해도 : 4 mg/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 100%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : CV-AAS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 0.03 mg/kg / 0.1 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 수은(97-1-140)을 함유한 황산수은, 티오시안수은 등의 금속 화합물을 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 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 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.

### 3.2 원자흡수분광광도계

원자흡수분광광도계 (AAS, atomic absorption spectrophotometer)는 일반적으로 광원부, 시료원자화부, 파장선택부 및 측광부로 구성되어 있으며 단광속형과 복광속형으로 구분된다.

다원소 분석이나 내부표준물질법을 사용할 수 있는 복합 채널형 (multi-channel)도 있다

#### 3.2.1 광원램프

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

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 시약

#### 4.1.1 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

#### 4.1.2 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

#### 4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

#### 4.1.4 과망간산칼륨 (Potassium permanganate, KMnO4)

#### 4.1.5 과망간산칼륨 용액 5 %

과망간산칼륨(4.1.4) 5 g을 정제수에 녹여 100 mL로 하고 여과한다.(이 용액은 수은이온 안정제로서 시료 용액 50 mL당 5 % 과망간산칼륨을 10 uL 첨가한다.)

#### 4.1.6 염화하이드록시암모늄 (Hydroxylamine hydrochloride, NH2OH · HCl)

#### 4.1.7 염화하이드록시암모늄 용액 10 %

염화하이드록시암모늄(4.1.6) 10 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

#### 4.1.8 수산화나트륨(Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.9 수산화붕소나트륨(Sodium hydroxide, NaBH4)

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

#### 4.1.11 염화주석(II)용액

100 mL 부피플라스크에 염화주석(Ⅱ)·2수화물 (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.

### 4.2 표준용액

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

#### 4.2.1 수은 표준물질 (10 mg/L)

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

다.

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

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

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

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

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

7.1.1.6 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

7.1.1.7 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.

### 7.2 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.

### 7.3 측정법

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

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

## 8. 결과보고

## 8.1 계산

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

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

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)

## 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

**1.9.1** IEC 62321-4 : 2013 Determination of certain substances in electrotechnical products-Part 4 : Mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS

**1.9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 0.1 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 수은의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9987 | 0.9986 |
| 정확도(%) | 92.7 | 98.0 |
| 정밀도(% RSD) | 2.2 | 2.7 |

[97-1-147](유독물질), 21(중점관리물질)

# Cycloheximide(시클로헥시미드)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Cycloheximide(CAS No : 66-81-9)
- 수용해도 : 15 mg/mL(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.2%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : HPLC-UVD
- 방법검출한계 및 정량한계 : 0.57 mg/kg / 1.8 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 시클로헥시미드의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 고성능액체크로마토그래피법으로 시료 중 시클로헥시미드를 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 시클로헥시미드에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 고성능액체크로마토그래프 (HPLC)

고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이이검출기, DAD) 또는 형광 검출기로 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 $\mu$L~100 $\mu$L의 범위 내의 것을 사용한다.

고성능액체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

시클로헥시미드 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 메탄올 20 mL를 넣고 시클로헥시미드(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

시클로헥시미드 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.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

시클로헥시미드 표준용액(100 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (0.1 ~ 5) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 시클로헥시미드의 농도를 가로축(x 축)에, 시클로헥시미드의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주입한다. 액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 시료 중 시클로헥시미드의 농도를 계산한다.

$$\text{시료 중 분석물질의 농도(\%)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times 10^{-4} \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 시클로헥시미드 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 시클로헥시미드 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

$V$ : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

9.1 SiELC application report, Cycloheximide

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 1.8 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 시클로헥시미드의 고성능액체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 |
|---|---|
| 컬럼 | $C_{18}$ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) |
| 이동상 | A : 0.1% $H_3PO_4$ in DW B : 0.1% $H_3PO_4$ in ACN<br>시간 / A(%) / B(%)<br>0 ~ 3 / 95 / 5<br>7 / 5 / 95<br>12 / 5 / 95<br>15 / 95 / 5<br>20 / 95 / 5 |
| 유속 | 1 mL/min |
| 파장 | 210 nm |
| 주입량 | 20 μL |
| 컬럼 온도 | 30 ℃ |

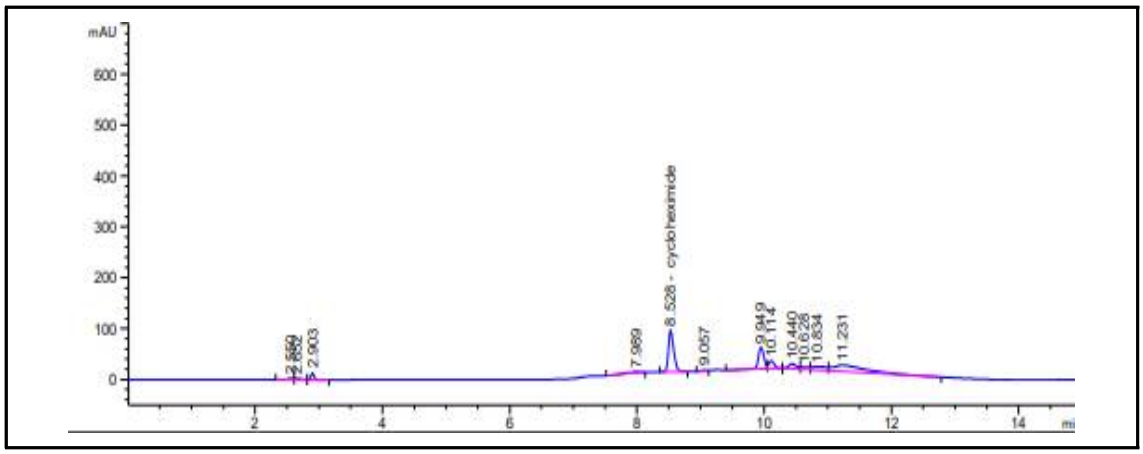



그림 1. 시클로헥시미드 크로마토그램(예시)

표 3. 시클로헥시미드 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9990 | 0.9984 |
| 정확도(%) | 98.2 | 98.7 |
| 정밀도(% RSD) | 1.8 | 1.1 |

[97-1-152](유독물질)

# Cyfluthrin(싸이플루트린)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Cyfluthrin(CAS No : 68359-37-5)
- 수용해도 : 0.000003g/L(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.5%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 103.8 mg/kg / 330.7 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 싸이플루트린의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 싸이플루트린을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 싸이플루트린에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 검출기 (FID)

불꽃이온화검출기는 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.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

싸이플루트린 (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 메탄올 20 mL를 넣고 싸이플루트린(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x} \text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

싸이플루트린 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 10 ~ 500 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 싸이플루트린의 농도를 가로축(x 축)에, 싸이플루트린의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로

마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 싸이플루트린의 농도를 계산한다.

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

여기서, $C_1$ : 분석시료의 싸이플루트린 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 싸이플루트린 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

**가.** 식품공전 잔류농약 분석법 실무 해설서

**나.** 살생물제품 함유 살생물물질 함유량 분석 시험방법 자료집, (2019)

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 330.7mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 싸이플루트린의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-5<br>(30 m × 0.25mm × 0.25 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/20 | | | | |
| 주입구 온도 | 260 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 270 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 2.0 | 10.0 | 300 | 5.0 |

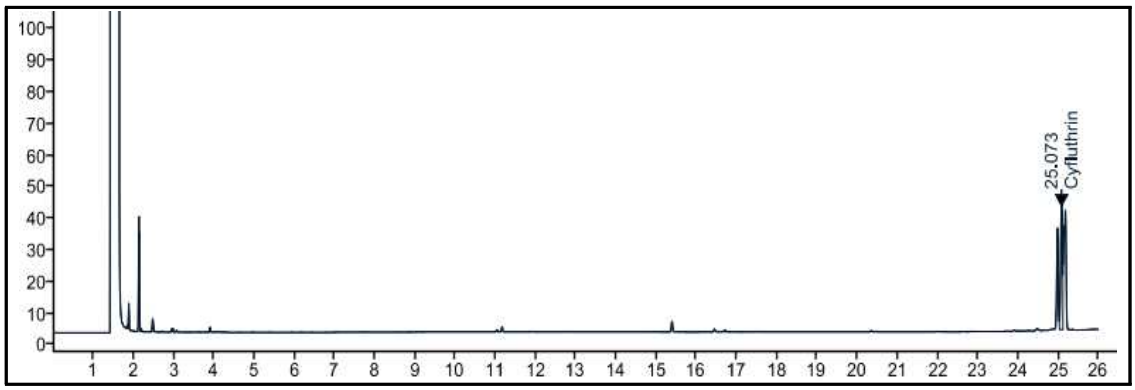



그림 1. 싸이플루트린 크로마토그램(예시)

**표 3. 싸이플루트린의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9980 | 0.9997 |
| 정확도(%) | 104.9 | 95.5 |
| 정밀도(% RSD) | 1.5 | 0.5 |

[97-1-162](유독물질), 06-4-15(금지물질)

# Thallium acetate(아세트산탈륨)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Thallium acetate(CAS No : 563-68-8)
- 수용해도 : -
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 금지물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 10.99 mg/kg / 35.0 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 탈륨(97-1-162)을 함유한 아세트산탈륨의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

[비고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마-분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

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

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

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

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

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100$$ ($s$=표준편차, $\bar{x}$ =평균)

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

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

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

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

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.05 ~ 5) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

### 7.3 유도결합플라즈마-분광분석법

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

**표 1. 유도결합플라즈마-분광분석법에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Tl | 190.801 | 276.787 |

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

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

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

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(1.29)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

9.1 US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 35.0 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 아세트산탈륨의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9998 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 95.5 | 101.1 |
| 정밀도(% RSD) | 2.1 | 3.1 |

[97-1-164](유독물질)

# Azocyclotin(아조시클로틴)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Azocyclotin(CAS No : 41083-11-8)
- 수용해도 : 0.12 mg/L(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : LC-MS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 246.49 mg/kg / 785 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 아조시클로틴의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 이온크로마토그래피/질량분석법으로 시료 중 아조시클로틴을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 아조시클로틴에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 액체크로마토그래프 (LC)

액체 크로마토그래프는 일반적으로 500 psi ~ 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.

분석용 컬럼은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 컬럼($C_{18}$)을 사용하고, 길이 50 mm, 내경 2.1 mm, 충전제 크기 2.6 $\mu$m, 분석용 컬럼과 보호 컬럼이 사용된다. 보호 컬럼은 길이가 5 cm ~ 10 cm 정도로 분석용 컬럼의 수명을 연장시키고, 분석용 컬럼과 같은 종류의 충전제를 사용하며 분석용 컬럼앞에 설치한다.

### 3.2 질량분석기(mass spectrometer)

액체 크로마토그래프로부터 용리 된 이온성 시료를 대기압하에서 고전압으로 증발시켜 모세관에 도입하고 앞쪽부터 다량의 전하를 분무시킨다. 이온화 후 분배가 일어나며, 이 분

리된 시료를 이온화 시켜서 질량분석관을 통하여 이온을 질량대 전하비 (m/z)에 따라서 물질을 정성, 정량한다.

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 ℃, 블록 히터 온도는 200 ℃로 한다. 분석장비 및 분석조건에 따라 설정을 달리할 수 있다.

질량분석기는 사중극자형(quadrupole) 동등 이상의 성능을 가진 것을 사용한다.

## 4. 시약 및 표준용액

아세톤(acetone, $CH_3COCH_3$, 분자량 : 58.08)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

아조시클로틴 표준원액 (100 mg/L)

표준원액은 아조시클로틴 10 mg을 정확히 달아 100 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤으로 표선까지 채운다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

### 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x} \text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 0.1 g을 무게를 측정하여 1,000 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

아조시클로틴 표준원액(100 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (0.05 ~ 1)

mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 아조시클로틴의 농도를 가로축(x 축)에, 아조시클로틴의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 아조시클로틴 화합물의 농도를 계산한다.

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

여기서, $C_1$ : 분석시료의 대상물질의 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 대상물질의 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

$V$ : 시료 추출용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

**9.1** 식품 및 식품첨가물 공전(식품의약품안전처 고시(제 2022-31호))

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 785 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 아조시클로틴의 액체크로마토그래프/질량분석기 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조건 |
|---|---|
| 컬럼 | Infinitylab Poroshell 120 EC-C18(2.1 mm x 50 mm, 2.7 μm) |
| 이동상 | A - 10 mM Ammonium Formate + 0.1 % Formic Acid(D.W)<br>B - Methanol |

| Time | A(%) | B(%) |
|---|---|---|
| 0 | 10 | 90 |
| 6 | 10 | 90 |

| | |
|---|---|
| 유속 | 0.45 mL/min |
| 주입량 | 3 μL |
| 컬럼 온도 | NotControlled |
| 이온화 모드 | Positive |

**표 3. 액체크로마토그래프/질량분석기에 의한 아조시클로틴의 측정질량(예시)**

| 분석물질 | Precursor Ion (m/z) |
|---|---|
| Azocyclotin | 369 |

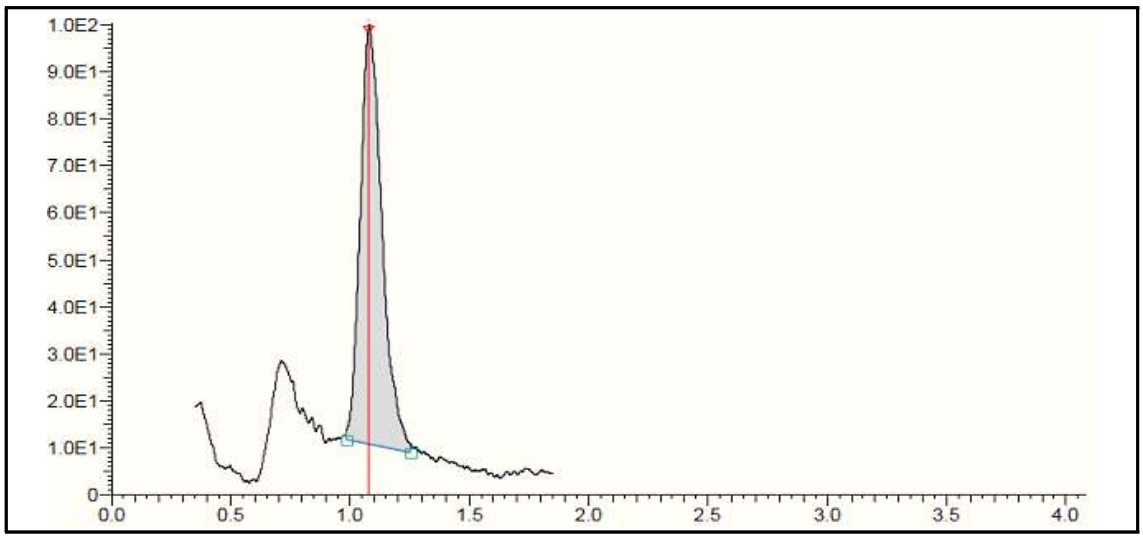



그림 1. 아조시클로틴 크로마토그램(예시)

표 4. 아조시클로틴의 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 1.0000 | 0.9967 |
| 방법검출한계(mg/kg) | 246.49 | 240.74 |
| 정량한계(mg/kg) | 785 | 766.7 |
| 정확도(%) | 101.3 | 105.0 |
| 정밀도(% RSD) | 6.9 | 3.7 |

[97-1-170](유독물질) 86(중점관리물질), 24(사고대비물질)

# Acrylonitrile(아크릴로니트릴)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Acrylonitrile(CAS No : 107-13-1)
- 수용해도 : 74.5 g/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 사고대비물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 9.0 mg/kg / 28.7 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 아크릴로니트릴의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 아크릴로니트릴을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 아크릴로니트릴에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 ㎛, 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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 검출기 (FID)

불꽃이온화검출기는 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.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

아크릴로니트릴 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 메탄올 20 mL를 넣고 아크릴로니트릴(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 20 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

아크릴로니트릴 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 0.5 ~ 20 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 아크릴로니트릴의 농도를 가로축(x 축)에, 아크릴로니트릴의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 아크릴로니트릴의 농도를 계산한다.

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

여기서, $C_1$ : 분석시료의 아크릴로니트릴 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 아크릴로니트릴 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

**9.1** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

**9.2** Ohno, H, Kawamura, Y, “Analysis of Acrylonitrile, 1,3-Butadiene, and Related Compounds in Acrylonitrile-Butadiene-Styrene Copolymers for Kitchen Utensils and Children’s Toys by Headspace Gas Chromatography/Mass Spectrometry”, *Journal of AOAC INTERNATIONAL*, Volume 93, Issue 6, 2010, 1965-1971

**9.3** Aromatic and halogenated volatiles, EPA Method 8021B

**9.4** ES 06601.1, 폐기물 공정시험기준, 국립환경과학원고시, 제2021-95호, (2021)

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 28.7mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 아크릴로니트릴의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-624<br>(60 m × 0.32mm × 1.8 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/10 | | | | |
| 주입구 온도 | 250 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 270 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 2.0 | 15.0 | 250 | 5.0 |

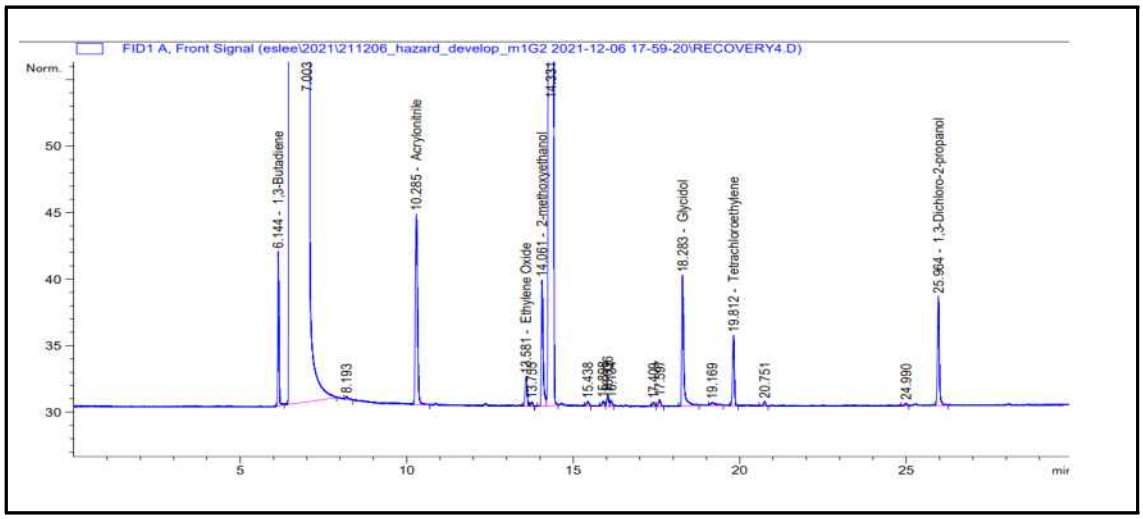



**그림 1. 아크릴로니트릴 크로마토그램(예시)**

**표 3. 아크릴로니트릴의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9996 | 0.9997 |
| 정확도(%) | 99.8 | 95.2 |
| 정밀도(% RSD) | 3.0 | 0.5 |

[97-1-171](유독물질), 06-5-14(제한물질), 41(중점관리물질)

# Acrylamide(아크릴아마이드)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Acrylamide(CAS No : 79-06-1)
- 수용해도 : 390 g/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 제한물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : HPLC-UVD
- 방법검출한계 및 정량한계 : 0.38 mg/kg / 1.2 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 아크릴아마이드의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 고성능액체크로마토그래피법으로 시료 중 아크릴아마이드를 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 아크릴아마이드에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 고성능액체크로마토그래프 (HPLC)

고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이이검출기, DAD) 또는 형광 검출기로 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 $\mu$L~100 $\mu$L의 범위 내의 것을 사용한다.

고성능액체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순

물 피크가 없는 것을 사용한다.

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.

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.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

아크릴아마이드 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.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

아크릴아마이드 표준용액(100 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (0.05 ~ 5) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 아크릴아마이드의 농도를 가로축(x 축)에, 아크릴아마이드의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주입한다. 액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 시료 중 아크릴아마이드의 농도를 계산한다.

$$\text{시료 중 분석물질의 농도(\%)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times 10^{-4} \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 아크릴아마이드 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 아크릴아마이드 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

9.1 안전확인대상 어린이제품의 안전기준 부속서 6. 완구

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 1.2 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 아크릴아마이드의 고성능액체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

<table>
<tr><th>항목</th><th>조 건</th></tr>
<tr><td>컬럼</td><td>$C_{18}$ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm)</td></tr>
<tr><td>이동상</td><td>A : Water, B : Methanol<br><table><tr><th>시간</th><th>A(%)</th><th>B(%)</th></tr><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></table></td></tr>
<tr><td>유속</td><td>1 mL/min</td></tr>
<tr><td>주입량</td><td>10 μL</td></tr>
<tr><td>컬럼 온도</td><td>25 ℃</td></tr>
<tr><td>파장</td><td>210 nm</td></tr>
</table>

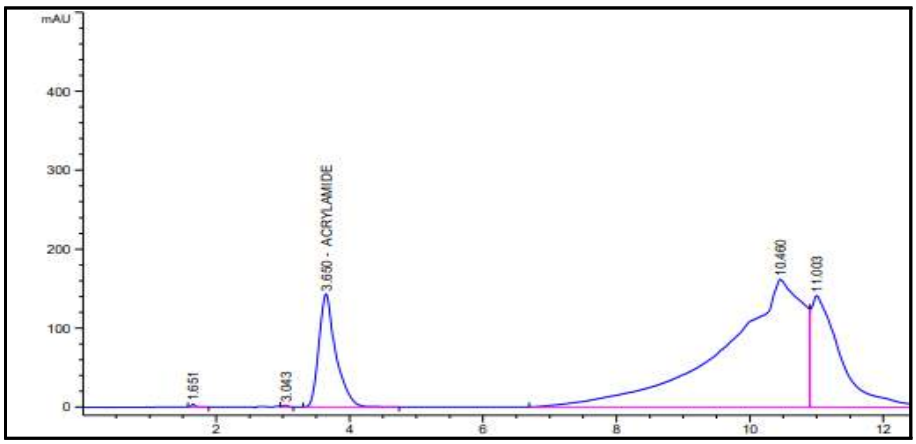



**그림 1. 아크릴아마이드 크로마토그램(예시)**

**표 3. 아크릴아마이드 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9997 | 1.0000 |
| 정확도(%) | 95.2 | 104.1 |
| 정밀도(% RSD) | 2.3 | 1.4 |

# 97-1-176

< 유독물질 지정 내용 >

| 고유번호 | 화학물질의 명칭 |
|---|---|
| 97-1-176 | 무기 안티몬 화합물[Inorganic antimony compounds] 및 이를 1% 이상 함유한 혼합물. 다만, 산화 안티몬(Antimony(Ⅴ) pentoxide, Antimony(Ⅳ) tetroxide), 황화안티몬(Antimony(Ⅴ) pentasulfide, Antimony(Ⅲ) trisulfide), 안티몬산(HSbO3) 염류(Antimonic(Ⅴ) acid, salts), 피그먼트 브라운 24(C.I. Pigment Brown 24), 피그먼트 옐로우 53 (C.I. Pigment Yellow 53) 및 이를 함유한 혼합물과 산화안티몬(Antimony(Ⅲ) trioxide)을 함유한 혼합물은 제외 |

< 분석 대상 물질 >

| 화학물질 명칭(영문) | CAS No | 분석법 | 페이지 |
|---|---|---|---|
| (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 |

[97-1-176](유독물질)

# Potassium hexahydroxoantimonate

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Potassium hexahydroxoantimonate(CAS No : 12208-13-8)
- 수용해도 : 17.1 g/L(20 ℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 32.31 mg/kg / 102.9 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 안티몬(97-1-176)을 함유한 황산안티몬, 불화안티몬 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

[비고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마-분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

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

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

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

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

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

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

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

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.05 ~ 5) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 유도결합플라즈마-분광분석법

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

**표 1. 유도결합플라즈마-분광분석법에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Sb | 206.836 | 217.582 |
| K | 766.490 | 404.721 |
| Al | 396.153 | 308.215 |

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

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

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

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(2.16)

## 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 102.9 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. Potassium hexahydroxoantimonate의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9998 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 94.6 | 104.2 |
| 정밀도(% RSD) | 1.7 | 3.6 |

[97-1-176](유독물질)

# Antimony pentachloride(오염화안티몬)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Antimony pentachloride(CAS No : 7647-18-9)
- 수용해도 : -
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 36.77 mg/kg / 117.1 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 안티몬(97-1-176)을 함유한 황산안티몬, 불화안티몬 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

[비고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마-분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

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

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

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

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

상대표준편차(%)= $\frac{s}{\bar{x}} \times 100$ ($s$=표준편차, $\bar{x}$ =평균)

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

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

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

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

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.05 ~ 5) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 유도결합플라즈마-분광분석법

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

**표 1. 유도결합플라즈마-분광분석법에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Sb | 206.836 | 217.582 |
| K | 766.490 | 404.721 |
| Al | 396.153 | 308.215 |

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

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

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

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(2.46)

## 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 117.1 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 오염화안티몬의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9998 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 94.6 | 104.2 |
| 정밀도(% RSD) | 1.7 | 3.6 |

[97-1-176](유독물질)

# Diantimony tris(sulfate)(황산안티몬)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Diantimony tris(sulfate)(CAS No : 7446-32-4)
- 수용해도 : -
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 32.75 mg/kg / 104.3 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 안티몬(97-1-176)을 함유한 황산안티몬, 불화안티몬 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

[비고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마-분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

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

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

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

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

상대표준편차(%)= $\frac{s}{\overline{x}} \times 100$ ($s$=표준편차, $\overline{x}$ =평균)

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

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

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

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

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.05 ~ 5) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 유도결합플라즈마-분광분석법

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

**표 1. 유도결합플라즈마-분광분석법에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Sb | 206.836 | 217.582 |
| K | 766.490 | 404.721 |
| Al | 396.153 | 308.215 |

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

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

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

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(2.19)

## 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 104.3 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 황산안티몬의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9998 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 94.6 | 104.2 |
| 정밀도(% RSD) | 1.7 | 3.6 |

[97-1-176](유독물질)

# Antimony triiodide(삼아이오딘화 안티몬)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Antimony triiodide(CAS No : 7790-44-5)
- 수용해도 : -
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 61.76 mg/kg / 196.7 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 안티몬(97-1-176)을 함유한 황산안티몬, 불화안티몬 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

[비고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마-분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

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

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

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

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

상대표준편차(%)= $\frac{s}{\bar{x}} \times 100$ ($s$=표준편차, $\bar{x}$ =평균)

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

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

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

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

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.05 ~ 5) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 유도결합플라즈마-분광분석법

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

**표 1. 유도결합플라즈마-분광분석법에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Sb | 206.836 | 217.582 |
| K | 766.490 | 404.721 |
| Al | 396.153 | 308.215 |

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

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

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

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(4.13)

## 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

9.1 US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 196.7 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 삼아이오딘화안티몬의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9998 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 94.6 | 104.2 |
| 정밀도(% RSD) | 1.7 | 3.6 |

[97-1-176](유독물질)

# Antimony trifluoride(삼불화안티몬)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Antimony trifluoride(CAS No : 7783-56-4)
- 수용해도 : 443g/100mL(20 ℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 21.98 mg/kg / 70.0 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 안티몬(97-1-176)을 함유한 황산안티몬, 불화안티몬 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

[비고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마-분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

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

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

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

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

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

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

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

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.05 ~ 5) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

### 7.3 유도결합플라즈마-분광분석법

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

**표 1. 유도결합플라즈마-분광분석법에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Sb | 206.836 | 217.582 |
| K | 766.490 | 404.721 |
| Al | 396.153 | 308.215 |

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

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

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

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(1.47)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments,

sludges, soils, and oils. (2007.2)

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 70.0 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 삼불화안티몬의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9998 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 94.6 | 104.2 |
| 정밀도(% RSD) | 1.7 | 3.6 |

[97-1-176](유독물질)

# Diantimony trioxide ; Antimony(Ⅲ) trioxide(삼산화안티몬)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Antimony(Ⅲ) trioxide(CAS No : 1309-64-4)
- 수용해도 : 370 ± 37 μg/L((20.8 ~ 22.9) ℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 100%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 17.93 mg/kg / 57.1 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 안티몬(97-1-176)을 함유한 황산안티몬, 불화안티몬 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

[비고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마-분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

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

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

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

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

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

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

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

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.05 ~ 5) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 유도결합플라즈마-분광분석법

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

**표 1. 유도결합플라즈마-분광분석법에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Sb | 206.836 | 217.582 |
| K | 766.490 | 404.721 |
| Al | 396.153 | 308.215 |

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

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

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

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(1.2)

## 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 57.1 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 삼산화안티몬의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9998 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 94.6 | 104.2 |
| 정밀도(% RSD) | 1.7 | 3.6 |

[97-1-176](유독물질)

# Antimony trichloride(삼염화안티몬)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Antimony trichloride(CAS No : 10025-91-9)
- 수용해도 : 985.1g/100mL(25 ℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 27.98 mg/kg / 89.1 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 안티몬(97-1-176)을 함유한 황산안티몬, 불화안티몬 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

[비고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마-분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

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

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

#### 3.1.2.3 유량조절기

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

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

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

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

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

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

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

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

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

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

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

**7.1.1.3** 시료와 산류의 반응이 완료되면 밀폐형 분해용기의 뚜껑을 닫고 분해 장치를 조립한 후 마이크로파 분해 장치에 장착한다.

**7.1.1.4** 마이크로파 분해 장치를 사용하여 미리 제시된 온도프로그램에 따라 마이크로파 오븐을 조작하고 시료를 최대한 맑은 용액이 되도록 분해한다.

**7.1.1.5** 분해가 끝난 후 충분히 냉각시킨 후 용기 내에 남아 있는 산 가스를 제거한다.

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.05 ~ 5) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 유도결합플라즈마-분광분석법

플라즈마를 켜고 30분 ~ 60분간 불꽃을 안정화 시킨 후, 장비제조사에서 제공하는 매뉴얼에 따라 해당 표준물질을 사용하여 분석조건을 최적화한다.

**표 1. 유도결합플라즈마-분광분석법에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Sb | 206.836 | 217.582 |
| K | 766.490 | 404.721 |
| Al | 396.153 | 308.215 |

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 각 금속의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 금속의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

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(1.87)

## 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

9.1 US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 89.1 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 삼염화안티몬의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9998 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 94.6 | 104.2 |
| 정밀도(% RSD) | 1.7 | 3.6 |

[97-1-176](유독물질)

# Aluminium compd. with antimony (1:1)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Aluminium compd. with antimony (1:1)(CAS No : 25152-52-7)
- 수용해도 : -
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : ICP=OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 18.7 mg/kg / 59.5 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 안티몬(97-1-176)을 함유한 황산안티몬, 불화안티몬 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

[비고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마-분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

검출 및 측정 방법에 따라 다색화분광기 또는 단색화 장치 모두 사용가능해야 하며 스펙트럼의 띠 통과 (band pass)는 0.05 nm 미만이어야 한다.

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

순도 99.99% 이상 고순도 가스상 또는 액체 아르곤을 사용해야 한다.

#### 3.1.2.3 유량조절기

속도 조절이 가능한 연동펌프 및 아르곤 및 플라즈마 기체의 유속 조절기를 사용해야 한다.

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

라디오고주파 (RF, radio frequency) 발생기는 출력범위 750 W ~ 1,200 W 이상의 것을 사용하며, 이때 사용하는 주파수는 27.12 MHz 또는 40.68 MHz를 사용한다.

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질 생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용한다.

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

**7.1.1.1** PFA 또는 TFM 재질의 마이크로파 분해용기에 잘 혼합된 시료를 약 0.2 g(시료의 재형에 따라 0.1 g ~ 0.3 g정도를 선택적으로 채취)을 1 mg 단위까지 정확히 달아 넣는다.

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

[비고] 염산과 과산화수소의 혼산을 선택적으로 첨가가능하며, 분해되지 않거나 시료에 실리카 또는 타이타늄이 함유되어 있을 경우 플루오르화수소산(HF)을 추가적으로 0.5 mL를 넣는다.

**7.1.1.3** 시료와 산류의 반응이 완료되면 밀폐형 분해용기의 뚜껑을 닫고 분해 장치를 조립한 후 마이크로파 분해 장치에 장착한다.

**7.1.1.4** 마이크로파 분해 장치를 사용하여 미리 제시된 온도프로그램에 따라 마이크로파 오븐을 조작하고 시료를 최대한 맑은 용액이 되도록 분해한다.

**7.1.1.5** 분해가 끝난 후 충분히 냉각시킨 후 용기 내에 남아 있는 산 가스를 제거한다.

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.4 ~ 10) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 유도결합플라즈마-분광분석법

플라즈마를 켜고 30분 ~ 60분간 불꽃을 안정화 시킨 후, 장비제조사에서 제공하는 매뉴얼에 따라 해당 표준물질을 사용하여 분석조건을 최적화한다.

**표 1. 유도결합플라즈마-분광분석법에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Sb | 206.836 | 217.582 |
| K | 766.490 | 404.721 |
| Al | 396.153 | 308.215 |

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 안티몬의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 Aluminium compd. with antimony (1:1)의 농도를 계산한다.

제품 중 Aluminium compd. with antimony (1:1)의 농도(mg/kg)

$$= \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \quad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 안티몬의 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 안티몬의 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(1.25)

## 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments,

sludges, soils, and oils. (2007.2)

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 59.5 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. Aluminium compd. with antimony (1:1)의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9998 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 94.6 | 104.2 |
| 정밀도(% RSD) | 1.7 | 3.6 |

[97-1-178](유독물질), 06-4-19(금지물질)

# Aldrin(알드린)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Aldirn(CAS No : 309-00-2)
- 수용해도 : 0.17g/L(60℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 금지물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 40.1 mg/kg / 127.8 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 알드린의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 알드린을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 알드린에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 검출기 (FID)

불꽃이온화검출기는 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.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

알드린 (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 메탄올 20 mL를 넣고 알드린(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

알드린 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 5 ~ 100 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 알드린의 농도를 가로축(x 축)에, 알드린의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로

마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 알드린의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 알드린의 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 알드린의 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

9.1 식품공전 잔류농약 분석법 실무 해설서

9.2 살생물제품 함유 살생물물질 함유량 분석 시험방법 자료집, (2019)

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 127.8mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 알드린의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-5<br>(30 m × 0.25mm × 0.25 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/20 | | | | |
| 주입구 온도 | 260 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 270 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 2.0 | 10.0 | 300 | 5.0 |

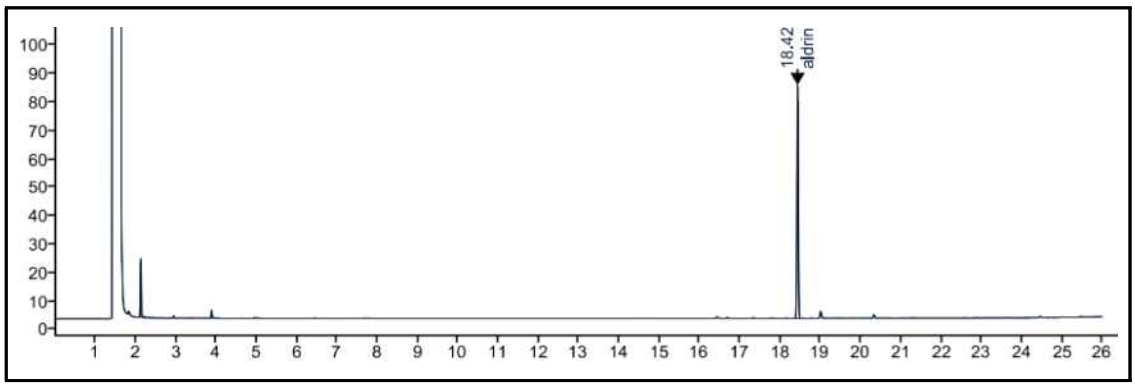



**그림 1. 알드린 크로마토그램(예시)**

**표 4. 알드린의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9994 | 0.9988 |
| 정확도(%) | 95.9 | 95.7 |
| 정밀도(% RSD) | 3.1 | 0.5 |

# 97-1-192

## < 유독물질 지정 내용 >

| 고유번호 | 화학물질의 명칭 |
|---|---|
| 97-1-192 | 에피클로로히드린[Epichlorohydrin; 1-Chloro-2,3-epoxypropane; 2-(Chloromethyl)oxirane; 106-89-8, 51594-55-9, 67843-74-7] 및 이를 0.1% 이상 함유한 혼합물 |

## < 분석 대상 물질 >

| 화학물질 명칭(영문) | CAS No | 분석법 | 페이지 |
|---|---|---|---|
| (R)-(-)-에피클로로히드린((R)-Ephichlorohydrin) | 51594-55-9 | GC-FID | 566 |
| (S)-(+)-에피클로로히드린((S)-Ephichlorohydrin) | 67843-74-7 | GC-FID | 572 |

[97-1-192](유독물질), 84(2)(중점관리물질)

# (R)-Ephichlorohydrin((R)-(-)-에피클로로히드린)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : (R)-Ephichlorohydrin(CAS No : 51594-55-9)
- 수용해도 : -
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 8.1 mg/kg / 25.8 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 (S),(R)-에피클로로히드린의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 (S),(R)-에피클로로히드린을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 (S),(R)-에피클로로히드린 각각에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 검출기 (FID)

불꽃이온화검출기는 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.

# 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

(R)-에피클로로히드린 (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 메탄올 20 mL를 넣고 (R)-에피클로로히드린(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

(R)-에피클로로히드린 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 1 ~ 20 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. (R)-에피클로로히드린의 농도를 가로축(x 축)에, (R)-에피클로로히드린의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 (R)-에피클로로히드린의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 (R)-에피클로로히드린 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 (R)-에피클로로히드린 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

**가.** Kumar, C V, Kumar V, P, Kumar, Y. R, Aparna, P, Pratyusha, P, "Enantiomeric Separation of S-Epichlorohydrin and R-Epichlorohydrin by Capillary Gas Chromatography with FID Detector", *American Journal of Analytical Chemistry*, Volume 7, Issue 11, 2016, 772-784

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 49.4mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. (R)-에피클로로히드린의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 |
|---|---|
| 컬럼 | PhenomenCP7502 CP-Chirasil<br>(35m × 0.25mm × 0.25 μm) |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) |
| 분할비 | 1/10 |
| 주입구 온도 | 220 ℃ |
| 검출기 온도 | 240 ℃ |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) 40.0 / 최종시간 (min.) 30.0 |

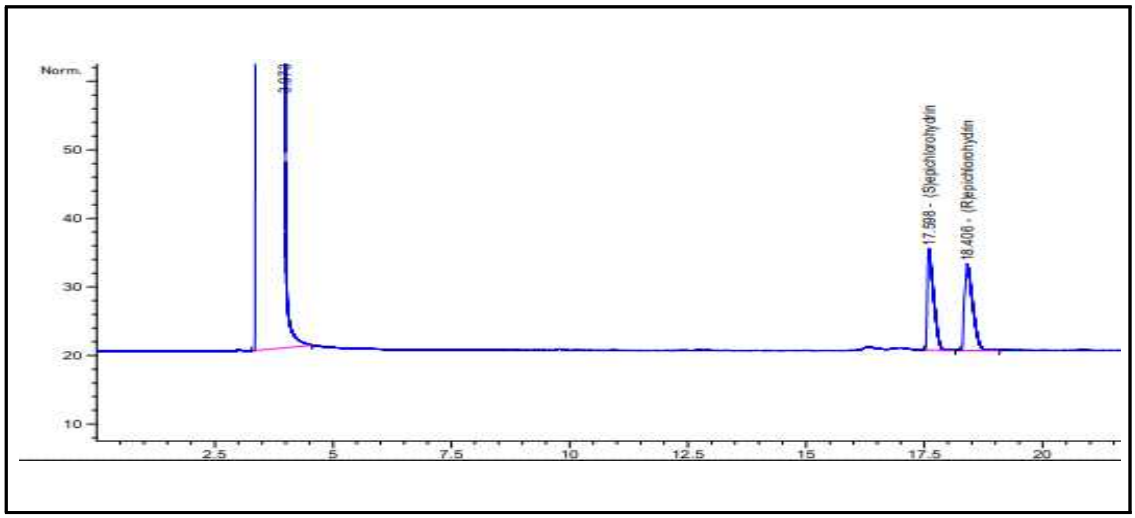



그림 1. (S),(R)-에피클로로히드린 크로마토그램(예시)

표 3 (R)-에피클로로히드린의 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9999 | 0.9997 |
| 정확도(%) | 97.8 | 101.4 |
| 정밀도(% RSD) | 3.6 | 0.2 |

[97-1-192](유독물질), 84(3)(중점관리물질)

# (S)-Ephichlorohydrin((S)-(+)-에피클로로히드린)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : (S)-Ephichlorohydrin(CAS No : 67843-74-7)
- 수용해도 : -
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 8.1 mg/kg / 25.8 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 (S),(R)-에피클로로히드린의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 (S),(R)-에피클로로히드린을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 (S),(R)-에피클로로히드린 각각에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 검출기 (FID)

불꽃이온화검출기는 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.

# 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

(S)-에피클로로히드린 (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 메탄올 20 mL를 넣고 (S)-에피클로로히드린(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

(S)-에피클로로히드린 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 1 ~ 20 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. (S)-에피클로로히드린의 농도를 가로축(x 축)에, (S)-에피클로로히드린의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 (S)-에피클로로히드린의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 (S)-에피클로로히드린 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 (S)-에피클로로히드린 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

가. Kumar, C V, Kumar V, P, Kumar, Y. R, Aparna, P, Pratyusha, P, "Enantiomeric Separation of S-Epichlorohydrin and R-Epichlorohydrin by Capillary Gas Chromatography with FID Detector", *American Journal of Analytical Chemistry*, Volume 7, Issue 11, 2016, 772-784

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 25.8mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. (S)-에피클로로히드린의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 |
|---|---|
| 컬럼 | PhenomenCP7502 CP-Chirasil (35m × 0.25mm × 0.25 $\mu$m) |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) |
| 분할비 | 1/10 |
| 주입구 온도 | 220 ℃ |
| 검출기 온도 | 240 ℃ |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) 40.0 / 최종시간 (min.) 30.0 |

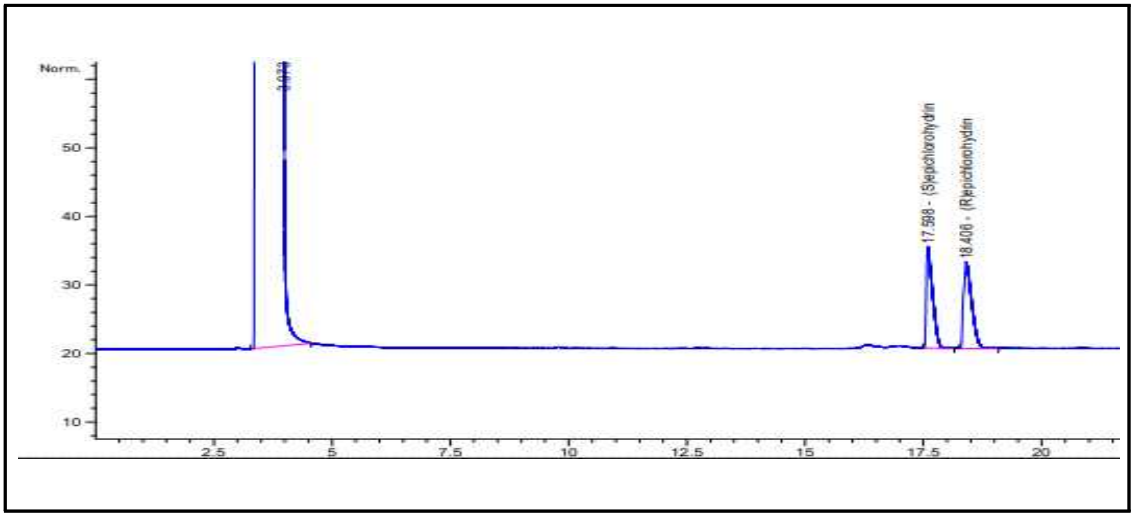



**그림 1. (S),(R)-에피클로로히드린 크로마토그램(예시)**

**표 3. (S)-에피클로로히드린의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9999 | 0.9997 |
| 정확도(%) | 97.8 | 101.4 |
| 정밀도(% RSD) | 3.6 | 0.2 |

# 97-1-198

< 유독물질 지정 내용 >

| 고유번호 | 화학물질의 명칭 |
|---|---|
| 97-1-198 | 염소산 염류[Chloric acid, salts] 및 이를 1% 이상 함유한 혼합물. 다만, 염소산 나트륨[Sodium chlorate; 7775-09-9] 및 염소산 칼륨[Potassium chlorate; 3811-04-9]의 경우 이를 25% 미만 함유한 것은 제외 |

< 분석 대상 물질 >

| 화학물질 명칭(영문) | CAS No | 분석법 | 페이지 |
|---|---|---|---|
| 염소산칼륨(Potassium chlorate) | 3811-04-9 | IC | 579 |
| 염소산나트륨(Sodium chlorate) | 7775-09-9 | IC | 587 |

[97-1-198](유독물질), 62(사고대비물질)

# Potassium chlorate(염소산 칼륨)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Potassium chlorate(CAS No : 3811-04-9)
- 수용해도 : 8.15 g/100mL(25 ℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 25%
- 사고대비물질 혼합물 함량 한계 : 98%
- 분석방법 : IC
- 방법검출한계 및 정량한계 : 346.97 mg/kg / 1 272.0 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 염소산칼륨의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 이온크로마토그래프법으로 시료 중 염소산칼륨을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 염소산칼륨에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 이온크로마토그래프 (IC)

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.

#### 3.1.1 검출기

분석목적 및 성분에 따라 전기전도도 검출기, 전기화학적 검출기 및 광학적 검출기 등이 있으나 일반적으로 음이온 분석에는 전기전도도 검출기를 사용한다.

#### 3.1.2 분리컬럼

유리 또는 에폭시 수지로 만든 관에 이온교환체를 충전시킨 것으로 다음과 같은 것이 있다.

##### 3.1.2.1 억제기형

폴리스틸렌계 페리큐라형 음이온 교환수지(10 $\mu$m ~ 15 $\mu$m)를 컬럼에 충전시킨 것으로서 안지름 3 mm ~ 5 mm, 길이 5 mm ~ 30 mm이다.

#### 3.1.2.2 비억제기형

폴리스틸렌계 페리큐라형 음이온 교환수지(10 $\mu$m ~ 15 $\mu$m), 폴리아크릴계 표면다공성 음이온 교환수지(10 $\mu$m ~ 12.5 $\mu$m) 또는 실리카겔 전다공성형 음이온 교환수지(6 $\mu$m)를 컬럼에 충전시킨 것으로서 안지름 4 mm ~ 6 mm, 길이 5 cm ~ 10 cm 이다.

### 3.1.3 시료 주입부

일반적으로 미량의 시료를 사용하기 때문에 루프-밸브에 의한 주입방식이 많이 이용되며 시료주입량은 보통 10 $\mu$L ~ 100 $\mu$L이다.

### 3.1.4 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.

### 3.1.5 펌프

분리 컬럼 중의 이온교환체의 입자는 약 10 $\mu$m 이하의 매우 작은 입자로서 용리액 및 시료를 고압 하에서 전개시키지 않으면 요구되는 유속을 얻기가 어렵다. 따라서 펌프는 150 kg/cm$^2$ ~ 350 kg/cm$^2$ 압력에서 사용될 수 있어야 하며 시간차에 따른 압력차가 크게 발생하여서는 안 된다.

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 시약

#### 4.1.1 억제기용 재생액(0.05 M $H_2SO_4$)

황산 (sulfuric acid, H2SO4, 분자량 : 98.08) 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.

#### 4.1.2 용리액

#### 4.1.2.1 억제기형 (0.003 M $NaHCO_3$ ~ 0.0024 M $Na_2CO_3$)

탄산수소나트륨 (sodium bicarbonate, NaHCO3, 분자량 : 84.01) 1.008 g과 탄산나트륨 (sodium carbonate, $Na_2CO_3$, 분자량 : 105.99) 1.0175 g을 정제수에 녹여 4 L로 한다.

#### 4.1.2.2 비억제기형(0.0013 M 글루콘산 ~ 0.0013 M $Na_2B_4O_7$)

글루콘산 (gluconic acid, $C_6H_{12}O_7$, 분자량 : 196.2) 1.02 g과 붕산나트륨 (sodium boric acid, Na2B4O7, 분자량 : 201.37) 1.0466 g을 정제수에 녹여 4 L로 한다.

### 4.2 표준용액

#### 4.2.1 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.

#### 4.2.2 표준용액

각 이온의 표준원액을 정제수로 희석하여 사용하며 기기의 분석감도에 따라 적당한 농도로 혼합 조제한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨

가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\overline{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \overline{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

**7.1.1** 시료 약 0.1 g을 정밀하게 달아 100 mL 부피플라스크에 넣고 정제수로 표선까지 채운 후 섞이도록 한다. 필요시 시료량을 조정할 수 있다.

**7.1.2** 시료용액을 0.45 ㎛ 멤브레인 필터 등 으로 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 ㎛ 멤브레인 필터로 여과하여 100 mL 부피플라스크에 모은 후 정제수로 표선을 채워 이를 시험용액으로 한다.

### 7.2 측정법

**7.2.1** 이온크로마토그래프의 전체 시스템을 작동시켜 유속을 1 mL/min ~ 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.

**7.2.2** 펌프의 압력이 일정하게 유지되고 용리액의 전도도 및 기록계의 기준선이 안정화되면 표준용액 및 시료를 각각 주입하여 크로마토그램을 작성하고 각 음이온의 유지시간을 확인한다.

### 7.3 검정곡선의 작성

**7.3.1** 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.

**7.3.2** 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 달라 질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

[주 2] 억제기형의 경우 시료 중에 저급 유기산이 존재하면 음이온의 정량분석을 방해할 수 있다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 음이온의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질 중 음이온의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 음이온의 함량(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 검정곡선에서 얻어진 분석시료의 음이온 농도(mg/L)

$C_0$ : 검정곡선에서 얻어진 방법바탕시료의 음이온 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(1.45)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** 환경부, 수질오염공정시험기준, ES 04350.1b 음이온류-이온크로마토그래피

9.2 KS I ISO 10304-1 ; 2007, 수질 - 이온 크로마토그래피를 이용한 용존 음이온의 측정 - 제1부 : 브롬이온, 염소이온, 불소이온, 질산성 이온, 아질산성 이온, 인산이온, 황산이온의 측정

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 1,272.0 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 염소산칼륨의 이온크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| | |
|---|---|
| Model | Thermo Aqion RF Ion Chromatography system(Thermo) |
| Column | 분석컬럼 : AS18 4 × 250 mm<br>가드컬럼 : AG18 4 × 50 mm |
| Suppressor | ADRS 600, 4 mm |
| Supressor current | 57 mA |
| Eluent | 23 mM Hydroxide |

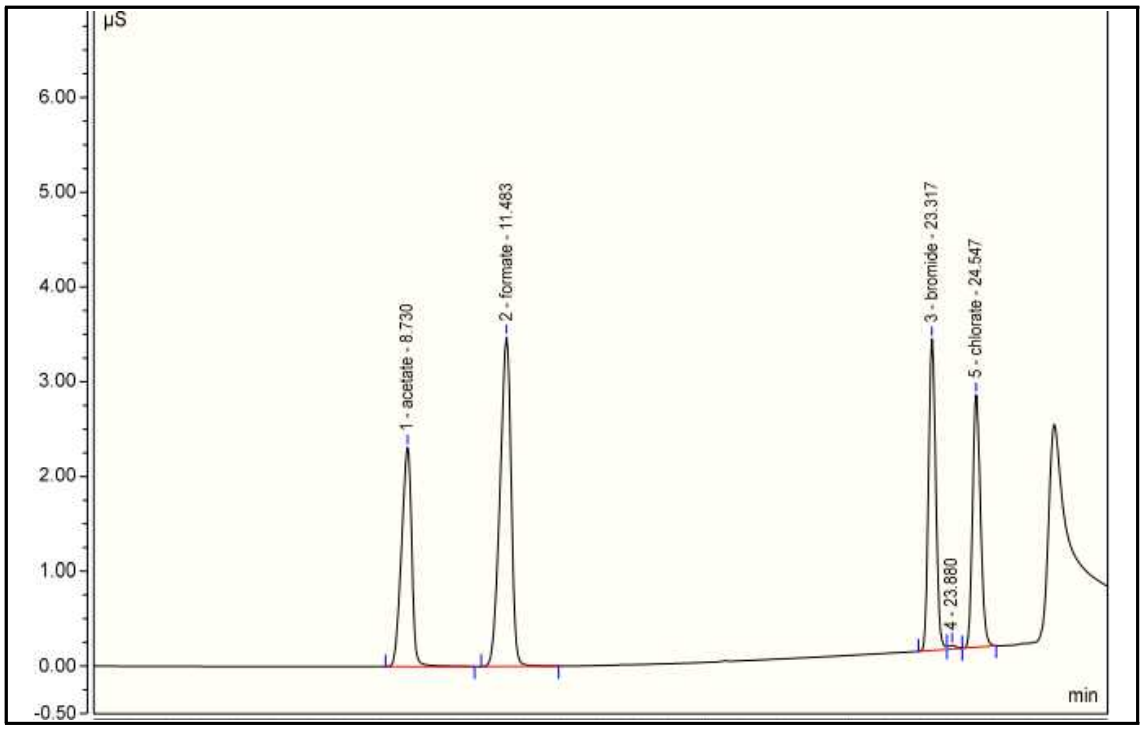



그림 1. 염소산칼륨크로마토그램(예시)

표 3. 염소산칼륨의 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.999 8 | 0.999 5 |
| 정확도(%) | 98.6 | 102.4 |
| 정밀도(% RSD) | 3.8 | 2.6 |

[97-1-198](유독물질), 66(사고대비물질)

# Sodium chlorate(염소산나트륨)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Sodium chlorate(CAS No : 7775-09-9)
- 수용해도 : 105.7 g/.100mL(25 ℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 25%
- 사고대비물질 혼합물 함량 한계 : 98%
- 분석방법 : IC
- 방법검출한계 및 정량한계 : 346.97 mg/kg / 1 105.0 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 염소산나트륨의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 이온크로마토그래프법으로 시료 중 염소산나트륨을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 염소산나트륨에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 이온크로마토그래프 (IC)

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.

#### 3.1.1 검출기

분석목적 및 성분에 따라 전기전도도 검출기, 전기화학적 검출기 및 광학적 검출기 등이 있으나 일반적으로 음이온 분석에는 전기전도도 검출기를 사용한다.

#### 3.1.2 분리컬럼

유리 또는 에폭시 수지로 만든 관에 이온교환체를 충전시킨 것으로 다음과 같은 것이 있다.

##### 3.1.2.1 억제기형

폴리스틸렌계 페리큐라형 음이온 교환수지(10 $\mu$m ~ 15 $\mu$m)를 컬럼에 충전시킨 것으로

서 안지름 3 mm ~ 5 mm, 길이 5 mm ~ 30 mm이다.

#### 3.1.2.2 비억제기형

폴리스틸렌계 페리큐라형 음이온 교환수지(10 $\mu$m ~ 15 $\mu$m), 폴리아크릴계 표면다공성 음이온 교환수지(10 $\mu$m ~ 12.5 $\mu$m) 또는 실리카겔 전다공성형 음이온 교환수지(6 $\mu$m)를 컬럼에 충전시킨 것으로서 안지름 4 mm ~ 6 mm, 길이 5 cm ~ 10 cm 이다.

### 3.1.3 시료 주입부

일반적으로 미량의 시료를 사용하기 때문에 루프-밸브에 의한 주입방식이 많이 이용되며 시료주입량은 보통 10 $\mu$L ~ 100 $\mu$L이다.

### 3.1.4 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.

### 3.1.5 펌프

분리 컬럼 중의 이온교환체의 입자는 약 10 $\mu$m 이하의 매우 작은 입자로서 용리액 및 시료를 고압 하에서 전개시키지 않으면 요구되는 유속을 얻기가 어렵다. 따라서 펌프는 150 kg/cm$^2$ ~ 350 kg/cm$^2$ 압력에서 사용될 수 있어야 하며 시간차에 따른 압력차가 크게 발생하여서는 안 된다.

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 시약

### 4.1.1 억제기용 재생액(0.05 M $H_2SO_4$)

황산 (sulfuric acid, H2SO4, 분자량 : 98.08) 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.

### 4.1.2 용리액

#### 4.1.2.1 억제기형 (0.003 M $NaHCO_3$ ~ 0.0024 M $Na_2CO_3$)

탄산수소나트륨 (sodium bicarbonate, NaHCO3, 분자량 : 84.01) 1.008 g과 탄산나트륨 (sodium carbonate, $Na_2CO_3$, 분자량 : 105.99) 1.0175 g을 정제수에 녹여 4 L로 한다.

#### 4.1.2.2 비억제기형(0.0013 M 글루콘산 ~ 0.0013 M $Na_2B_4O_7$)

글루콘산 (gluconic acid, $C_6H_{12}O_7$, 분자량 : 196.2) 1.02 g과 붕산나트륨 (sodium boric acid, Na2B4O7, 분자량 : 201.37) 1.0466 g을 정제수에 녹여 4 L로 한다.

### 4.2 표준용액

#### 4.2.1 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.

#### 4.2.2 표준용액

각 이온의 표준원액을 정제수로 희석하여 사용하며 기기의 분석감도에 따라 적당한 농도로 혼합 조제한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\overline{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \overline{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

**7.1.1** 시료 약 0.1 g을 정밀하게 달아 100 mL 부피플라스크에 넣고 정제수로 표선까지 채운 후 섞이도록 한다. 필요시 시료량을 조정할 수 있다.

**7.1.2** 시료용액을 0.45 ㎛ 멤브레인 필터 등 으로 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 ㎛ 멤브레인 필터로 여과하여 100 mL 부피플라스크에 모은 후 정제수로 표선을 채워 이를 시험용액으로 한다.

### 7.2 측정법

**7.2.1** 이온크로마토그래프의 전체 시스템을 작동시켜 유속을 1 mL/min ~ 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.

**7.2.2** 펌프의 압력이 일정하게 유지되고 용리액의 전도도 및 기록계의 기준선이 안정화되면 표준용액 및 시료를 각각 주입하여 크로마토그램을 작성하고 각 음이온의 유지시간을 확인한다.

### 7.3 검정곡선의 작성

**7.3.1** 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.

**7.3.2** 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 달라 질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

[주 2] 억제기형의 경우 시료 중에 저급 유기산이 존재하면 음이온의 정량분석을 방해할 수 있다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 음이온의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질 중 음이온의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 음이온의 함량(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 검정곡선에서 얻어진 분석시료의 음이온 농도(mg/L)

$C_0$ : 검정곡선에서 얻어진 방법바탕시료의 음이온 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(1.26)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** 환경부, 수질오염공정시험기준, ES 04350.1b 음이온류-이온크로마토그래피

**9.2** KS I ISO 10304-1 ; 2007, 수질 - 이온 크로마토그래피를 이용한 용존 음이온의 측정 - 제1부 : 브롬이온, 염소이온, 불소이온, 질산성 이온, 아질산성 이온, 인산이온, 황산이온의 측정

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 1,105.0 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 염소산나트륨의 이온크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| | |
|---|---|
| Model | Thermo Aqion RF Ion Chromatography system(Thermo) |
| Column | 분석컬럼 : AS18 4 × 250 mm<br>가드컬럼 : AG18 4 × 50 mm |
| Suppressor | ADRS 600, 4 mm |
| Supressor current | 57 mA |
| Eluent | 23 mM Hydroxide |

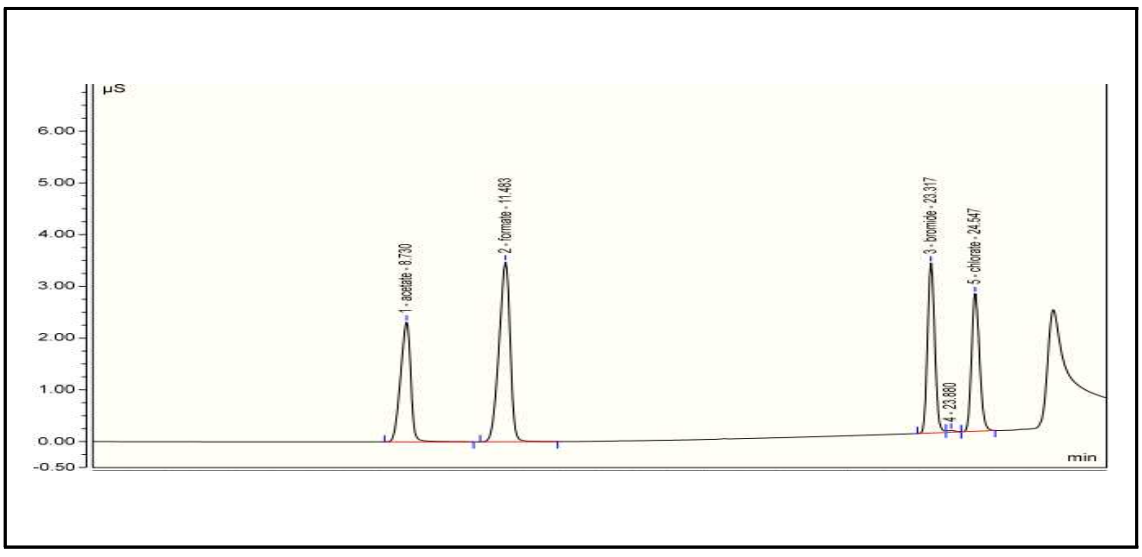



**그림 1. 염소산나트륨 크로마토그램(예시)**

**표 3. 염소산나트륨의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9998 | 0.9995 |
| 정확도(%) | 98.6 | 102.4 |
| 정밀도(% RSD) | 3.8 | 2.6 |

[97-1-219](유독물질), 47(1)(중점관리물질)

# Warfarin(왈파린)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Warfarin(CAS No : 81-81-2)
- 수용해도 : 0.001 7 g/100mL(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : HPLC-UVD
- 방법검출한계 및 정량한계 : 4.90 mg/kg / 15.6 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 왈파린의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 고성능액체크로마토그래프법으로 시료 중 왈파린을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 왈파린에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 고성능액체크로마토그래프 (HPLC)

고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이이검출기, DAD) 또는 형광 검출기로 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 $\mu$L～100 $\mu$L의 범위 내의 것을 사용한다.

고성능액체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

왈파린 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 메탄올 20 mL를 넣고 왈파린(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

왈파린 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.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

왈파린 표준용액(100 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (0.3 ~ 5) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 왈파린의 농도를 가로축(x 축)에, 왈파린의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주입한다. 액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 시료 중 왈파린의 농도를 계산한다.

$$\text{시료 중 분석물질의 농도(\%)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times 10^{-4} \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 왈파린 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 왈파린 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

9.1 Armentano, A, Iammarino, M, Magro, S, L. Muscarella, M, “Validation and application of multi-residue analysis of eight anticoagulant rodenticides by high-performance liquid chromatography with fluorimetric detection Show less “, *Journal of Veterinary Diagnostic Investigation*, Vol 24, Issue 2, 2012, 307-311

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 15.6 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 왈파린의 고성능액체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

<table>
<tr><th>항목</th><th>조 건</th></tr>
<tr><td>컬럼</td><td>$C_{18}$ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm)<br>A : 0.25% acetic acid in water<br>B : 0.25% acetic acid in Methanol</td></tr>
<tr><td>이동상</td><td>
<table>
<tr><th>시간</th><th>A(%)</th><th>B(%)</th></tr>
<tr><td>0 ~ 2</td><td>38</td><td>62</td></tr>
<tr><td>7</td><td>0</td><td>100</td></tr>
<tr><td>13</td><td>0</td><td>100</td></tr>
<tr><td>15</td><td>38</td><td>62</td></tr>
<tr><td>20</td><td>38</td><td>62</td></tr>
</table>
</td></tr>
<tr><td>유속</td><td>1 mL/min</td></tr>
<tr><td>주입량</td><td>10 μL</td></tr>
<tr><td>컬럼 온도</td><td>25 ℃</td></tr>
<tr><td>파장</td><td>300 nm</td></tr>
</table>

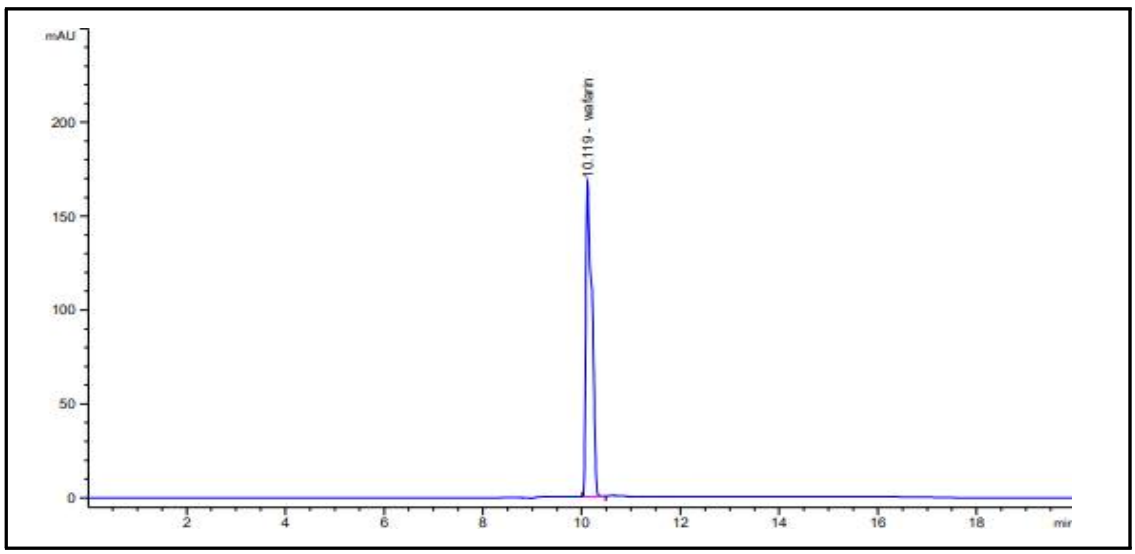



**그림 1. 왈파린 크로마토그램(예시)**

**표 3. 왈파린 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9999 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 95.1 | 97.1 |
| 정밀도(% RSD) | 0.8 | 2.0 |

[97-1-220](유독물질)

# Methyl iodide(요오드화 메틸)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Methyl iodide(CAS No : 74-88-4)
- 수용해도 : 14 g/L(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 120.9 mg/kg / 385.0 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 요오드화 메틸의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래프법으로 시료 중 요오드화 메틸을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 요오드화 메틸에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 나. 검출기 (FID)

불꽃이온화검출기는 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.

## 4. 시약 및 표준용액

아세토니트릴 (Acetonitrile, CH3CN, 분자량 : 31.05)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

요오드화 메틸 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 아세토니트릴 20 mL를 넣고 요오드화 메틸(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 아세토니트릴로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x} \text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 아세토니트릴 또는 적절한 용매를 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

요오드화 메틸 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 10 ~ 200 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 요오드화 메틸의 농도를 가로축(x 축)에, 요오드화 메틸의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의

머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 요오드화 메틸의 농도를 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)

## 9. 참고문헌

9.1. KANNO, S. I, “Determination Method for Methyl Iodide Using Diffusive Sampler and Capillary GC With Thermal Desorption Injector and FID”, *Industrial Health*, Volume 31, Issue 2, 1993, 39-50

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 385mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 요오드화 메틸의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-624<br>(60 m × 0.32 mm × 1.8 μm) | | | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | | | |
| 분할비 | 1/10 | | | | | | |
| 주입구 온도 | 240 ℃ | | | | | | |
| 검출기 온도 | 250 ℃ | | | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 중간온도 (℃) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 2.0 | 5.0 | 100 | 25.0 | 210 | 5 |

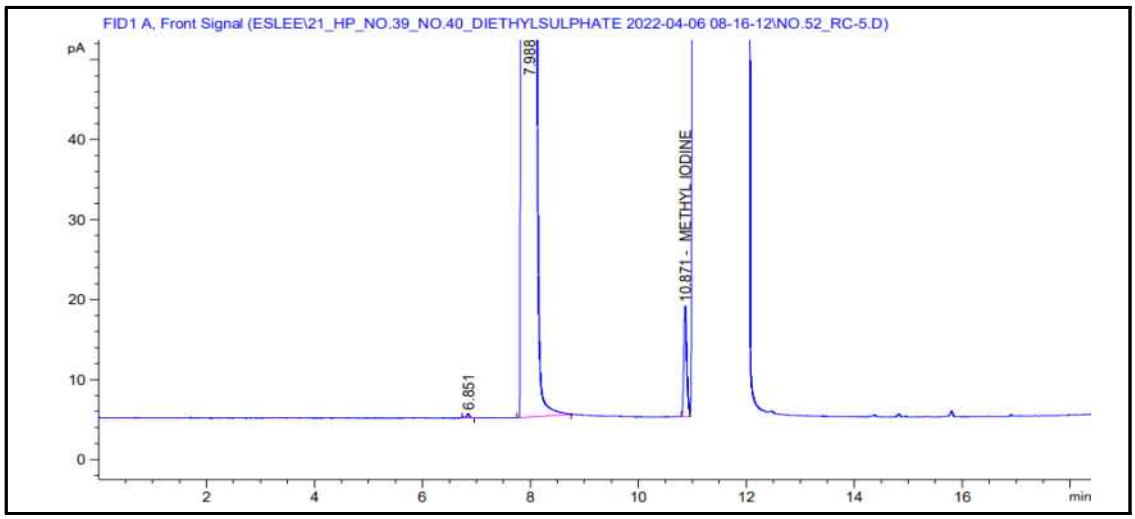



**그림 1. 요오드화 메틸 크로마토그램(예시)**

**표 3. 요오드화 메틸의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9993 | 0.9994 |
| 정확도(%) | 99.8 | 101.5 |
| 정밀도(% RSD) | 3.4 | 2.2 |

[97-1-152](유독물질), 32(중점관리물질), 10(사고대비물질)

# Carbon disulfide(이황화탄소)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Carbon disulfide(CAS No : 75-15-0)
- 수용해도 : 2.17g/L(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 사고대비물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID (GC-MS)
- 방법검출한계 및 정량한계 : 4.0 mg/kg / 12.8 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 이황화탄소의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래프법으로 시료 중 이황화탄소을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 이황화탄소에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 검출기 (FID)

불꽃이온화검출기는 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.

# 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

이황화탄소 (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 메탄올 20 mL를 넣고 이황화탄소(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x} \text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

이황화탄소 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 0.5 ~ 20 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 이황화탄소의 농도를 가로축(x 축)에, 이황화탄소의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 이황화탄소의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 이황화탄소 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 이황화탄소 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌


**9.1.** KS M 8460:2020(확인), 이황화탄소(시약), 한국표준협회

**9.2.** 김기준, 이진선, 이수영, 황승률, 김영희, 석광설, "실험실 GC-MS를 이용한 사고대비 물질 분석방법 연구", *Analytical science & technology*, Volume 26, Issue 1., 2013, 80-85


## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 12.8mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 이황화탄소의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-624 (60 m × 0.32 mm × 1.8 μm) | | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | | |
| 주입구 온도 | 240 ℃ | | | | | |
| 검출기 온도 | 270 ℃ | | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 중간온도 (℃) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) |
| | 40.0 | 2.0 | 5.0 | 210 | 25 | 210 |

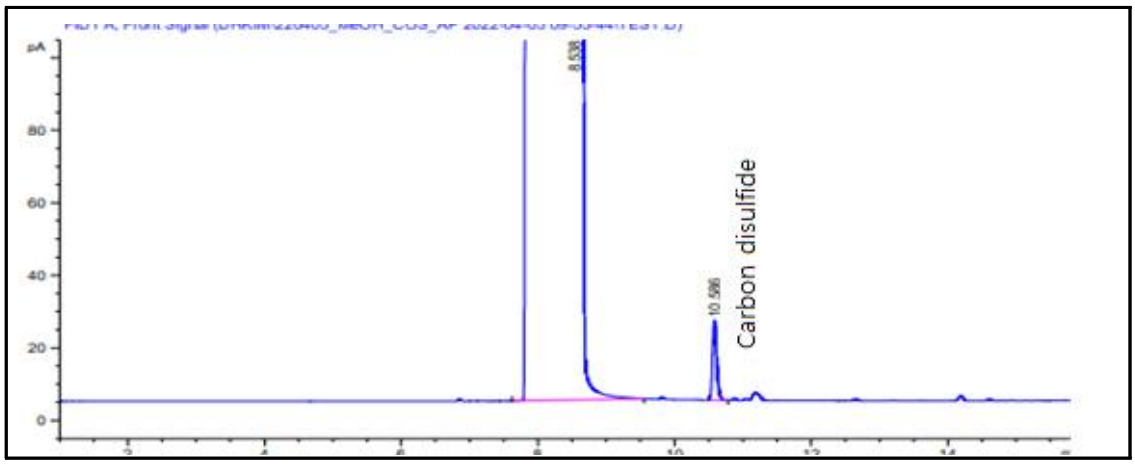



**그림 1. 이황화탄소 크로마토그램(예시)**

**표 3. 이황화탄소의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 (GC-FID) | 시험실 간 시험 결과 (GC-MS) |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9949 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 103.2 | 99.4 |
| 정밀도(% RSD) | 1.5 | 2.2 |

[97-1-241](유독물질), 38(사고대비물질)

# Zinc phosphide(인화아연)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Zinc phosphide(CAS No : 1314-84-7)
- 수용해도 : -
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 사고대비물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 11.46 mg/kg / 36.5 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 아연(97-1-241)을 함유한 인화아연의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

[비고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마-분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

검출 및 측정 방법에 따라 다색화분광기 또는 단색화 장치 모두 사용가능해야 하며 스펙트럼의 띠 통과 (band pass)는 0.05 nm 미만이어야 한다.

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

순도 99.99% 이상 고순도 가스상 또는 액체 아르곤을 사용해야 한다.

#### 3.1.2.3 유량조절기

속도 조절이 가능한 연동펌프 및 아르곤 및 플라즈마 기체의 유속 조절기를 사용해야 한다.

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

라디오고주파 (RF, radio frequency) 발생기는 출력범위 750 W ~ 1,200 W 이상의 것을 사용하며, 이때 사용하는 주파수는 27.12 MHz 또는 40.68 MHz를 사용한다.

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

### 4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질 생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용한다.

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

6.1.1 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를

준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

**7.1.1.1** PFA 또는 TFM 재질의 마이크로파 분해용기에 잘 혼합된 시료를 약 0.2 g(시료의 재형에 따라 0.1 g ~ 0.3 g정도를 선택적으로 채취)을 1 mg 단위까지 정확히 달아 넣는다.

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

[비고] 염산과 과산화수소의 혼산을 선택적으로 첨가가능하며, 분해되지 않거나 시료에 실리카 또는 타이타늄이 함유되어 있을 경우 플루오르화수소산(HF)을 추가적으로 0.5 mL를 넣는다.

**7.1.1.3** 시료와 산류의 반응이 완료되면 밀폐형 분해용기의 뚜껑을 닫고 분해 장치를 조립한 후 마이크로파 분해 장치에 장착한다.

**7.1.1.4** 마이크로파 분해 장치를 사용하여 미리 제시된 온도프로그램에 따라 마이크로파 오븐을 조작하고 시료를 최대한 맑은 용액이 되도록 분해한다.

**7.1.1.5** 분해가 끝난 후 충분히 냉각시킨 후 용기 내에 남아 있는 산 가스를 제거한다.

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.05 ~ 5) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 유도결합플라즈마-분광분석법

플라즈마를 켜고 30분 ~ 60분간 불꽃을 안정화 시킨 후, 장비제조사에서 제공하는 매뉴얼에 따라 해당 표준물질을 사용하여 분석조건을 최적화한다.

**표 1. 유도결합플라즈마-분광분석법에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Zn | 206.200 | 213.857 |
| P | 213.617 | 214.914 |

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 각 금속의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 금속의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \quad \text{(식 1)}$$

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(1.32)

## 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 36.5 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 인화아연의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9997 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 93.4 | 101.8 |
| 정밀도(% RSD) | 1.7 | 3.7 |

[97-1-242](유독물질), 06-4-23(금지물질)

# Aluminum phosphide(인화 알루미늄)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Aluminum phosphide(CAS No : 20859-73-8)
- 수용해도 : -
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 금지물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 30.02 mg/kg / 95.6 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 알루미늄(97-1-242)을 함유한 인화 알루미늄의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라스마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

[비 고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마-분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

검출 및 측정 방법에 따라 다색화분광기 또는 단색화 장치 모두 사용가능해야 하며 스펙트럼의 띠 통과 (band pass)는 0.05 nm 미만이어야 한다.

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 분무기

일반적인 시료의 경우 동심원 형태 분무기 (concentric nebulizer) 또는 직교류 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

순도 99.99% 이상 고순도 가스상 또는 액체 아르곤을 사용해야 한다.

#### 3.1.2.3 유량조절기

속도 조절이 가능한 연동펌프 및 아르곤 및 플라스마 기체의 유속 조절기를 사용해야 한다.

### 3.1.3 유도결합플라스마 발생기

#### 3.1.3.1 무선 주파수 발생기 (RF generator)

무선 주파수 (RF, radio frequency) 발생기는 출력범위 750 W ~ 1,200 W 이상의 것을 사용하며, 이때 사용하는 주파수는 27.12 MHz 또는 40.68 MHz를 사용한다.

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

### 4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질 생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용한다.

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

6.1.1 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또

는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

**7.1.1.1** PFA 또는 TFM 재질의 마이크로파 분해용기에 잘 혼합된 시료를 약 0.2 g(시료의 재형에 따라 0.1 g ~ 0.3 g정도를 선택적으로 채취)을 1 mg 단위까지 정확히 달아 넣는다.

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

[비고] 염산과 과산화수소의 혼산을 선택적으로 첨가가능하며, 분해되지 않거나 시료에 실리카 또는 타이타늄이 함유되어 있을 경우 플루오르화수소산(HF)을 추가적으로 0.5 mL를 넣는다.

**7.1.1.3** 시료와 산류의 반응이 완료되면 밀폐형 분해용기의 뚜껑을 닫고 분해 장치를 조립한 후 마이크로파 분해 장치에 장착한다.

**7.1.1.4** 마이크로파 분해 장치를 사용하여 미리 제시된 온도프로그램에 따라 마이크로파 오븐을 조작하고 시료를 최대한 맑은 용액이 되도록 분해한다.

**7.1.1.5** 분해가 끝난 후 충분히 냉각시킨 후 용기 내에 남아 있는 산 가스를 제거한다.

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.05 ~ 5) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 유도결합플라즈마-분광분석법 분석방법

플라스마를 켜고 30분 ~ 60분간 불꽃을 안정화 시킨 후, 장비제조사에서 제공하는 매뉴얼에 따라 해당 표준물질을 사용하여 분석조건을 최적화한다.

표 1. 유도결합플라즈마-분광분석법에 의한 금속원소별 선택파장

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Al | 396.153 | 308.215 |

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 각 금속의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 금속의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

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(2.15)

## 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 95.6 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 인화 알루미늄의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9991 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 101.7 | 102.5 |
| 정밀도(% RSD) | 1.4 | 2.8 |

[97-1-245](유독물질), 06-4-26(금지물질)

# Thallium nitrate(질산 탈륨)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Thallium nitrate(CAS No : 10102-45-1)
- 수용해도 : 95 g/L(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 금지물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 11.05 mg/kg / 35.2 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 탈륨(97-1-245)을 함유한 질산탈륨의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라스마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

[비 고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마-분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

검출 및 측정 방법에 따라 다색화분광기 또는 단색화 장치 모두 사용가능해야 하며 스펙트럼의 띠 통과 (band pass)는 0.05 nm 미만이어야 한다.

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 분무기

일반적인 시료의 경우 동심원 형태 분무기 (concentric nebulizer) 또는 직교류 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

순도 99.99% 이상 고순도 가스상 또는 액체 아르곤을 사용해야 한다.

#### 3.1.2.3 유량조절기

속도 조절이 가능한 연동펌프 및 아르곤 및 플라스마 기체의 유속 조절기를 사용해야 한다.

### 3.1.3 유도결합플라스마 발생기

#### 3.1.3.1 무선 주파수 발생기 (RF generator)

무선 주파수 (RF, radio frequency) 발생기는 출력범위 750 W ~ 1,200 W 이상의 것을 사용하며, 이때 사용하는 주파수는 27.12 MHz 또는 40.68 MHz를 사용한다.

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질 생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용한다.

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어

야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

**7.1.1.1** PFA 또는 TFM 재질의 마이크로파 분해용기에 잘 혼합된 시료를 약 0.2 g(시료의 재형에 따라 0.1 g ~ 0.3 g정도를 선택적으로 채취)을 1 mg 단위까지 정확히 달아 넣는다.

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

[비고] 염산과 과산화수소의 혼산을 선택적으로 첨가가능하며, 분해되지 않거나 시료에 실리카 또는 타이타늄이 함유되어 있을 경우 플루오르화수소산(HF)을 추가적으로 0.5 mL를 넣는다.

**7.1.1.3** 시료와 산류의 반응이 완료되면 밀폐형 분해용기의 뚜껑을 닫고 분해 장치를 조립한 후 마이크로파 분해 장치에 장착한다.

**7.1.1.4** 마이크로파 분해 장치를 사용하여 미리 제시된 온도프로그램에 따라 마이크로파 오븐을 조작하고 시료를 최대한 맑은 용액이 되도록 분해한다.

**7.1.1.5** 분해가 끝난 후 충분히 냉각시킨 후 용기 내에 남아 있는 산 가스를 제거한다.

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.05 ~ 5) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

### 7.3 유도결합플라즈마-분광분석법 분석방법

플라스마를 켜고 30분 ~ 60분간 불꽃을 안정화 시킨 후, 장비제조사에서 제공하는 매뉴얼에 따라 해당 표준물질을 사용하여 분석조건을 최적화한다.

**표 1. 유도결합플라즈마-분광분석법에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Tl | 190.801 | 276.787 |

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 각 금속의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 금속의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

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(1.3)

### 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 35.2 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 질산탈륨의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9998 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 95.5 | 101.1 |
| 정밀도(% RSD) | 2.1 | 3.1 |

[97-1-260](유독물질), 06-4-33(금지물질)

# Captafol(캡타폴)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Captafol(CAS No : 2425-06-1)
- 수용해도 : 0.0014g/L(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 금지물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 34.7 mg/kg / 110.4 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 캡타폴의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 캡타폴을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 캡타폴에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 검출기: 불꽃이온화검출기(FID, flame ionization detector)

불꽃이온화검출기는 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.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

캡타폴 (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 메탄올 20 mL를 넣고 캡타폴(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1. 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항의 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2.방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항의 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3. 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4. 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5. 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1. 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2. 검정곡선의 작성

캡타폴 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 2 ~ 20 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 캡타폴의 농도를 가로축(x 축)에, 캡타폴의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3. 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 켑타폴의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 켑타폴 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 켑타폴 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

9.1. 식품공전 잔류농약 분석법 실무 해설서

9.2. 살생물제품 함유 살생물물질 함유량 분석 시험방법 자료집, (2019)

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 110.4mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 캡타폴의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-5<br>(30 m × 0.25mm × 0.25 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/20 | | | | |
| 주입구 온도 | 260 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 270 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 2.0 | 10.0 | 300 | 5.0 |

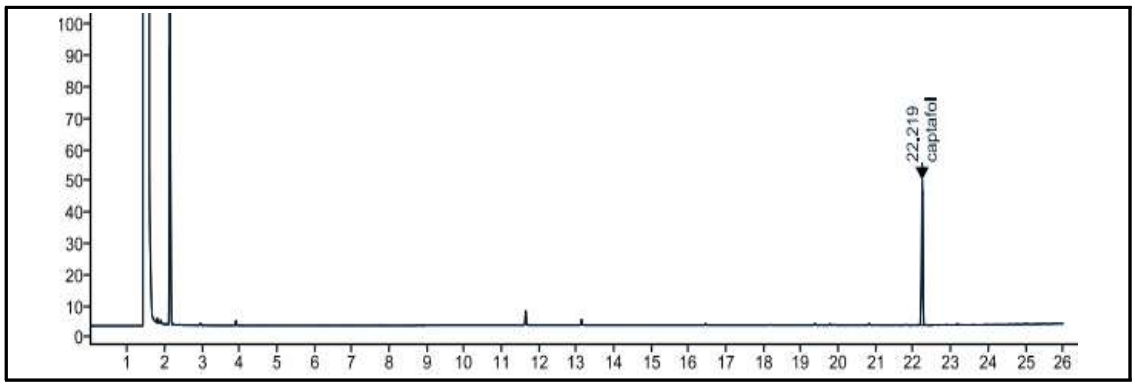



그림 1. 캡타폴 크로마토그램(예시)

**표 3. 캡타폴의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9997 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 96.7 | 103.5 |
| 정밀도(% RSD) | 3.2 | 0.1 |

# 97-1-271

## < 유독물질 지정 내용 >

| 고유번호 | 화학물질의 명칭 |
|---|---|
| 97-1-271 | 크롬산[Chromic acid; 7738-94-5]과 그 염류 및 이를 0.1% 이상 함유한 혼합물 |

## < 분석 대상 물질 >

| 화학물질 명칭(영문) | CAS No | 분석법 | 페이지 |
|---|---|---|---|
| 크롬산칼륨(Potassium chromate) | 7789-00-6 | UV/VIS | 642 |
| 크롬산스트론티움(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 |
| 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 |

[97-1-271](유독물질), 06-5-10(제한물질), 286(중점관리물질)

# Potassium chromate(크롬산 칼륨)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Potassium chromate(CAS No : 7789-00-6)
- 수용해도 : 62.9 g/100 mL (20 ℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 제한물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : UV/Vis
- 방법검출한계 및 정량한계 : 10.30 mg/kg / 32.8 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 6가 크로뮴(97-1-271)을 함유한 크롬산스트론티움, 크롬산칼륨 등 금속화합물을 알칼리 분해하여 시료용액에 함유된 6가 크로뮴과 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.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 자외선/가시선 분광광도계 (UV/VIS)

**3.1.1** 자외선/가시선 분광광도계(UV/VIS)는 광원부, 파장선택부, 시료부 및 측광부로 구성되고 광원부에서 측광부까지의 광학계에는 측정목적에 따라 여러 가지 형식이 있다.

**3.1.2** 광원부의 광원으로 가시부와 근적외부의 광원으로는 주로 텅스텐램프를 사용하고 자외부의 광원으로는 주로 중수소 방정관을 사용한다.

### 3.2 흡수셀

**3.2.1** 시료액의 흡수파장이 약 370 nm이상일 때는 석영 또는 경질유리 흡수셀을 사용하고

약 370 nm이하 일 때는 석영 흡수셀을 사용한다.

3.2.2 따로 흡수셀의 길이를 지정하지 않았을 때는 10 mm셀을 사용한다.

3.2.3 흡수셀에는 시험용액으로 흡수셀을 씻은 다음 셀의 약 80 %까지 넣고 외면이 젖어 있을 때는 깨끗이 닦는다. 필요하면(휘발성 용매를 사용할 때와 같은 경우)흡수셀에 마개를 하고 흡수셀에 방향성이 있을 때는 항상 방향을 일정하게 하여 사용한다.

### 3.3 가열교반장치

분해용액이 (90 ~ 95) ℃에서 유지될 수 있고 연속 자동 교반 능력이 있는 장치를 사용한다.

### 3.4 pH 측정기

pH 범위는 0 ~ 14, 정확도 ± 0.03의 성능을 갖춘 장비를 사용한다.

### 3.5 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.

### 3.6 코니칼 비커

### 3.7 거름종이

0.45 $\mu$m 직경의 셀룰로오즈 또는 폴리카보네이트 막 거름종이

### 3.8 시계접시

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

#### 4.1.1 질산 (Nitric acid, $HNO_3$, (69 ~ 71) %)

#### 4.1.2 탄산나트륨 (Sodium carbonate, $Na_2CO_3$)

#### 4.1.3 수산화나트륨 (Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.4 무수 염화마그네슘 (Magnesium chloride anhydrous, $MgCl_2$)

#### 4.1.5 인산수소칼륨 (potassium monohydrogen phophate, $K_2HPO_4$)

#### 4.1.6 인산이수소칼륨 (Potassium dihydrogen phosphate, $KH_2PO_4$)

#### 4.1.7 인산염 완충용액 pH 7

1 M 인산수소칼륨 용액(4.1.7.1) 61.5 mL와 1 M 인산이수소칼륨(4.1.7.2) 38.5 mL를 혼합하여 제조한다. pH측정기를 이용하여 제조된 완충용액의 pH가 7.0 ± 0.1이어야 한다.

##### 4.1.7.1 인산수소칼륨 용액 1 M

인산수소칼륨(4.1.5) 87.09 g을 정확히 달아 정제수에 녹이고 500 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

##### 4.1.7.2 인산이수소칼륨 용액 1 M

인산이수소칼륨(4.1.6) 68.04 g을 정확히 달아 정제수에 녹이고 500 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

#### 4.1.8 황산 (Sulfuric acid, $H_2SO_4$, (96 ~ 98) %)

#### 4.1.9 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.

#### 4.1.10 다이페닐카바자이드 (Diphenylcarbazide, $C_{16}H_{14}N_4O$)

#### 4.1.11 다이페닐카바자이드 용액 0.5 %

다이페닐카바자이드(4.1.10) 0.25 g을 아세톤 50 mL에 녹여 조제 후 갈색병에 보관한다. 이 조제 후 색이 변하면 사용하지 않는다.

#### 4.1.12 중크롬산칼륨 (Potassium dichromate, $K_2Cr_2O_7$)

### 4.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질 생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용한다.

#### 4.2.1 6가 크로뮴 표준물질 (1,000 mg/L)

#### 4.2.2 6가 크로뮴 표준물질 (100 mg/L)

6가 크로뮴 표준물질(1,000 mg/L) (4.2.1) 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 취한 후 정제수로 표선까지 정확히 맞춘다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

### 7.1.1 알칼리 분해

**7.1.1.1** 시료 2.5 g을 정확히 달아 250 mL용량의 비커 또는 코니컬 비커에 담는다.

**7.1.1.2** 각각의 시료에 알칼리 분해용액 50 mL를 넣어준 후 염화마그네슘 0.4 g과 인산염 완충액 0.5 mL를 첨가한다.

**7.1.1.3** 비커에 시계접시 또는 플라스틱 덮개를 덮고, (90 ~ 95) ℃를 유지하면서 1시간 동안 교반한다.

**7.1.1.4** 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.

**7.1.1.5** 10 % 황산을 이용하여 pH를 (2.0 ± 0.5)로 맞춘다. 필요시에는 필터로 여과하고, 색이 있는 경우 C18 카트리지를 사용하여 여과한다.

**7.1.1.6** 위 용액에 다이페닐카바자이드 용액 2 mL을 넣고 정제수로 표선을 맞춘 다음 몇 번 뒤집어 섞은 후 5분 ~ 10분간 방치하여 발색시킨다.

**7.1.1.7** 발색시킨 용액 적당량을 셀로 취한 후 540 nm에서 흡광도를 측정한다.

## 7.2 검정곡선의 작성

**7.2.1** 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 mL을 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.

**7.2.2** 이하 7.1.1.7 과 같은 방법으로 측정하여 금속의 농도와 측정값으로부터 검정곡선을 작성한다.

**7.2.3** 6가 크로뮴의 농도(mg/L)를 가로축(x 축)에, 흡광도를 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

## 7.3 측정법

**7.3.1** 전처리 및 발색과정을 거친 시험용액은 자외선 분광광도계를 이용하여 540 nm의 파장에서 측정한다.

**7.3.2** 시료에서 측정한 6가 크로뮴의 측정값을 검정곡선의 y 값에 대입하여 농도(mg/L)를 계산한다.

시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 6가 크로뮴의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 6가 크로뮴의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 6가 크로뮴의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 6가 크로뮴의 농도(mg/L)

$C_0$ : 바탕시료의 6가 크로뮴의 농도(mg/L)

ƒ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

환산계수 : 금속 화합물 추정치 계산을 위한 환산계수(3.73)

## 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

**9.1** Method 3060A : Alkaline digestion for hexavalent chromium (1996. 12.)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 32.8 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 크롬산칼륨의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9969 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 105.7 | 99.6 |
| 정밀도(% RSD) | 1.6 | 0.9 |

[97-1-271](유독물질), 06-5-10(제한물질), 287(중점관리물질)

# Strontium chromate(크롬산스트론티움)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Strontium chromate(CAS No : 7789-06-2)
- 수용해도 : 0.12 g/100 mL (15 ℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 제한물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : UV/Vis
- 방법검출한계 및 정량한계 : 10.80 mg/kg / 34.4 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 6가 크로뮴(97-1-271)을 함유한 크롬산스트론티움, 크롬산칼륨 등 금속화합물을 알칼리 분해하여 시료용액에 함유된 6가 크로뮴과 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.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 자외선/가시선 분광광도계 (UV/VIS)

**3.1.1** 자외선/가시선 분광광도계(UV/VIS)는 광원부, 파장선택부, 시료부 및 측광부로 구성되고 광원부에서 측광부까지의 광학계에는 측정목적에 따라 여러 가지 형식이 있다.

**3.1.2** 광원부의 광원으로 가시부와 근적외부의 광원으로는 주로 텅스텐램프를 사용하고 자외부의 광원으로는 주로 중수소 방정관을 사용한다.

### 3.2 흡수셀

**3.2.1** 시료액의 흡수파장이 약 370 nm이상일 때는 석영 또는 경질유리 흡수셀을 사용하고

약 370 nm이하 일 때는 석영 흡수셀을 사용한다.

3.2.2 따로 흡수셀의 길이를 지정하지 않았을 때는 10 mm셀을 사용한다.

3.2.3 흡수셀에는 시험용액으로 흡수셀을 씻은 다음 셀의 약 80 %까지 넣고 외면이 젖어 있을 때는 깨끗이 닦는다. 필요하면(휘발성 용매를 사용할 때와 같은 경우)흡수셀에 마개를 하고 흡수셀에 방향성이 있을 때는 항상 방향을 일정하게 하여 사용한다.

### 3.3 가열교반장치

분해용액이 (90 ~ 95) ℃에서 유지될 수 있고 연속 자동 교반 능력이 있는 장치를 사용한다.

### 3.4 pH 측정기

pH 범위는 0 ~ 14, 정확도 ± 0.03의 성능을 갖춘 장비를 사용한다.

### 3.5 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.

### 3.6 코니칼 비커

### 3.7 거름종이

0.45 $\mu$m 직경의 셀룰로오즈 또는 폴리카보네이트 막 거름종이

### 3.8 시계접시

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

#### 4.1.1 질산 (Nitric acid, $HNO_3$, (69 ~ 71) %)

#### 4.1.2 탄산나트륨 (Sodium carbonate, $Na_2CO_3$)

#### 4.1.3 수산화나트륨 (Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.4 무수 염화마그네슘 (Magnesium chloride anhydrous, $MgCl_2$)

#### 4.1.5 인산수소칼륨 (potassium monohydrogen phophate, $K_2HPO_4$)

#### 4.1.6 인산이수소칼륨 (Potassium dihydrogen phosphate, $KH_2PO_4$)

#### 4.1.7 인산염 완충용액 pH 7

1 M 인산수소칼륨 용액(4.1.7.1) 61.5 mL와 1 M 인산이수소칼륨(4.1.7.2) 38.5 mL를 혼합하여 제조한다. pH측정기를 이용하여 제조된 완충용액의 pH가 7.0 ± 0.1이어야 한다.

##### 4.1.7.1 인산수소칼륨 용액 1 M

인산수소칼륨(4.1.5) 87.09 g을 정확히 달아 정제수에 녹이고 500 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

##### 4.1.7.2 인산이수소칼륨 용액 1 M

인산이수소칼륨(4.1.6) 68.04 g을 정확히 달아 정제수에 녹이고 500 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

#### 4.1.8 황산 (Sulfuric acid, $H_2SO_4$, (96 ~ 98) %)

#### 4.1.9 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.

#### 4.1.10 다이페닐카바자이드 (Diphenylcarbazide, $C_{16}H_{14}N_4O$)

#### 4.1.11 다이페닐카바자이드 용액 0.5 %

다이페닐카바자이드(4.1.10) 0.25 g을 아세톤 50 mL에 녹여 조제 후 갈색병에 보관한다. 이 조제 후 색이 변하면 사용하지 않는다.

#### 4.1.12 중크롬산칼륨 (Potassium dichromate, $K_2Cr_2O_7$)

### 4.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질 생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용한다.

#### 4.2.1 6가 크로뮴 표준물질 (1,000 mg/L)

#### 4.2.2 6가 크로뮴 표준물질 (100 mg/L)

6가 크로뮴 표준물질(1,000 mg/L) (4.2.1) 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 취한 후 정제수로 표선까지 정확히 맞춘다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절

차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

#### 7.1.1 알칼리 분해

**7.1.1.1** 시료 2.5 g을 정확히 달아 250 mL용량의 비커 또는 코니컬 비커에 담는다.

7.1.1.2 각각의 시료에 알칼리 분해용액 50 mL를 넣어준 후 염화마그네슘 0.4 g과 인산염 완충액 0.5 mL를 첨가한다.

7.1.1.3 비커에 시계접시 또는 플라스틱 덮개를 덮고, (90 ~ 95) ℃를 유지하면서 1시간 동안 교반한다.

7.1.1.4 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.

7.1.1.5 10 % 황산을 이용하여 pH를 (2.0 ± 0.5)로 맞춘다. 필요시에는 필터로 여과하고, 색이 있는 경우 C18 카트리지를 사용하여 여과한다.

7.1.1.6 위 용액에 다이페닐카바자이드 용액 2 mL을 넣고 정제수로 표선을 맞춘 다음 몇 번 뒤집어 섞은 후 5분 ~ 10분간 방치하여 발색시킨다.

7.1.1.7 발색시킨 용액 적당량을 셀로 취한 후 540 nm에서 흡광도를 측정한다.

## 7.2 검정곡선의 작성

7.2.1 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 mL을 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.

7.2.2 이하 7.1.1.7 과 같은 방법으로 측정하여 금속의 농도와 측정값으로부터 검정곡선을 작성한다.

7.2.3 6가 크로뮴의 농도(mg/L)를 가로축(x 축)에, 흡광도를 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

## 7.3 측정법

7.3.1 전처리 및 발색과정을 거친 시험용액은 자외선 분광광도계를 이용하여 540 nm의 파장에서 측정한다.

7.3.2 시료에서 측정한 6가 크로뮴의 측정값을 검정곡선의 y 값에 대입하여 농도(mg/L)를 계산한다.

시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 6가 크로뮴의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 6가 크로뮴의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 6가 크로뮴의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

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(3.92)

### 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

9.1 Method 3060A : Alkaline digestion for hexavalent chromium (1996. 12.)

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 34.4 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 크롬산스트론티움의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9969 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 105.7 | 99.6 |
| 정밀도(% RSD) | 1.6 | 0.9 |

[97-1-271](유독물질), 06-5-10(제한물질), 263(중점관리물질)

# Sodium chromate(크롬산 나트륨)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Sodium chromate(CAS No : 7775-11-3)
- 수용해도 : 84.5 g/100 mL (25 ℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 제한물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : UV/Vis
- 방법검출한계 및 정량한계 : 8.60 mg/kg / 27.4 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 6가 크로뮴(97-1-271)을 함유한 크롬산스트론티움, 크롬산칼륨 등 금속화합물을 알칼리 분해하여 시료용액에 함유된 6가 크로뮴과 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.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 자외선/가시선 분광광도계 (UV/VIS)

**3.1.1** 자외선/가시선 분광광도계(UV/VIS)는 광원부, 파장선택부, 시료부 및 측광부로 구성되고 광원부에서 측광부까지의 광학계에는 측정목적에 따라 여러 가지 형식이 있다.

**3.1.2** 광원부의 광원으로 가시부와 근적외부의 광원으로는 주로 텅스텐램프를 사용하고 자외부의 광원으로는 주로 중수소 방정관을 사용한다.

### 3.2 흡수셀

3.2.1 시료액의 흡수파장이 약 370 nm이상일 때는 석영 또는 경질유리 흡수셀을 사용하고 약 370 nm이하 일 때는 석영 흡수셀을 사용한다.

3.2.2 따로 흡수셀의 길이를 지정하지 않았을 때는 10 mm셀을 사용한다.

3.2.3 흡수셀에는 시험용액으로 흡수셀을 씻은 다음 셀의 약 80 %까지 넣고 외면이 젖어 있을 때는 깨끗이 닦는다. 필요하면(휘발성 용매를 사용할 때와 같은 경우)흡수셀에 마개를 하고 흡수셀에 방향성이 있을 때는 항상 방향을 일정하게 하여 사용한다.

### 3.3 가열교반장치

분해용액이 (90 ~ 95) ℃에서 유지될 수 있고 연속 자동 교반 능력이 있는 장치를 사용한다.

### 3.4 pH 측정기

pH 범위는 0 ~ 14, 정확도 ± 0.03의 성능을 갖춘 장비를 사용한다.

### 3.5 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.

### 3.6 코니칼 비커

### 3.7 거름종이

0.45 $\mu$m 직경의 셀룰로오즈 또는 폴리카보네이트 막 거름종이

### 3.8 시계접시

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

#### 4.1.1 질산 (Nitric acid, $HNO_3$, (69 ~ 71) %)

#### 4.1.2 탄산나트륨 (Sodium carbonate, $Na_2CO_3$)

#### 4.1.3 수산화나트륨 (Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.4 무수 염화마그네슘 (Magnesium chloride anhydrous, $MgCl_2$)

#### 4.1.5 인산수소칼륨 (potassium monohydrogen phophate, $K_2HPO_4$)

#### 4.1.6 인산이수소칼륨 (Potassium dihydrogen phosphate, $KH_2PO_4$)

#### 4.1.7 인산염 완충용액 pH 7

1 M 인산수소칼륨 용액(4.1.7.1) 61.5 mL와 1 M 인산이수소칼륨(4.1.7.2) 38.5 mL를 혼합하여 제조한다. pH측정기를 이용하여 제조된 완충용액의 pH가 7.0 ± 0.1이어야 한다.

##### 4.1.7.1 인산수소칼륨 용액 1 M

인산수소칼륨(4.1.5) 87.09 g을 정확히 달아 정제수에 녹이고 500 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

##### 4.1.7.2 인산이수소칼륨 용액 1 M

인산이수소칼륨(4.1.6) 68.04 g을 정확히 달아 정제수에 녹이고 500 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

#### 4.1.8 황산 (Sulfuric acid, $H_2SO_4$, (96 ~ 98) %)

#### 4.1.9 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.

#### 4.1.10 다이페닐카바자이드 (Diphenylcarbazide, $C_{16}H_{14}N_4O$)

#### 4.1.11 다이페닐카바자이드 용액 0.5 %

다이페닐카바자이드(4.1.10) 0.25 g을 아세톤 50 mL에 녹여 조제 후 갈색병에 보관한다. 이 조제 후 색이 변하면 사용하지 않는다.

#### 4.1.12 중크롬산칼륨 (Potassium dichromate, $K_2Cr_2O_7$)

### 4.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질 생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용한다.

#### 4.2.1 6가 크로뮴 표준물질 (1,000 mg/L)

#### 4.2.2 6가 크로뮴 표준물질 (100 mg/L)

6가 크로뮴 표준물질(1,000 mg/L) (4.2.1) 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 취한 후 정제수로 표선까지 정확히 맞춘다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

#### 7.1.1 알칼리 분해

7.1.1.1 시료 2.5 g을 정확히 달아 250 mL용량의 비커 또는 코니컬 비커에 담는다.

7.1.1.2 각각의 시료에 알칼리 분해용액 50 mL를 넣어준 후 염화마그네슘 0.4 g과 인산염 완충액 0.5 mL를 첨가한다.

7.1.1.3 비커에 시계접시 또는 플라스틱 덮개를 덮고, (90 ~ 95) ℃를 유지하면서 1시간 동안 교반한다.

7.1.1.4 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.

7.1.1.5 10 % 황산을 이용하여 pH를 (2.0 ± 0.5)로 맞춘다. 필요시에는 필터로 여과하고, 색이 있는 경우 C18 카트리지를 사용하여 여과한다.

7.1.1.6 위 용액에 다이페닐카바자이드 용액 2 mL을 넣고 정제수로 표선을 맞춘 다음 몇 번 뒤집어 섞은 후 5분 ~ 10분간 방치하여 발색시킨다.

7.1.1.7 발색시킨 용액 적당량을 셀로 취한 후 540 nm에서 흡광도를 측정한다.

## 7.2 검정곡선의 작성

7.2.1 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 mL을 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.

7.2.2 이하 7.1.1.7 과 같은 방법으로 측정하여 금속의 농도와 측정값으로부터 검정곡선을 작성한다.

7.2.3 6가 크로뮴의 농도(mg/L)를 가로축(x 축)에, 흡광도를 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

## 7.3 측정법

7.3.1 전처리 및 발색과정을 거친 시험용액은 자외선 분광광도계를 이용하여 540 nm의 파장에서 측정한다.

7.3.2 시료에서 측정한 6가 크로뮴의 측정값을 검정곡선의 y 값에 대입하여 농도(mg/L)를 계산한다.시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

# 8. 결과보고

### 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 6가 크로뮴의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 6가 크로뮴의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 6가 크로뮴의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

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(3.12)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** Method 3060A : Alkaline digestion for hexavalent chromium (1996. 12.)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 27.4 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 크롬산나트륨의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9969 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 105.7 | 99.6 |
| 정밀도(% RSD) | 1.6 | 0.9 |

[97-1-271](유독물질), 06-5-10(제한물질), 438(중점관리물질)

# Calcium chromate(크롬산 칼슘)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Calcium chromate(CAS No : 13765-19-0)
- 수용해도 : 2.25 g/100 mL (20 ℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 제한물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : UV/Vis
- 방법검출한계 및 정량한계 : 8.26 mg/kg / 26.3 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 6가 크로뮴(97-1-271)을 함유한 크롬산스트론티움, 크롬산칼륨 등 금속화합물을 알칼리 분해하여 시료용액에 함유된 6가 크로뮴과 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.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 자외선/가시선 분광광도계 (UV/VIS)

3.1.1 자외선/가시선 분광광도계(UV/VIS)는 광원부, 파장선택부, 시료부 및 측광부로 구성되고 광원부에서 측광부까지의 광학계에는 측정목적에 따라 여러 가지 형식이 있다.

3.1.2 광원부의 광원으로 가시부와 근적외부의 광원으로는 주로 텅스텐램프를 사용하고 자외부의 광원으로는 주로 중수소 방정관을 사용한다.

### 3.2 흡수셀

3.2.1 시료액의 흡수파장이 약 370 nm이상일 때는 석영 또는 경질유리 흡수셀을 사용하고 약 370 nm이하 일 때는 석영 흡수셀을 사용한다.

3.2.2 따로 흡수셀의 길이를 지정하지 않았을 때는 10 mm셀을 사용한다.

3.2.3 흡수셀에는 시험용액으로 흡수셀을 씻은 다음 셀의 약 80 %까지 넣고 외면이 젖어 있을 때는 깨끗이 닦는다. 필요하면(휘발성 용매를 사용할 때와 같은 경우)흡수셀에 마개를 하고 흡수셀에 방향성이 있을 때는 항상 방향을 일정하게 하여 사용한다.

### 3.3 가열교반장치

분해용액이 (90 ~ 95) ℃에서 유지될 수 있고 연속 자동 교반 능력이 있는 장치를 사용한다.

### 3.4 pH 측정기

pH 범위는 0 ~ 14, 정확도 ± 0.03의 성능을 갖춘 장비를 사용한다.

### 3.5 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.

### 3.6 코니칼 비커

### 3.7 거름종이

0.45 $\mu$m 직경의 셀룰로오즈 또는 폴리카보네이트 막 거름종이

### 3.8 시계접시

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

#### 4.1.1 질산 (Nitric acid, $HNO_3$, (69 ~ 71) %)

#### 4.1.2 탄산나트륨 (Sodium carbonate, $Na_2CO_3$)

#### 4.1.3 수산화나트륨 (Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.4 무수 염화마그네슘 (Magnesium chloride anhydrous, $MgCl_2$)

#### 4.1.5 인산수소칼륨 (potassium monohydrogen phophate, $K_2HPO_4$)

#### 4.1.6 인산이수소칼륨 (Potassium dihydrogen phosphate, $KH_2PO_4$)

#### 4.1.7 인산염 완충용액 pH 7

1 M 인산수소칼륨 용액(4.1.7.1) 61.5 mL와 1 M 인산이수소칼륨(4.1.7.2) 38.5 mL를 혼합하여 제조한다. pH측정기를 이용하여 제조된 완충용액의 pH가 7.0 ± 0.1이어야 한다.

##### 4.1.7.1 인산수소칼륨 용액 1 M

인산수소칼륨(4.1.5) 87.09 g을 정확히 달아 정제수에 녹이고 500 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

##### 4.1.7.2 인산이수소칼륨 용액 1 M

인산이수소칼륨(4.1.6) 68.04 g을 정확히 달아 정제수에 녹이고 500 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

#### 4.1.8 황산 (Sulfuric acid, $H_2SO_4$, (96 ~ 98) %)

#### 4.1.9 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.

#### 4.1.10 다이페닐카바자이드 (Diphenylcarbazide, $C_{16}H_{14}N_4O$)

#### 4.1.11 다이페닐카바자이드 용액 0.5 %

다이페닐카바자이드(4.1.10) 0.25 g을 아세톤 50 mL에 녹여 조제 후 갈색병에 보관한다. 이 조제 후 색이 변하면 사용하지 않는다.

#### 4.1.12 중크롬산칼륨 (Potassium dichromate, $K_2Cr_2O_7$)

### 4.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질 생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용한다.

#### 4.2.1 6가 크로뮴 표준물질 (1,000 mg/L)

#### 4.2.2 6가 크로뮴 표준물질 (100 mg/L)

6가 크로뮴 표준물질(1,000 mg/L) (4.2.1) 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 취한 후 정제수로 표선까지 정확히 맞춘다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

#### 7.1.1 알칼리 분해

7.1.1.1 시료 2.5 g을 정확히 달아 250 mL용량의 비커 또는 코니컬 비커에 담는다.

7.1.1.2 각각의 시료에 알칼리 분해용액 50 mL를 넣어준 후 염화마그네슘 0.4 g과 인산염 완충액 0.5 mL를 첨가한다.

7.1.1.3 비커에 시계접시 또는 플라스틱 덮개를 덮고, (90 ~ 95) ℃를 유지하면서 1시간 동안 교반한다.

7.1.1.4 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.

7.1.1.5 10 % 황산을 이용하여 pH를 (2.0 ± 0.5)로 맞춘다. 필요시에는 필터로 여과하고, 색이 있는 경우 C18 카트리지를 사용하여 여과한다.

7.1.1.6 위 용액에 다이페닐카바자이드 용액 2 mL을 넣고 정제수로 표선을 맞춘 다음 몇 번 뒤집어 섞은 후 5분 ~ 10분간 방치하여 발색시킨다.

7.1.1.7 발색시킨 용액 적당량을 셀로 취한 후 540 nm에서 흡광도를 측정한다.

## 7.2 검정곡선의 작성

7.2.1 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 mL을 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.

7.2.2 이하 7.1.1.7 과 같은 방법으로 측정하여 금속의 농도와 측정값으로부터 검정곡선을 작성한다.

7.2.3 6가 크로뮴의 농도(mg/L)를 가로축(x 축)에, 흡광도를 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

## 7.3 측정법

7.3.1 전처리 및 발색과정을 거친 시험용액은 자외선 분광광도계를 이용하여 540 nm의 파장에서 측정한다.

7.3.2 시료에서 측정한 6가 크로뮴의 측정값을 검정곡선의 y 값에 대입하여 농도(mg/L)를 계산한다.

시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 6가 크로뮴의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 6가 크로뮴의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 6가 크로뮴의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

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(3.00)

### 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

9.1 Method 3060A : Alkaline digestion for hexavalent chromium (1996. 12.)

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 26.3 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 크롬산칼슘의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9969 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 105.7 | 99.6 |
| 정밀도(% RSD) | 1.6 | 0.9 |

[97-1-271](유독물질), 06-5-10(제한물질), 321(중점관리물질)

# Barium chromate(크롬산 바륨)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Barium chromate(CAS No : 10294-40-3)
- 수용해도 : 0.277 5 mg/100 mL (20 ℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 제한물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : UV/Vis
- 방법검출한계 및 정량한계 : 13.44 mg/kg / 42.8 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 6가 크로뮴(97-1-271)을 함유한 크롬산스트론티움, 크롬산칼륨 등 금속화합물을 알칼리 분해하여 시료용액에 함유된 6가 크로뮴과 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.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 자외선/가시선 분광광도계 (UV/VIS)

**3.1.1** 자외선/가시선 분광광도계(UV/VIS)는 광원부, 파장선택부, 시료부 및 측광부로 구성되고 광원부에서 측광부까지의 광학계에는 측정목적에 따라 여러 가지 형식이 있다.

**3.1.2** 광원부의 광원으로 가시부와 근적외부의 광원으로는 주로 텅스텐램프를 사용하고 자외부의 광원으로는 주로 중수소 방정관을 사용한다.

### 3.2 흡수셀

**3.2.1** 시료액의 흡수파장이 약 370 nm이상일 때는 석영 또는 경질유리 흡수셀을 사용하고 약 370 nm이하 일 때는 석영 흡수셀을 사용한다.

**3.2.2** 따로 흡수셀의 길이를 지정하지 않았을 때는 10 mm셀을 사용한다.

**3.2.3** 흡수셀에는 시험용액으로 흡수셀을 씻은 다음 셀의 약 80 %까지 넣고 외면이 젖어 있을 때는 깨끗이 닦는다. 필요하면(휘발성 용매를 사용할 때와 같은 경우)흡수셀에 마개를 하고 흡수셀에 방향성이 있을 때는 항상 방향을 일정하게 하여 사용한다.

### 3.3 가열교반장치

분해용액이 (90 ~ 95) ℃에서 유지될 수 있고 연속 자동 교반 능력이 있는 장치를 사용한다.

### 3.4 pH 측정기

pH 범위는 0 ~ 14, 정확도 ± 0.03의 성능을 갖춘 장비를 사용한다.

### 3.5 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.

### 3.6 코니칼 비커

### 3.7 거름종이

0.45 $\mu$m 직경의 셀룰로오즈 또는 폴리카보네이트 막 거름종이

### 3.8 시계접시

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

#### 4.1.1 질산 (Nitric acid, $HNO_3$, (69 ~ 71) %)

#### 4.1.2 탄산나트륨 (Sodium carbonate, $Na_2CO_3$)

#### 4.1.3 수산화나트륨 (Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.4 무수 염화마그네슘 (Magnesium chloride anhydrous, $MgCl_2$)

#### 4.1.5 인산수소칼륨 (potassium monohydrogen phophate, $K_2HPO_4$)

#### 4.1.6 인산이수소칼륨 (Potassium dihydrogen phosphate, $KH_2PO_4$)

#### 4.1.7 인산염 완충용액 pH 7

1 M 인산수소칼륨 용액(4.1.7.1) 61.5 mL와 1 M 인산이수소칼륨(4.1.7.2) 38.5 mL를 혼합하여 제조한다. pH측정기를 이용하여 제조된 완충용액의 pH가 7.0 ± 0.1이어야 한다.

##### 4.1.7.1 인산수소칼륨 용액 1 M

인산수소칼륨(4.1.5) 87.09 g을 정확히 달아 정제수에 녹이고 500 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

##### 4.1.7.2 인산이수소칼륨 용액 1 M

인산이수소칼륨(4.1.6) 68.04 g을 정확히 달아 정제수에 녹이고 500 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

#### 4.1.8 황산 (Sulfuric acid, $H_2SO_4$, (96 ~ 98) %)

#### 4.1.9 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.

#### 4.1.10 다이페닐카바자이드 (Diphenylcarbazide, $C_{16}H_{14}N_4O$)

#### 4.1.11 다이페닐카바자이드 용액 0.5 %

다이페닐카바자이드(4.1.10) 0.25 g을 아세톤 50 mL에 녹여 조제 후 갈색병에 보관한다. 이 조제 후 색이 변하면 사용하지 않는다.

#### 4.1.12 중크롬산칼륨 (Potassium dichromate, $K_2Cr_2O_7$)

### 4.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질 생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용한다.

#### 4.2.1 6가 크로뮴 표준물질 (1,000 mg/L)

#### 4.2.2 6가 크로뮴 표준물질 (100 mg/L)

6가 크로뮴 표준물질(1,000 mg/L) (4.2.1) 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 취한 후 정제수로 표선까지 정확히 맞춘다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

### 7.1.1 알칼리 분해

**7.1.1.1** 시료 2.5 g을 정확히 달아 250 mL용량의 비커 또는 코니컬 비커에 담는다.

**7.1.1.2** 각각의 시료에 알칼리 분해용액 50 mL를 넣어준 후 염화마그네슘 0.4 g과 인산염 완충액 0.5 mL를 첨가한다.

**7.1.1.3** 비커에 시계접시 또는 플라스틱 덮개를 덮고, (90 ~ 95) ℃를 유지하면서 1시간 동안 교반한다.

**7.1.1.4** 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.

**7.1.1.5** 10 % 황산을 이용하여 pH를 (2.0 ± 0.5)로 맞춘다. 필요시에는 필터로 여과하고, 색이 있는 경우 C18 카트리지를 사용하여 여과한다.

**7.1.1.6** 위 용액에 다이페닐카바자이드 용액 2 mL을 넣고 정제수로 표선을 맞춘 다음 몇 번 뒤집어 섞은 후 5분 ~ 10분간 방치하여 발색시킨다.

**7.1.1.7** 발색시킨 용액 적당량을 셀로 취한 후 540 nm에서 흡광도를 측정한다.

## 7.2 검정곡선의 작성

**7.2.1** 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 mL을 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.

**7.2.2** 이하 7.1.1.7 과 같은 방법으로 측정하여 금속의 농도와 측정값으로부터 검정곡선을 작성한다.

**7.2.3** 6가 크로뮴의 농도(mg/L)를 가로축(x 축)에, 흡광도를 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

## 7.3 측정법

**7.3.1** 전처리 및 발색과정을 거친 시험용액은 자외선 분광광도계를 이용하여 540 nm의 파장에서 측정한다.

**7.3.2** 시료에서 측정한 6가 크로뮴의 측정값을 검정곡선의 y 값에 대입하여 농도(mg/L)를 계산한다.

시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 6가 크로뮴의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 6가 크로뮴의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 6가 크로뮴의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

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(4.87)

### 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

9.1 Method 3060A : Alkaline digestion for hexavalent chromium (1996. 12.)

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 42.8 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 크롬산바륨의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9969 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 105.7 | 99.6 |
| 정밀도(% RSD) | 1.6 | 0.9 |

[97-1-271](유독물질), 06-5-10(제한물질), 434(중점관리물질)

# Zinc chromate(크롬산 아연)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Zinc chromate(CAS No : 13530-65-9)
- 수용해도 : insoluble
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 제한물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : UV/Vis
- 방법검출한계 및 정량한계 : 9.61 mg/kg / 30.6 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 6가 크로뮴(97-1-271)을 함유한 크롬산스트론티움, 크롬산 칼륨 등 금속화합물을 알칼리 분해하여 시료용액에 함유된 6가 크로뮴과 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.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 자외선/가시선 분광광도계 (UV/VIS)

3.1.1 자외선/가시선 분광광도계(UV/VIS)는 광원부, 파장선택부, 시료부 및 측광부로 구성되고 광원부에서 측광부까지의 광학계에는 측정목적에 따라 여러 가지 형식이 있다.

3.1.2 광원부의 광원으로 가시부와 근적외부의 광원으로는 주로 텅스텐램프를 사용하고 자외부의 광원으로는 주로 중수소 방정관을 사용한다.

### 3.2 흡수셀

3.2.1 시료액의 흡수파장이 약 370 nm이상일 때는 석영 또는 경질유리 흡수셀을 사용하고

약 370 nm이하 일 때는 석영 흡수셀을 사용한다.

3.2.2 따로 흡수셀의 길이를 지정하지 않았을 때는 10 mm셀을 사용한다.

3.2.3 흡수셀에는 시험용액으로 흡수셀을 씻은 다음 셀의 약 80 %까지 넣고 외면이 젖어 있을 때는 깨끗이 닦는다. 필요하면(휘발성 용매를 사용할 때와 같은 경우)흡수셀에 마개를 하고 흡수셀에 방향성이 있을 때는 항상 방향을 일정하게 하여 사용한다.

### 3.3 가열교반장치

분해용액이 (90 ~ 95) ℃에서 유지될 수 있고 연속 자동 교반 능력이 있는 장치를 사용한다.

### 3.4 pH 측정기

pH 범위는 0 ~ 14, 정확도 ± 0.03의 성능을 갖춘 장비를 사용한다.

### 3.5 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.

### 3.6 코니칼 비커

### 3.7 거름종이

0.45 $\mu$m 직경의 셀룰로오즈 또는 폴리카보네이트 막 거름종이

### 3.8 시계접시

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

#### 4.1.1 질산 (Nitric acid, $HNO_3$, (69 ~ 71) %)

#### 4.1.2 탄산나트륨 (Sodium carbonate, $Na_2CO_3$)

#### 4.1.3 수산화나트륨 (Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.4 무수 염화마그네슘 (Magnesium chloride anhydrous, $MgCl_2$)

#### 4.1.5 인산수소칼륨 (potassium monohydrogen phophate, $K_2HPO_4$)

#### 4.1.6 인산이수소칼륨 (Potassium dihydrogen phosphate, $KH_2PO_4$)

#### 4.1.7 인산염 완충용액 pH 7

1 M 인산수소칼륨 용액(4.1.7.1) 61.5 mL와 1 M 인산이수소칼륨(4.1.7.2) 38.5 mL를 혼합하여 제조한다. pH측정기를 이용하여 제조된 완충용액의 pH가 7.0 ± 0.1이어야 한다.

##### 4.1.7.1 인산수소칼륨 용액 1 M

인산수소칼륨(4.1.5) 87.09 g을 정확히 달아 정제수에 녹이고 500 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

##### 4.1.7.2 인산이수소칼륨 용액 1 M

인산이수소칼륨(4.1.6) 68.04 g을 정확히 달아 정제수에 녹이고 500 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

#### 4.1.8 황산 (Sulfuric acid, $H_2SO_4$, (96 ~ 98) %)

#### 4.1.9 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.

#### 4.1.10 다이페닐카바자이드 (Diphenylcarbazide, $C_{16}H_{14}N_4O$)

#### 4.1.11 다이페닐카바자이드 용액 0.5 %

다이페닐카바자이드(4.1.10) 0.25 g을 아세톤 50 mL에 녹여 조제 후 갈색병에 보관한다. 이 조제 후 색이 변하면 사용하지 않는다.

#### 4.1.12 중크롬산칼륨 (Potassium dichromate, $K_2Cr_2O_7$)

### 4.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질 생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용한다.

#### 4.2.1 6가 크로뮴 표준물질 (1,000 mg/L)

#### 4.2.2 6가 크로뮴 표준물질 (100 mg/L)

6가 크로뮴 표준물질(1,000 mg/L) (4.2.1) 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 취한 후 정제수로 표선까지 정확히 맞춘다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절

차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

#### 7.1.1 알칼리 분해

**7.1.1.1** 시료 2.5 g을 정확히 달아 250 mL용량의 비커 또는 코니컬 비커에 담는다.

7.1.1.2 각각의 시료에 알칼리 분해용액 50 mL를 넣어준 후 염화마그네슘 0.4 g과 인산염 완충액 0.5 mL를 첨가한다.

7.1.1.3 비커에 시계접시 또는 플라스틱 덮개를 덮고, (90 ~ 95) ℃를 유지하면서 1시간 동안 교반한다.

7.1.1.4 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.

7.1.1.5 10 % 황산을 이용하여 pH를 (2.0 ± 0.5)로 맞춘다. 필요시에는 필터로 여과하고, 색이 있는 경우 C18 카트리지를 사용하여 여과한다.

7.1.1.6 위 용액에 다이페닐카바자이드 용액 2 mL을 넣고 정제수로 표선을 맞춘 다음 몇 번 뒤집어 섞은 후 5분 ~ 10분간 방치하여 발색시킨다.

7.1.1.7 발색시킨 용액 적당량을 셀로 취한 후 540 nm에서 흡광도를 측정한다.

## 7.2 검정곡선의 작성

7.2.1 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 mL을 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.

7.2.2 이하 7.1.1.7 과 같은 방법으로 측정하여 금속의 농도와 측정값으로부터 검정곡선을 작성한다.

7.2.3 6가 크로뮴의 농도(mg/L)를 가로축(x 축)에, 흡광도를 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

## 7.3 측정법

7.3.1 전처리 및 발색과정을 거친 시험용액은 자외선 분광광도계를 이용하여 540 nm의 파장에서 측정한다.

7.3.2 시료에서 측정한 6가 크로뮴의 측정값을 검정곡선의 y 값에 대입하여 농도(mg/L)를 계산한다. 시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 6가 크로뮴의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 6가 크로뮴의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 6가 크로뮴의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

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(3.49)

### 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

9.1 Method 3060A : Alkaline digestion for hexavalent chromium (1996. 12.)

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 30.6 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 아연크롬산의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9969 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 105.7 | 99.6 |
| 정밀도(% RSD) | 1.6 | 0.9 |

[97-1-271](유독물질), 06-5-10(제한물질)

# Sodium chromate tetrahydrate(크롬산 나트륨 사수화물)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Sodium chromate tetrahydrate(CAS No : 10034-82-9)
- 수용해도 : 873 g/L (20 ℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 제한물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : UV/Vis
- 방법검출한계 및 정량한계 : 12.40 mg/kg / 39.5 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 6가 크로뮴(97-1-271)을 함유한 크롬산스트론티움, 크롬산칼륨 등 금속화합물을 알칼리 분해하여 시료용액에 함유된 6가 크로뮴과 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.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 자외선/가시선 분광광도계 (UV/VIS)

**3.1.1** 자외선/가시선 분광광도계(UV/VIS)는 광원부, 파장선택부, 시료부 및 측광부로 구성되고 광원부에서 측광부까지의 광학계에는 측정목적에 따라 여러 가지 형식이 있다.

**3.1.2** 광원부의 광원으로 가시부와 근적외부의 광원으로는 주로 텅스텐램프를 사용하고 자외부의 광원으로는 주로 중수소 방정관을 사용한다.

### 3.2 흡수셀

**3.2.1** 시료액의 흡수파장이 약 370 nm이상일 때는 석영 또는 경질유리 흡수셀을 사용하고 약 370 nm이하 일 때는 석영 흡수셀을 사용한다.

3.2.2 따로 흡수셀의 길이를 지정하지 않았을 때는 10 mm셀을 사용한다.

3.2.3 흡수셀에는 시험용액으로 흡수셀을 씻은 다음 셀의 약 80 %까지 넣고 외면이 젖어 있을 때는 깨끗이 닦는다. 필요하면(휘발성 용매를 사용할 때와 같은 경우)흡수셀에 마개를 하고 흡수셀에 방향성이 있을 때는 항상 방향을 일정하게 하여 사용한다.

### 3.3 가열교반장치

분해용액이 (90 ~ 95) ℃에서 유지될 수 있고 연속 자동 교반 능력이 있는 장치를 사용한다.

### 3.4 pH 측정기

pH 범위는 0 ~ 14, 정확도 ± 0.03의 성능을 갖춘 장비를 사용한다.

### 3.5 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.

### 3.6 코니칼 비커

### 3.7 거름종이

0.45 $\mu$m 직경의 셀룰로오즈 또는 폴리카보네이트 막 거름종이

### 3.8 시계접시

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

#### 4.1.1 질산 (Nitric acid, $HNO_3$, (69 ~ 71) %)

#### 4.1.2 탄산나트륨 (Sodium carbonate, $Na_2CO_3$)

#### 4.1.3 수산화나트륨 (Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.4 무수 염화마그네슘 (Magnesium chloride anhydrous, $MgCl_2$)

#### 4.1.5 인산수소칼륨 (potassium monohydrogen phophate, $K_2HPO_4$)

#### 4.1.6 인산이수소칼륨 (Potassium dihydrogen phosphate, $KH_2PO_4$)

#### 4.1.7 인산염 완충용액 pH 7

1 M 인산수소칼륨 용액(4.1.7.1) 61.5 mL와 1 M 인산이수소칼륨(4.1.7.2) 38.5 mL를 혼합하여 제조한다. pH측정기를 이용하여 제조된 완충용액의 pH가 7.0 ± 0.1이어야 한다.

##### 4.1.7.1 인산수소칼륨 용액 1 M

인산수소칼륨(4.1.5) 87.09 g을 정확히 달아 정제수에 녹이고 500 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

##### 4.1.7.2 인산이수소칼륨 용액 1 M

인산이수소칼륨(4.1.6) 68.04 g을 정확히 달아 정제수에 녹이고 500 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

#### 4.1.8 황산 (Sulfuric acid, $H_2SO_4$, (96 ~ 98) %)

#### 4.1.9 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.

#### 4.1.10 다이페닐카바자이드 (Diphenylcarbazide, $C_{16}H_{14}N_4O$)

#### 4.1.11 다이페닐카바자이드 용액 0.5 %

다이페닐카바자이드(4.1.10) 0.25 g을 아세톤 50 mL에 녹여 조제 후 갈색병에 보관한다. 이 조제 후 색이 변하면 사용하지 않는다.

#### 4.1.12 중크롬산칼륨 (Potassium dichromate, $K_2Cr_2O_7$)

### 4.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질 생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용한다.

#### 4.2.1 6가 크로뮴 표준물질 (1,000 mg/L)

#### 4.2.2 6가 크로뮴 표준물질 (100 mg/L)

6가 크로뮴 표준물질(1,000 mg/L) (4.2.1) 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 취한 후 정제수로

표선까지 정확히 맞춘다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

#### 7.1.1 알칼리 분해

**7.1.1.1** 시료 2.5 g을 정확히 달아 250 mL용량의 비커 또는 코니컬 비커에 담는다.

**7.1.1.2** 각각의 시료에 알칼리 분해용액 50 mL를 넣어준 후 염화마그네슘 0.4 g과 인산염 완충액 0.5 mL를 첨가한다.

7.1.1.3 비커에 시계접시 또는 플라스틱 덮개를 덮고, (90 ~ 95) ℃를 유지하면서 1시간 동안 교반한다.

7.1.1.4 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.

7.1.1.5 10 % 황산을 이용하여 pH를 (2.0 ± 0.5)로 맞춘다. 필요시에는 필터로 여과하고, 색이 있는 경우 C18 카트리지를 사용하여 여과한다.

7.1.1.6 위 용액에 다이페닐카바자이드 용액 2 mL을 넣고 정제수로 표선을 맞춘 다음 몇 번 뒤집어 섞은 후 5분 ~ 10분간 방치하여 발색시킨다.

7.1.1.7 발색시킨 용액 적당량을 셀로 취한 후 540 nm에서 흡광도를 측정한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

7.2.1 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 mL을 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.

7.2.2 이하 7.1.1.7 과 같은 방법으로 측정하여 금속의 농도와 측정값으로부터 검정곡선을 작성한다.

7.2.3 6가 크로뮴의 농도(mg/L)를 가로축(x 축)에, 흡광도를 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정법

7.3.1 전처리 및 발색과정을 거친 시험용액은 자외선 분광광도계를 이용하여 540 nm의 파장에서 측정한다.

7.3.2 시료에서 측정한 6가 크로뮴의 측정값을 검정곡선의 y 값에 대입하여 농도(mg/L)를 계산한다. 시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 6가 크로뮴의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 6가 크로

뮴의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 6가 크로뮴의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \quad \text{(식 1)}$$

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(4.50)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** Method 3060A : Alkaline digestion for hexavalent chromium (1996. 12.)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 39.5 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 크롬산나트륨 (사수화물)의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9969 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 105.7 | 99.6 |
| 정밀도(% RSD) | 1.6 | 0.9 |

[97-1-271](유독물질), 06-5-10(제한물질), 261(중점관리물질)

# Lead chromate; Lead(II) chromate(크롬산납)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Lead chromate(CAS No : 7758-97-6)
- 수용해도 : negligible
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 제한물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : UV/Vis
- 방법검출한계 및 정량한계 : 17.14 mg/kg / 54.6 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 6가 크로뮴(97-1-271)을 함유한 크롬산스트론티움, 크롬산칼륨 등 금속화합물을 알칼리 분해하여 시료용액에 함유된 6가 크로뮴과 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.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 자외선/가시선 분광광도계 (UV/VIS)

**3.1.1** 자외선/가시선 분광광도계(UV/VIS)는 광원부, 파장선택부, 시료부 및 측광부로 구성되고 광원부에서 측광부까지의 광학계에는 측정목적에 따라 여러 가지 형식이 있다.

**3.1.2** 광원부의 광원으로 가시부와 근적외부의 광원으로는 주로 텅스텐램프를 사용하고 자외부의 광원으로는 주로 중수소 방정관을 사용한다.

### 3.2 흡수셀

**3.2.1** 시료액의 흡수파장이 약 370 nm이상일 때는 석영 또는 경질유리 흡수셀을 사용하고

약 370 nm이하 일 때는 석영 흡수셀을 사용한다.

3.2.2 따로 흡수셀의 길이를 지정하지 않았을 때는 10 mm셀을 사용한다.

3.2.3 흡수셀에는 시험용액으로 흡수셀을 씻은 다음 셀의 약 80 %까지 넣고 외면이 젖어 있을 때는 깨끗이 닦는다. 필요하면(휘발성 용매를 사용할 때와 같은 경우)흡수셀에 마개를 하고 흡수셀에 방향성이 있을 때는 항상 방향을 일정하게 하여 사용한다.

### 3.3 가열교반장치

분해용액이 (90 ~ 95) ℃에서 유지될 수 있고 연속 자동 교반 능력이 있는 장치를 사용한다.

### 3.4 pH 측정기

pH 범위는 0 ~ 14, 정확도 ± 0.03의 성능을 갖춘 장비를 사용한다.

### 3.5 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.

### 3.6 코니칼 비커

### 3.7 거름종이

0.45 $\mu$m 직경의 셀룰로오즈 또는 폴리카보네이트 막 거름종이

### 3.8 시계접시

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

#### 4.1.1 질산 (Nitric acid, $HNO_3$, (69 ~ 71) %)

#### 4.1.2 탄산나트륨 (Sodium carbonate, $Na_2CO_3$)

#### 4.1.3 수산화나트륨 (Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.4 무수 염화마그네슘 (Magnesium chloride anhydrous, $MgCl_2$)

#### 4.1.5 인산수소칼륨 (potassium monohydrogen phophate, $K_2HPO_4$)

#### 4.1.6 인산이수소칼륨 (Potassium dihydrogen phosphate, $KH_2PO_4$)

#### 4.1.7 인산염 완충용액 pH 7

1 M 인산수소칼륨 용액(4.1.7.1) 61.5 mL와 1 M 인산이수소칼륨(4.1.7.2) 38.5 mL를 혼합하여 제조한다. pH측정기를 이용하여 제조된 완충용액의 pH가 7.0 ± 0.1이어야 한다.

##### 4.1.7.1 인산수소칼륨 용액 1 M

인산수소칼륨(4.1.5) 87.09 g을 정확히 달아 정제수에 녹이고 500 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

##### 4.1.7.2 인산이수소칼륨 용액 1 M

인산이수소칼륨(4.1.6) 68.04 g을 정확히 달아 정제수에 녹이고 500 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

#### 4.1.8 황산 (Sulfuric acid, $H_2SO_4$, (96 ~ 98) %)

#### 4.1.9 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.

#### 4.1.10 다이페닐카바자이드 (Diphenylcarbazide, $C_{16}H_{14}N_4O$)

#### 4.1.11 다이페닐카바자이드 용액 0.5 %

다이페닐카바자이드(4.1.10) 0.25 g을 아세톤 50 mL에 녹여 조제 후 갈색병에 보관한다. 이 조제 후 색이 변하면 사용하지 않는다.

#### 4.1.12 중크롬산칼륨 (Potassium dichromate, $K_2Cr_2O_7$)

### 4.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질 생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용한다.

#### 4.2.1 6가 크로뮴 표준물질 (1,000 mg/L)

#### 4.2.2 6가 크로뮴 표준물질 (100 mg/L)

6가 크로뮴 표준물질(1,000 mg/L) (4.2.1) 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 취한 후 정제수로 표선까지 정확히 맞춘다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절

차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

#### 7.1.1 알칼리 분해

**7.1.1.1** 시료 2.5 g을 정확히 달아 250 mL용량의 비커 또는 코니컬 비커에 담는다.

**7.1.1.2** 각각의 시료에 알칼리 분해용액 50 mL를 넣어준 후 염화마그네슘 0.4 g과 인산염 완

충액 0.5 mL를 첨가한다.

7.1.1.3 비커에 시계접시 또는 플라스틱 덮개를 덮고, (90 ~ 95) ℃를 유지하면서 1시간 동안 교반한다.

7.1.1.4 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.

7.1.1.5 10 % 황산을 이용하여 pH를 (2.0 ± 0.5)로 맞춘다. 필요시에는 필터로 여과하고, 색이 있는 경우 C18 카트리지를 사용하여 여과한다.

7.1.1.6 위 용액에 다이페닐카바자이드 용액 2 mL을 넣고 정제수로 표선을 맞춘 다음 몇 번 뒤집어 섞은 후 5분 ~ 10분간 방치하여 발색시킨다.

7.1.1.7 발색시킨 용액 적당량을 셀로 취한 후 540 nm에서 흡광도를 측정한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

7.2.1 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 mL을 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.

7.2.2 이하 7.1.1.7 과 같은 방법으로 측정하여 금속의 농도와 측정값으로부터 검정곡선을 작성한다.

7.2.3 6가 크로뮴의 농도(mg/L)를 가로축(x 축)에, 흡광도를 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정법

7.3.1 전처리 및 발색과정을 거친 시험용액은 자외선 분광광도계를 이용하여 540 nm의 파장에서 측정한다.

7.3.2 시료에서 측정한 6가 크로뮴의 측정값을 검정곡선의 y 값에 대입하여 농도(mg/L)를 계산한다. 시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 6가 크로뮴의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 6가 크로뮴의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 6가 크로뮴의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

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(6.22)

### 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

9.1 Method 3060A : Alkaline digestion for hexavalent chromium (1996. 12.)

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 54.6 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 크롬산납의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9969 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 105.7 | 99.6 |
| 정밀도(% RSD) | 1.6 | 0.9 |

[97-1-271](유독물질), 06-5-10(제한물질), 285(중점관리물질)

# Ammonium chromate(크롬산 암모늄)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Ammonium chromate(CAS No : 7788-98-9)
- 수용해도 : 37.36 mg/100 mL (25 ℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 제한물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : UV/Vis
- 방법검출한계 및 정량한계 : 8.04 mg/kg / 25.6 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 6가 크로뮴(97-1-271)을 함유한 크롬산스트론티움, 크롬산칼륨 등 금속화합물을 알칼리 분해하여 시료용액에 함유된 6가 크로뮴과 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.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 자외선/가시선 분광광도계 (UV/VIS)

**3.1.1** 자외선/가시선 분광광도계(UV/VIS)는 광원부, 파장선택부, 시료부 및 측광부로 구성되고 광원부에서 측광부까지의 광학계에는 측정목적에 따라 여러 가지 형식이 있다.

**3.1.2** 광원부의 광원으로 가시부와 근적외부의 광원으로는 주로 텅스텐램프를 사용하고 자외부의 광원으로는 주로 중수소 방정관을 사용한다.

### 3.2 흡수셀

**3.2.1** 시료액의 흡수파장이 약 370 nm이상일 때는 석영 또는 경질유리 흡수셀을 사용하고

약 370 nm이하 일 때는 석영 흡수셀을 사용한다.

3.2.2 따로 흡수셀의 길이를 지정하지 않았을 때는 10 mm셀을 사용한다.

3.2.3 흡수셀에는 시험용액으로 흡수셀을 씻은 다음 셀의 약 80 %까지 넣고 외면이 젖어 있을 때는 깨끗이 닦는다. 필요하면(휘발성 용매를 사용할 때와 같은 경우)흡수셀에 마개를 하고 흡수셀에 방향성이 있을 때는 항상 방향을 일정하게 하여 사용한다.

### 3.3 가열교반장치

분해용액이 (90 ~ 95) ℃에서 유지될 수 있고 연속 자동 교반 능력이 있는 장치를 사용한다.

### 3.4 pH 측정기

pH 범위는 0 ~ 14, 정확도 ± 0.03의 성능을 갖춘 장비를 사용한다.

### 3.5 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.

### 3.6 코니칼 비커

### 3.7 거름종이

0.45 $\mu$m 직경의 셀룰로오즈 또는 폴리카보네이트 막 거름종이

### 3.8 시계접시

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

#### 4.1.1 질산 (Nitric acid, $HNO_3$, (69 ~ 71) %)

#### 4.1.2 탄산나트륨 (Sodium carbonate, $Na_2CO_3$)

#### 4.1.3 수산화나트륨 (Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.4 무수 염화마그네슘 (Magnesium chloride anhydrous, $MgCl_2$)

#### 4.1.5 인산수소칼륨 (potassium monohydrogen phophate, $K_2HPO_4$)

#### 4.1.6 인산이수소칼륨 (Potassium dihydrogen phosphate, $KH_2PO_4$)

#### 4.1.7 인산염 완충용액 pH 7

1 M 인산수소칼륨 용액(4.1.7.1) 61.5 mL와 1 M 인산이수소칼륨(4.1.7.2) 38.5 mL를 혼합하여 제조한다. pH측정기를 이용하여 제조된 완충용액의 pH가 7.0 ± 0.1이어야 한다.

##### 4.1.7.1 인산수소칼륨 용액 1 M

인산수소칼륨(4.1.5) 87.09 g을 정확히 달아 정제수에 녹이고 500 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

##### 4.1.7.2 인산이수소칼륨 용액 1 M

인산이수소칼륨(4.1.6) 68.04 g을 정확히 달아 정제수에 녹이고 500 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

#### 4.1.8 황산 (Sulfuric acid, $H_2SO_4$, (96 ~ 98) %)

#### 4.1.9 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.

#### 4.1.10 다이페닐카바자이드 (Diphenylcarbazide, $C_{16}H_{14}N_4O$)

#### 4.1.11 다이페닐카바자이드 용액 0.5 %

다이페닐카바자이드(4.1.10) 0.25 g을 아세톤 50 mL에 녹여 조제 후 갈색병에 보관한다. 이 조제 후 색이 변하면 사용하지 않는다.

#### 4.1.12 중크롬산칼륨 (Potassium dichromate, $K_2Cr_2O_7$)

### 4.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질 생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용한다.

#### 4.2.1 6가 크로뮴 표준물질 (1,000 mg/L)

#### 4.2.2 6가 크로뮴 표준물질 (100 mg/L)

6가 크로뮴 표준물질(1,000 mg/L) (4.2.1) 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 취한 후 정제수로 표선까지 정확히 맞춘다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절

차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

#### 7.1.1 알칼리 분해

**7.1.1.1** 시료 2.5 g을 정확히 달아 250 mL용량의 비커 또는 코니컬 비커에 담는다.

7.1.1.2 각각의 시료에 알칼리 분해용액 50 mL를 넣어준 후 염화마그네슘 0.4 g과 인산염 완충액 0.5 mL를 첨가한다.

7.1.1.3 비커에 시계접시 또는 플라스틱 덮개를 덮고, (90 ~ 95) ℃를 유지하면서 1시간 동안 교반한다.

7.1.1.4 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.

7.1.1.5 10 % 황산을 이용하여 pH를 (2.0 ± 0.5)로 맞춘다. 필요시에는 필터로 여과하고, 색이 있는 경우 C18 카트리지를 사용하여 여과한다.

7.1.1.6 위 용액에 다이페닐카바자이드 용액 2 mL을 넣고 정제수로 표선을 맞춘 다음 몇 번 뒤집어 섞은 후 5분 ~ 10분간 방치하여 발색시킨다.

7.1.1.7 발색시킨 용액 적당량을 셀로 취한 후 540 nm에서 흡광도를 측정한다.

## 7.2 검정곡선의 작성

7.2.1 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 mL을 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.

7.2.2 이하 7.1.1.7 과 같은 방법으로 측정하여 금속의 농도와 측정값으로부터 검정곡선을 작성한다.

7.2.3 6가 크로뮴의 농도(mg/L)를 가로축(x 축)에, 흡광도를 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

## 7.3 측정법

7.3.1 전처리 및 발색과정을 거친 시험용액은 자외선 분광광도계를 이용하여 540 nm의 파장에서 측정한다.

7.3.2 시료에서 측정한 6가 크로뮴의 측정값을 검정곡선의 y 값에 대입하여 농도(mg/L)를 계산한다. 시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

# 8. 결과보고

### 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 6가 크로뮴의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 6가 크로뮴의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 6가 크로뮴의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

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(2.92)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** Method 3060A : Alkaline digestion for hexavalent chromium (1996. 12.)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 25.6 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 크롬산암모늄의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9969 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 105.7 | 99.6 |
| 정밀도(% RSD) | 1.6 | 0.9 |

[97-1-297](유독물질), 06-5-12(제한물질), 110(중점관리물질)

# Tetrachloroethylene(테트라클로로에틸렌)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Tetrachloroethylene(CAS No : 127-18-4)
- 수용해도 : 0.15 g/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 제한물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 21.4 mg/kg / 68.0 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 테트라클로로에틸렌의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 테트라클로로에틸렌을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 테트라클로로에틸렌에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 검출기: FID

불꽃이온화검출기는 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.

# 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

테트라클로로에틸렌 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 메탄올 20 mL를 넣고 테트라클로로에틸렌(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 20 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

테트라클로로에틸렌 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 1 ~ 50 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 테트라클로로에틸렌의 농도를 가로축(x 축)에, 테트라클로로에틸렌의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 테트라클로로에틸렌의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 테트라클로로에틸렌 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 테트라클로로에틸렌 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌


9.1 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정 (화학물질안전원 고시 제2024-30호)

9.2 Ohno, H, Kawamura, Y, “Analysis of Acrylonitrile, 1,3-Butadiene, and Related Compounds in Acrylonitrile-Butadiene-Styrene Copolymers for Kitchen Utensils and Children’s Toys by Headspace Gas Chromatography/Mass Spectrometry”, *Journal of AOAC INTERNATIONAL*, Volume 93, Issue 6, 2010, 1965-1971

9.3 Aromatic and halogenated volatiles, EPA Method 8021B

9.4 ES 06601.1, 폐기물 공정시험기준, 국립환경과학원고시, 제2024-42호, (2024)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 68.0 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 테트라클로로에틸렌의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-624<br>(60 m × 0.32mm × 1.8 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/10 | | | | |
| 주입구 온도 | 250 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 270 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 2.0 | 15.0 | 250 | 5.0 |

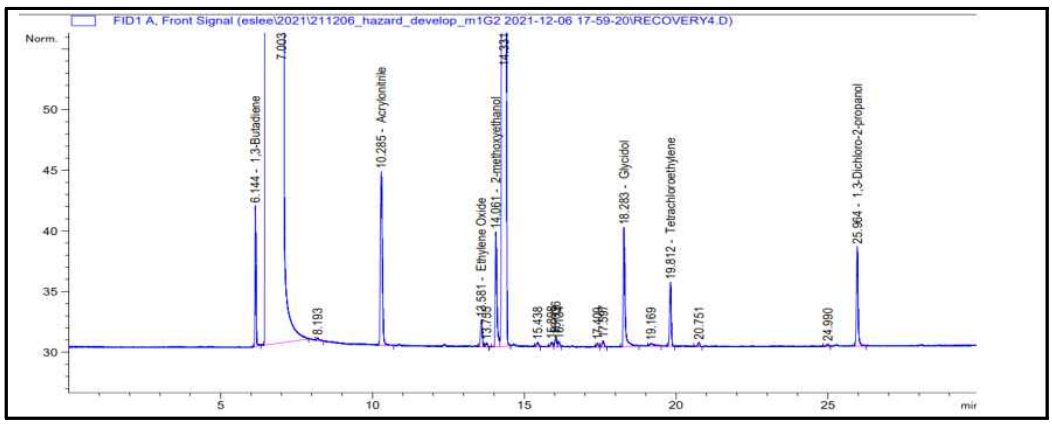



그림 1. 테트라클로로에틸렌 크로마토그램(예시)

**표 3. 테트라클로로에틸렌의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9992 | 0.9991 |
| 정확도(%) | 96.7 | 104.6 |
| 정밀도(% RSD) | 3.1 | 1.1 |

[97-1-309](유독물질), 06-5-11(제한물질), 40(중점관리물질)

# Trichloroethylene(트리클로로에틸렌)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Trichloroethylene(CAS No : 79-01-6)
- 수용해도 : 1.28 g/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 제한물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 11.3 mg/kg / 35.9 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 트리클로로에틸렌의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 트리클로로에틸렌을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 트리클로로에틸렌에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 검출기: FID

불꽃이온화검출기는 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.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

트리클로로에틸렌 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 메탄올 20 mL를 넣고 트리클로로에틸렌(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

트리클로로에틸렌 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 1 ~ 50 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한

다. 트리클로로에틸렌의 농도를 가로축(x 축)에, 트리클로로에틸렌의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 트리클로로에틸렌의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 트리클로로에틸렌 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 트리클로로에틸렌 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

**9.1** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정 (화학물질안전원 고시 제2024-30호)

**9.2** Aromatic and halogenated volatiles, EPA Method 8021B

**9.3** Olivier, E.I, Toit, D.D, Hamman, I.H, “Development of an analytical method for the evaluation of N,N-dimethylformamide in dosage form design”, *Pharmazie*, 62(10), 2007, 735-738.

**9.4** E유해화학물질공정시험기준, 국립환경과학원고시, 제2019-30호

**9.5** ES 06601.1, 폐기물 공정시험기준, 국립환경과학원고시, 제2024-42호, (2024)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 35.9mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 트리클로로에틸렌의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-624<br>(60 m × 0.32mm × 1.8 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | |
| 주입구 온도 | 250 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 270 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 2.0 | 15.0 | 250 | 5.0 |

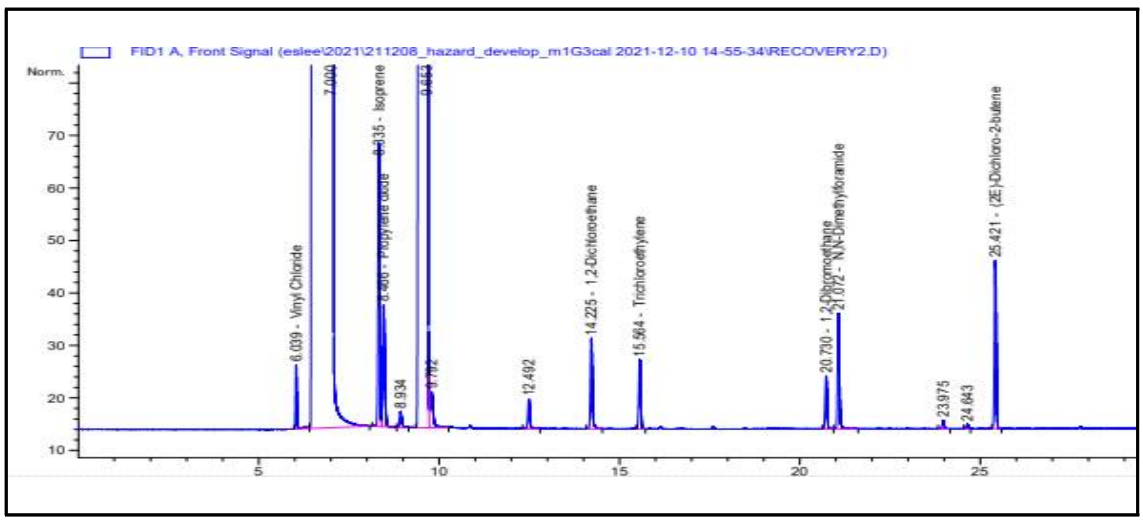



그림 1. 트리클로로에틸렌 크로마토그램(예시)

**표 3. 트리클로로에틸렌의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 1.0000 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 95.1 | 99.7 |
| 정밀도(% RSD) | 2.3 | 0.4 |

[97-1-406](유독물질), 36(중점관리물질)

# Dimethyl sulfate(황산 디메틸)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Dimethyl sulfate(CAS No : 77-78-1)
- 수용해도 : 2.8g/L(18℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 103.6 mg/kg / 329.9 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 황산 디메틸의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 황산 디메틸을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 황산 디메틸에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 검출기: FID

불꽃이온화검출기는 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.

# 4. 시약 및 표준용액

아세토니트릴 (Acetonitrile, CH3CN, 분자량 : 31.05)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

황산 디메틸 (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 아세토니트릴 20 mL를 넣고 황산 디메틸(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 아세토니트릴로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 아세토니트릴 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 아세토니트릴 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

황산 디메틸 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 황산 디메틸의 농도를 가로축(x 축)에, 황산 디메틸의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 황산 디메틸의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 황산 디메틸 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 황산 디메틸 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

**9.1** Schäfer, C, Zöllner, P, "Determination of trace levels of dimethyl sulfate in the presence of monomethyl sulfate by gas chromatography–mass spectrometry", *Journal of Chromatography A*, Volume 1289, 2013, 139-144.

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 329.9 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 황산 디메틸의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-624<br>(60 m × 0.32 mm × 1.8 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/10 | | | | |
| 주입구 온도 | 250 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 250 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 50.0 | 2.0 | 8.0 | 250 | 3 |

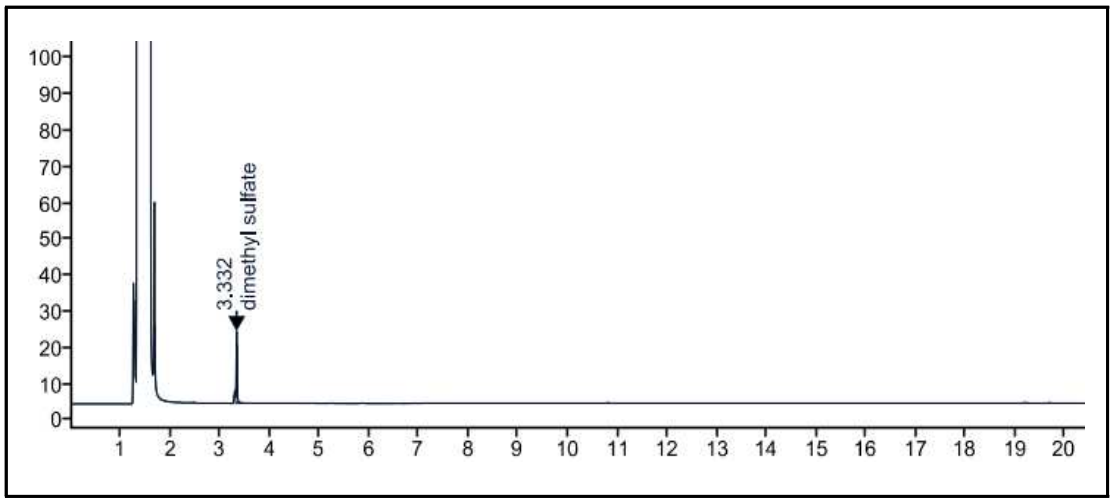



그림 1. 황산 디메틸 크로마토그램(예시)

표 4. 황산 디메틸의 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9988 | - |
| 정확도(%) | 98.6 | - |
| 정밀도(% RSD) | 3.3 | - |

[97-1-407](유독물질), 19(중점관리물질)

# Diethyl sulfate(황산 디에틸)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Diethyl sulfate(CAS No : 64-67-5)
- 수용해도 : 7g/L(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 8.5 mg/kg / 27.0 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 황산 디에틸의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 황산 디에틸을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 황산 디에틸에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 검출기: FID

불꽃이온화검출기는 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.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

황산 디에틸 (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 메탄올 20 mL를 넣고 황산 디에틸(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

황산 디에틸 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 0.5 ~ 20 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 황산 디에틸의 농도를 가로축(x 축)에, 황산 디에틸의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 황산 디에틸의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 황산 디에틸 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 황산 디에틸 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

9.1 Method for the determination of diethyl sulfate, German Social Accident Insurance, 2007.

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 27.0mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 황산 디에틸의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-624<br>(60 m × 0.32 mm × 1.8 μm ) | | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | | |
| 주입구 온도 | 240 ℃ | | | | | |
| 검출기 온도 | 250 ℃ | | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 중간온도 (℃) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) |
| | 40.0 | 2.0 | 5.0 | 100 | 25 | 210 |

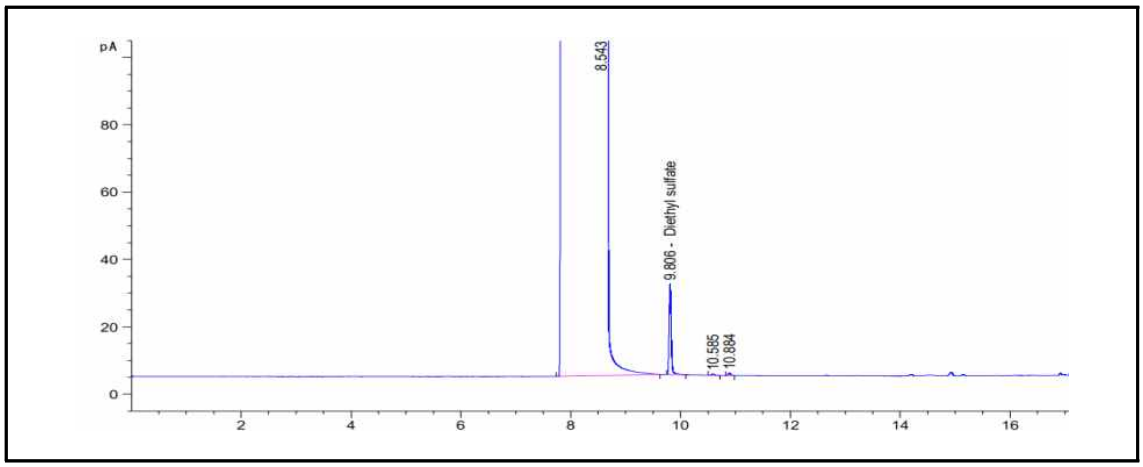



그림 1. 황산 디에틸 크로마토그램(예시)

표 3. 황산 디에틸의 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 (GC-FID) | 시험실 간 시험 결과 (GC-MS) |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9996 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 103.8 | 102.3 |
| 정밀도(% RSD) | 2.9 | 0.3 |

[97-1-408](유독물질), 06-4-53(금지물질)

# Dithallium sulphate ; Thallium sulfate(황산탈륨)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Dithallium sulphate ; Thallium sulfate(CAS No : 7446-18-6)
- 수용해도 : 4.87 g/100 mL(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 금지물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 10.55 mg/kg / 33.6 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 탈륨(97-1-408)을 함유한 황산탈륨의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라스마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

[비 고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마-분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

검출 및 측정 방법에 따라 다색화분광기 또는 단색화 장치 모두 사용가능해야 하며 스펙트럼의 띠 통과 (band pass)는 0.05 nm 미만이어야 한다.

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 분무기

일반적인 시료의 경우 동심원 형태 분무기 (concentric nebulizer) 또는 직교류 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

순도 99.99% 이상 고순도 가스상 또는 액체 아르곤을 사용해야 한다.

#### 3.1.2.3 유량조절기

속도 조절이 가능한 연동펌프 및 아르곤 및 플라스마 기체의 유속 조절기를 사용해야 한다.

### 3.1.3 유도결합플라스마 발생기

#### 3.1.3.1 무선 주파수 발생기 (RF generator)

무선 주파수 (RF, radio frequency) 발생기는 출력범위 750 W ~ 1,200 W 이상의 것을 사용하며, 이때 사용하는 주파수는 27.12 MHz 또는 40.68 MHz를 사용한다.

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질 생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용한다.

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

상대표준편차(%)= $\frac{s}{\overline{x}} \times 100$ ($s$=표준편차, $\overline{x}$ =평균)

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

**7.1.1.1** PFA 또는 TFM 재질의 마이크로파 분해용기에 잘 혼합된 시료를 약 0.2 g(시료의 재형에 따라 0.1 g ~ 0.3 g정도를 선택적으로 채취)을 1 mg 단위까지 정확히 달아 넣는다.

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

[비고] 염산과 과산화수소의 혼산을 선택적으로 첨가가능하며, 분해되지 않거나 시료에 실리카 또는 타이타늄이 함유되어 있을 경우 플루오르화수소산(HF)을 추가적으로 0.5 mL를 넣는다.

**7.1.1.3** 시료와 산류의 반응이 완료되면 밀폐형 분해용기의 뚜껑을 닫고 분해 장치를 조립한 후 마이크로파 분해 장치에 장착한다.

**7.1.1.4** 마이크로파 분해 장치를 사용하여 미리 제시된 온도프로그램에 따라 마이크로파 오븐을 조작하고 시료를 최대한 맑은 용액이 되도록 분해한다.

**7.1.1.5** 분해가 끝난 후 충분히 냉각시킨 후 용기 내에 남아 있는 산 가스를 제거한다.

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.05 ~ 5) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

### 7.3 유도결합플라즈마-분광분석법 분석방법

플라스마를 켜고 30분 ~ 60분간 불꽃을 안정화 시킨 후, 장비제조사에서 제공하는 매뉴얼에 따라 해당 표준물질을 사용하여 분석조건을 최적화한다.

**표 1. 유도결합플라즈마-분광분석법에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Tl | 190.801 | 276.787 |

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 각 금속의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 금속의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

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(1.24)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 33.6 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 황산탈륨의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9998 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 95.5 | 101.1 |
| 정밀도(% RSD) | 2.1 | 3.1 |

[97-1-409](유독물질), 126(1)(중점관리물질)

# Hydrazine(히드라진)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Hydrazine(CAS No : 302-01-2)
- 수용해도 : 1,000 g/L(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-MS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 21.4 mg/kg / 68.0 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유해화학물질 중에 함유되어 있는 히드라진($N_2H_4$)의 측정방법으로 시료 적당량을 아세톤으로 추출한 후 직접 기체크로마토그래프/질량분석기에 주입하여 생성되는 아세톤아진으로써 히드라진을 분석하는 방법이다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.25 mm, 필름두께 1.40 ㎛, 길이 30 m의 DB-624의 모세관이나 동등한 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.2 mL/min ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 250 ℃ ~ 300 ℃, 컬럼온도는 40 ℃ ~ 250 ℃로 승온 조작하여 사용한다.

### 3.2 질량분석기 (MS, mass spectrometer)

이온화방식은 전자충격법 (EI, electron impact)을 사용하며 이온화에너지는 35 eV ~ 70 eV을 사용한다. 질량분석기는 자기장형 (magnetic sector), 사중극자형 (quardrupole) 및 이온트랩형 (ion trap) 등의 성능을 가진 것을 사용한다. 정량분석에는 선택이온검출법 (SIM, Selected Ion Monitoring)을 이용하는 것이 바람직하다. 선택하는 이온들은 표 2의 이온을 사용할 수 있다.

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 아세톤(Acetone, $CH_3COCH_3$, 58.08)

HPLC급 이상의 용매를 이용하여야 하며 바탕시험 할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

### 4.2 무수 황산나트륨(Anhydrous Sodium sulfate, $Na_2SO_4$ , 142.04)

고순도를 사용하여야 하며, 사용하기 전에 방해물질이 없음을 검사하여야 한다.

### 4.3 히드라진 표준원액 (1,000 mg/L)

표준원액은 히드라진 100 mg 을 정확히 달아 100 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤으로 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.

### 4.4 히드라진 표준용액(100 mg/L)

이 표준용액은 히드라진 표준원액을 각각 5 mL를 취하여 50 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤으로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 100 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

### 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 1.0 g을 0.0001 g까지 정확히 무게를 재어 유리바이알에 취한 후 아세톤 20 mL를 넣고 마개를 닫은 후 초음파 추출기로 40 ℃에서 1시간 동안 추출한다. 추출이 끝나면 실온에서 냉각시키고 추출액을 무수황산나트륨을 이용하여 수분을 제거한 뒤 시험액으로 한다. 이후 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과하여 시험용액으로 사용한다.

[비고] 필요에 따라 전처리 과정 중 시료 및 아세톤의 양을 달리 할 수 있다.

### 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 10 mL 부피플라스크에 히드라진 표준용액(100 mg/L)을 0.1 mL ~ 1 mL 까지 단계적으로 취하여 1 ~ 10 mg/L 농도가 되도독 제조하며 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액의 농도 (C*x*)를 가로축 (x 축)에, 각 표준용액에 해당하는 피크 면적 (*Ax*)를 세로축 (*y* 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 히드라진의 농도를 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)

## 9. 참고문헌

9.1 A generic approach for the determination of trace hydrazine in drug substances using in situ derivatization-headspace GC-MS / Journal of Pharmaceutical and Biomedical

Analysis 49 (2009) 529-533

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 68.0 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 히드라진의 질량스펙트럼 특성 이온 및 정량한계(예시)**

| 분석물질명 | 제1선택이온 (m/z) | 제2선택이온 (m/z) | 정량한계 (mg/kg) |
|---|---|---|---|
| 히드라진 (아세톤아진) | 56 | 97 | 68.0mg/kg (52.6mg/kg) |

**표 3. 히드라진의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-624(30 m 길이 × 0.25 mm 안지름 × 1.40 μm 필름두께) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1 mL/min) | | | | |
| 분할비 | Split (1:5) | | | | |
| 주입구 온도 | 250 ℃ | | | | |
| 이송관 온도 | 250 ℃ | | | | |
| 이온소스 온도 | 230 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40 | 3 | 10.0 | 150 | 1 |
| 이온화방법 | EI (Electron Impact), 70 eV | | | | |

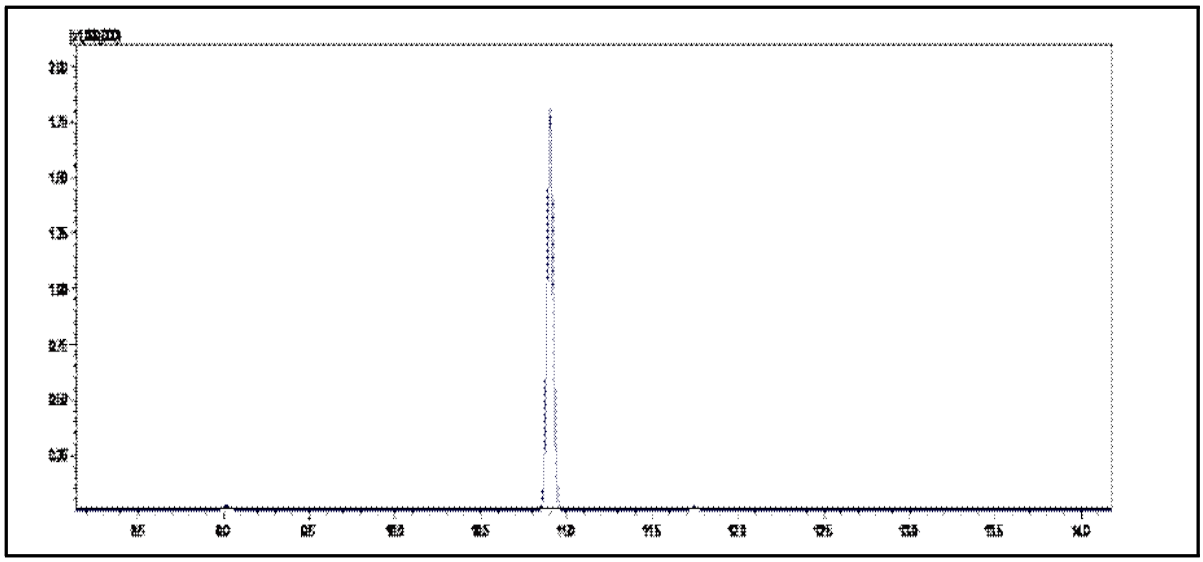


그림 1. 히드라진(아세톤아진) 크로마토그램(예시)

**표 4. 히드라진의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9991 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 100.8 | 97.4 |
| 정밀도(% RSD) | 8.0 | 2.8 |

# 97-1-411

< 유독물질 지정 내용 >

| 고유번호 | 화학물질의 명칭 |
|---|---|
| 97-1-411 | 히드록실아민[Hydroxylamine; 7803-49-8]과 그 염류 및 그 중 하나를 10% 이상 함유한 혼합물 |

< 분석 대상 물질 >

| 화학물질 명칭(영문) | CAS No | 분석법 | 페이지 |
|---|---|---|---|
| 히드록실아민 염산염(Hydroxylamine hydrochloride ; Hydroxylammonium chloride) | 5470-11-1 | HPLC | 757 |
| 히드록실아민(Hydroxylamine) | 7803-49-8 | HPLC | 765 |
| 히드록실아민 황산염 (Bis(hydroxylammonium) sulfate) | 10039-54-0 | HPLC | 772 |

[97-1-411](유독물질)

# Hydroxylamine hydrochloride(히드록실아민 염산염)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Hydroxylamine hydrochloride ; Hydroxylammonium chloride(CAS No : 5470-11-1)
- 수용해도 : 94 g/100mL(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 10%
- 분석방법 : HPLC-DAD
- 방법검출한계 및 정량한계 : 127.80 mg/kg / 407.0 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 히드록실아민 염산염의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 고성능액체크로마토그래피법으로 시료 중 히드록실아민 염산염을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 히드록실아민 염산염에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 고성능액체크로마토그래프

고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이이검출기, DAD) 또는 형광 검출기로 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 ㎕의 범위 내의 것을 사용한다.

고성능액체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

## 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 시약

### 4.1.1 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.

### 4.1.2 메탄올(Methanol, $CH_3OH$, 32.04)

HPLC급 이상의 용매를 이용하여야 하며 바탕시험 할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

### 4.1.3 포름산(Formic acid, HCOOH, 46.03)

고순도를 사용하여야 하며, 사용하기 전에 방해물질이 없음을 검사하여야 한다.

### 4.1.3 유도체화 시액 (Benzaldehyde 2 g/L in Methanol : 7 % Perchloric acid in Water = 1 : 1)

#### 4.1.3.1 Benzaldehyde 2 g/L in Methanol

벤즈알데하이드 (Benzaldehyde, $C_7H_6O$, 분자량 : 106.12) 2 g을 취하여 메탄올에 녹여 1,000 mL로 한다.

#### 4.1.3.2 7 % Perchloric acid in Water

과염소산 (Perchloric acid, $HClO_4$ , 분자량 : 100.46) 70 mL을 취하여 물에 섞어 1,000 mL로 한다. 완전히 녹지 않은 경우에는 여과한다.

**4.1.3.3** Benzaldehyde 2 g/L in Methanol 과 7 % Perchloric acid in Water를 1 : 1 부피비로 섞은 액을 유도체화 시액으로 한다.

## 4.2 표준용액

### 4.2.1 히드록실아민 염산염 표준원액(1,000 mg/L)

표준원액은 히드록실아민 염산염 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 ℃에서 30 분간 유도체화 시킨 액을 표준원액으로 한다. 표준원액은 시험 당일 제조하여 사용한다.

### 4.2.2 히드록실아민 염산염 표준용액(100 mg/L)

50 mL 부피플라스크에 표준원액(1,000 mg/L) 5 mL를 정확히 취하여 넣고 유도체화 시액(Benzaldehyde 2 g/L in Methanol : 7 % Perchloric acid in Water = 1 : 1)으로 표선을 채운다. 필요시 이 용액을 단계적으로 희석하여 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \ \bar{x}\text{=평균})$$

## 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

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 $\mu$m 멤브레인(PTFE)필터로 여과하여 기기분석을 실시한다.

[비고] 필요에 따라 전처리 과정 중 시료의 양을 달리 할 수 있다.

## 7.2 검정곡선의 작성

히드록실아민 염산염 표준용액(100 mg/L)을 유도체화 시액(Benzaldehyde 2 g/L in Methanol : 7 % Perchloric acid in Water = 1 : 1)으로 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (0.15 ~ 10) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 히드록실아민 염산염의 농도를 가로축(x 축)에, 히드록실아민 염산염늄의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

## 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주입한다. 액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

# 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 히드록실아민 염산염의 농도를 각각 계산한다.

제품 중 히드록실아민 염산염의 농도(mg/kg) = $\frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$ (식 1)

여기서, $C_1$ : 시료의 히드록실아민 염산염의 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 히드록실아민 염산염의 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료 추출용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9.0 참고문헌

**9.1** Thangarathinam Kumar; A High-Performance Liquid Chromatography Method for Determination of Genotoxic Impurity Hydroxylamine in Drug Substances ; Journal of Chromatographic Science, 2019, Vol. 57, No. 1, 63–70

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 407.0 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 히드록실아민 염산염의 고성능액체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

<table>
<tr><th>항 목</th><th>조 건</th></tr>
<tr><td>컬럼</td><td>$C_{18}$ (4.6 mm × 150 mm, 5 ㎛)</td></tr>
<tr><td>이동상</td><td>A - 0.05 % Formic acid in DW<br>B - 0.05 % Formic acid in Methanol
<table>
<tr><th>time (min)</th><th>A (%)</th><th>B (%)</th></tr>
<tr><td>0</td><td>80</td><td>20</td></tr>
<tr><td>2</td><td>80</td><td>20</td></tr>
<tr><td>11</td><td>30</td><td>70</td></tr>
<tr><td>13</td><td>30</td><td>70</td></tr>
<tr><td>13.5</td><td>80</td><td>20</td></tr>
<tr><td>15</td><td>80</td><td>20</td></tr>
</table></td></tr>
<tr><td>유속</td><td>1.0 mL/min</td></tr>
<tr><td>파장</td><td>250 nm</td></tr>
<tr><td>주입량</td><td>10 ㎕</td></tr>
<tr><td>컬럼 온도</td><td>40 ℃</td></tr>
</table>

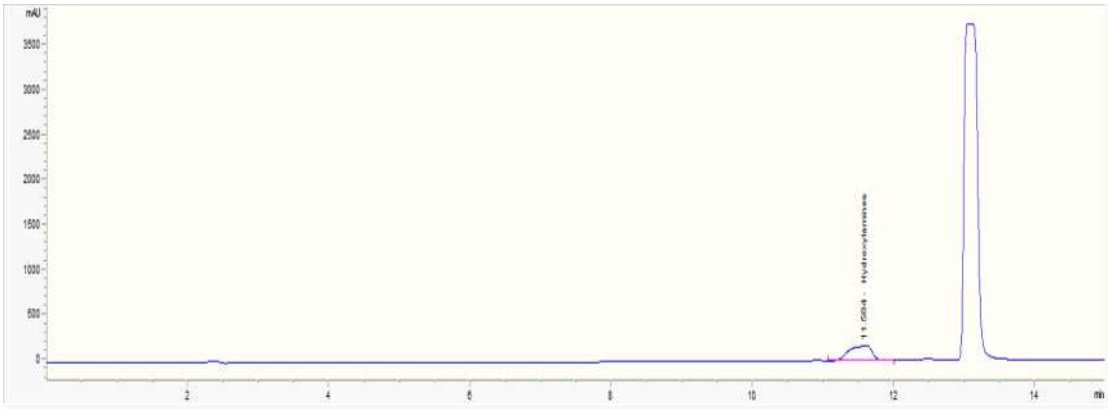


**그림 1. 히드록실아민 염산염 크로마토그램(예시)**

**표 3. 히드록실아민 염산염의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 1.0000 | 1.0000 |
| 정확도(%) | 97.6 | 95.6 |
| 정밀도(% RSD) | 8.1 | 2.4 |

[97-1-411](유독물질)

# Hydroxylamine(히드록실아민)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Hydroxylamine(CAS No : 7803-49-8)
- 수용해도 : 94 g/100mL(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 10%
- 분석방법 : HPLC-DAD
- 방법검출한계 및 정량한계 : 154.17 mg/kg / 491.0 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 히드록실아민의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 고성능액체크로마토그래피법으로 시료 중 히드록실아민를 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 히드록실아민에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 고성능액체크로마토그래프

고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이이검출기, DAD) 또는 형광 검출기로 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 $\mu$L～100 $\mu$L의 범위 내의 것을 사용한다.

고성능액체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 시약

#### 4.1.1 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.

#### 4.1.2 메탄올(Methanol, $CH_3OH$, 32.04)

HPLC급 이상의 용매를 이용하여야 하며 바탕시험 할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

#### 4.1.3 포름산(Formic acid, HCOOH, 46.03)

고순도를 사용하여야 하며, 사용하기 전에 방해물질이 없음을 검사하여야 한다.

#### 4.1.3 유도체화 시액 (Benzaldehyde 2 g/L in Methanol : 7 % Perchloric acid in Water = 1 : 1)

##### 4.1.3.1 Benzaldehyde 2 g/L in Methanol

벤즈알데하이드 (Benzaldehyde, $C_7H_6O$, 분자량 : 106.12) 2 g을 취하여 메탄올에 녹여 1,000 mL로 한다.

##### 4.1.3.2 7 % Perchloric acid in Water

과염소산 (Perchloric acid, $HClO_4$ , 분자량 : 100.46) 70 mL을 취하여 물에 섞어 1,000 mL로 한다. 완전히 녹지 않은 경우에는 여과한다.

**4.1.3.3** Benzaldehyde 2 g/L in Methanol 과 7 % Perchloric acid in Water를 1 : 1 부피비로 섞은 액을 유도체화 시액으로 한다.

### 4.2 표준용액

#### 4.2.1 히드록실아민 표준원액(1,000 mg/L)

표준원액은 히드록실아민 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 ℃에서 30 분간 유도체화 시킨 액을 표준원액으로 한다. 표준원액은 시험 당일 제조하여 사용한다.

#### 4.2.2 히드록실아민 표준용액(100 mg/L)

50 mL 부피플라스크에 표준원액(1,000 mg/L) 5 mL를 정확히 취하여 넣고 유도체화 시액(Benzaldehyde 2 g/L in Methanol : 7 % Perchloric acid in Water = 1 : 1)으로 표선을 채운다. 필요시 이 용액을 단계적으로 희석하여 사용한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이

것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

### 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해

검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

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 $\mu$m 멤브레인(PTFE)필터로 여과하여 기기분석을 실시한다.

[비고] 필요에 따라 전처리 과정 중 시료의 양을 달리 할 수 있다.

## 7.2 검정곡선의 작성

히드록실아민 표준용액(100 mg/L)을 유도체화 시액(Benzaldehyde 2 g/L in Methanol : 7 % Perchloric acid in Water = 1 : 1)으로 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (0.15 ~ 10) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 히드록실아민의 농도를 가로축(x 축)에, 히드록실아민의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

## 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주입한다. 액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

# 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 히드록실아민의 농도를 각각 계산한다.

$$\text{제품 중 히드록실아민의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 시료의 히드록실아민의 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 히드록실아민의 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료 추출용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9.0 참고문헌

9.1 Thangarathinam Kumar; A High-Performance Liquid Chromatography Method for Determination of Genotoxic Impurity Hydroxylamine in Drug Substances ; Journal of Chromatographic Science, 2019, Vol. 57, No. 1, 63–70

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 491 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 히드록실아민의 고성능액체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항 목 | 조 건 |
|---|---|
| 컬럼 | $C_{18}$ (4.6 mm × 150 mm, 5 μm) |
| 이동상 | A - 0.05 % Formic acid in DW<br>B - 0.05 % Formic acid in Methanol |

| time (min) | A (%) | B (%) |
|---|---|---|
| 0 | 80 | 20 |
| 2 | 80 | 20 |
| 11 | 30 | 70 |
| 13 | 30 | 70 |
| 13.5 | 80 | 20 |
| 15 | 80 | 20 |

| | |
|---|---|
| 유속 | 1.0 mL/min |
| 파장 | 250 nm |
| 주입량 | 10 μL |
| 컬럼 온도 | 40 ℃ |

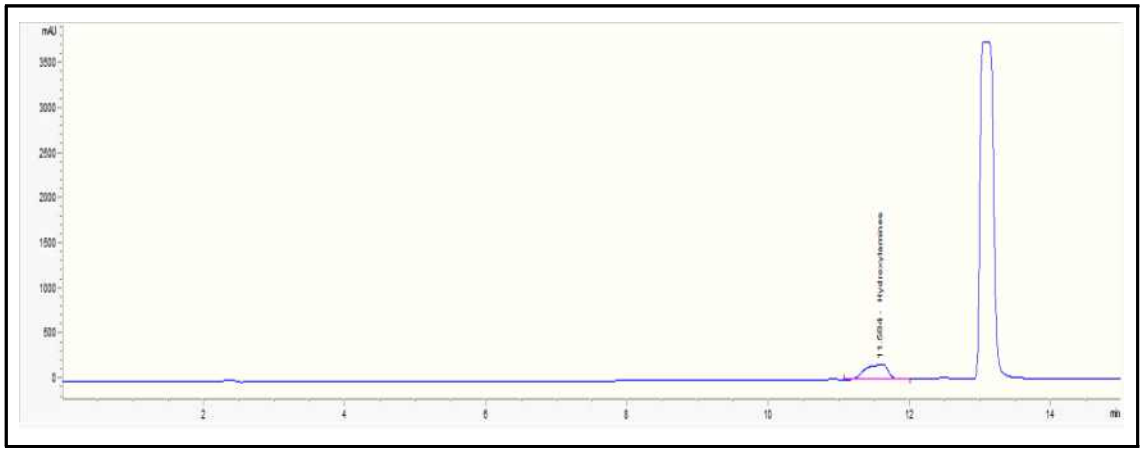



그림 1. 히드록실아민 크로마토그램(예시)

**표 3. 히드록실아민 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.999 7 | 1.000 0 |
| 정확도(%) | 97.2 | 101.4 |
| 정밀도(% RSD) | 6.7 | 3.5 |

[97-1-411](유독물질)

# Bis(hydroxylammonium) sulfate(히드록실아민 황산염)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Bis(hydroxylammonium) sulfate(CAS No : 10039-54-0)
- 수용해도 : 58.7 g/100mL(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 10%
- 분석방법 : HPLC-DAD, 451.0 mg/kg(461.2 mg/kg)

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 히드록실아민 황산염의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 고성능액체크로마토그래피법으로 시료 중 히드록실아민 황산염을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 히드록실아민 황산염에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 고성능액체크로마토그래프

고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이이검출기, DAD) 또는 형광 검출기로 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 $\mu$L~100 $\mu$L의 범위 내의 것을 사용한다.

고성능액체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 시약

#### 4.1.1 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.

#### 4.1.2 메탄올(Methanol, $CH_3OH$, 32.04)

HPLC급 이상의 용매를 이용하여야 하며 바탕시험 할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

#### 4.1.3 포름산(Formic acid, HCOOH, 46.03)

고순도를 사용하여야 하며, 사용하기 전에 방해물질이 없음을 검사하여야 한다.

#### 4.1.3 유도체화 시액 (Benzaldehyde 2 g/L in Methanol : 7 % Perchloric acid in Water = 1 : 1)

#### 4.1.3.1 Benzaldehyde 2 g/L in Methanol

벤즈알데하이드 (Benzaldehyde, $C_7H_6O$, 분자량 : 106.12) 2 g을 취하여 메탄올에 녹여 1,000 mL로 한다.

#### 4.1.3.2 7 % Perchloric acid in Water

과염소산 (Perchloric acid, $HClO_4$ , 분자량 : 100.46) 70 mL을 취하여 물에 섞어 1,000 mL로 한다. 완전히 녹지 않은 경우에는 여과한다.

**4.1.3.3** Benzaldehyde 2 g/L in Methanol 과 7 % Perchloric acid in Water를 1 : 1 부피비로 섞은 액을 유도체화 시액으로 한다.

### 4.2 표준용액

#### 4.2.1 히드록실아민 황산염 표준원액(1,000 mg/L)

표준원액은 히드록실아민 황산염 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 ℃에서 30 분간 유도체화 시킨 액을 표준원액으로 한다. 표준원액은 시험 당일 제조하여 사용한다.다.

#### 4.2.2 히드록실아민 황산염 표준용액(100 mg/L)

50 mL 부피플라스크에 표준원액(1,000 mg/L) 5 mL를 정확히 취하여 넣고 유도체화 시액(Benzaldehyde 2 g/L in Methanol : 7 % Perchloric acid in Water = 1 : 1)으로 표선을 채운다. 필요시 이 용액을 단계적으로 희석하여 사용한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이

것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

### 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해

검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

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 $\mu$m 멤브레인(PTFE)필터로 여과하여 기기분석을 실시한다.

[비고] 필요에 따라 전처리 과정 중 시료의 양을 달리 할 수 있다.

## 7.2 검정곡선의 작성

히드록실아민 황산염 표준용액(100 mg/L)을 유도체화 시액(Benzaldehyde 2 g/L in Methanol : 7 % Perchloric acid in Water = 1 : 1)으로 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (0.15 ~ 10) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 히드록실아민 황산염의 농도를 가로축(x 축)에, 히드록실아민 황산염의면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

## 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주입한다. 액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

# 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 히드록실아민 황산염의 농도를 각각 계산한다.

$$\text{제품 중 히드록실아민 황산염의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 시료의 히드록실아민 황산염의 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 히드록실아민 황산염의 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료 추출용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9.0 참고문헌

**9.1** Thangarathinam Kumar; A High-Performance Liquid Chromatography Method for Determination of Genotoxic Impurity Hydroxylamine in Drug Substances ; Journal of Chromatographic Science, 2019, Vol. 57, No. 1, 63–70

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 451 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

표 2. 히드록실아민 황산염의 고성능액체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)

<table>
<tr><th>항 목</th><th>조 건</th></tr>
<tr><td>컬럼</td><td>$C_{18}$ (4.6 mm × 150 mm, 5 ㎛)</td></tr>
<tr><td>이동상</td><td>A - 0.05 % Formic acid in DW<br>B - 0.05 % Formic acid in Methanol
<table>
<tr><th>time (min)</th><th>A (%)</th><th>B (%)</th></tr>
<tr><td>0</td><td>80</td><td>20</td></tr>
<tr><td>2</td><td>80</td><td>20</td></tr>
<tr><td>11</td><td>30</td><td>70</td></tr>
<tr><td>13</td><td>30</td><td>70</td></tr>
<tr><td>13.5</td><td>80</td><td>20</td></tr>
<tr><td>15</td><td>80</td><td>20</td></tr>
</table></td></tr>
<tr><td>유속</td><td>1.0 mL/min</td></tr>
<tr><td>파장</td><td>250 nm</td></tr>
<tr><td>주입량</td><td>10 ㎕</td></tr>
<tr><td>컬럼 온도</td><td>40 ℃</td></tr>
</table>

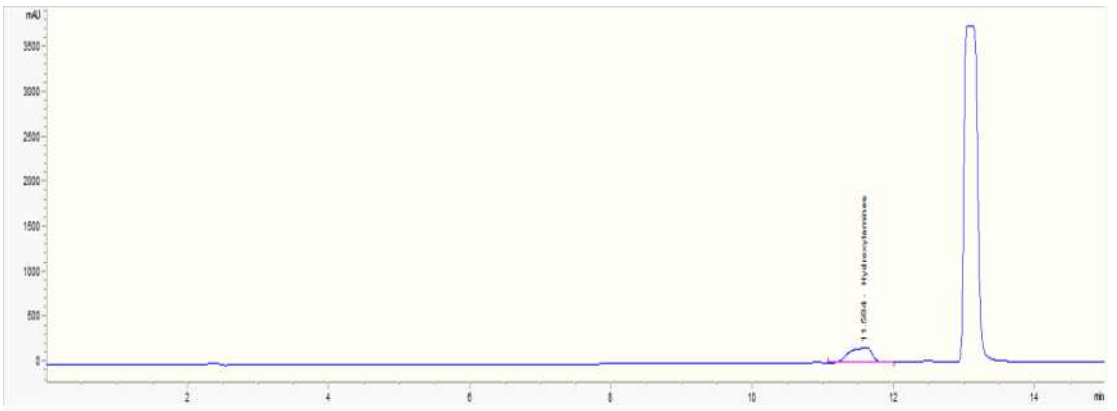


그림 1. 히드록실아민 황산염 크로마토그램(예시)

**표 3. 히드록실아민 황산염의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 1.0000 | 1.0000 |
| 정확도(%) | 97.6 | 95.1 |
| 정밀도(% RSD) | 8.1 | 1.2 |

[97-1-412](유독물질), 06-4-54(금지물질)

# 2-Naphthylamine(2-나프틸아민)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : 2-Naphthylamine(CAS No : 91-59-8)
- 수용해도 : 0.006 4 g/L(18℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 금지물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-MS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 112.4 mg/kg / 357.9 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 아조염료에 해당하는 4,4'-메틸렌디아닐린, 4,4'-메틸렌비스(2-클로로아닐린), 4,4 '-옥시비스벤젠아민, 4-아미노비페닐, 벤지딘, 2-나프틸아민, p-아미노아조벤젠의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피/질량분석기로 시료 중 아조염료를 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 2-나프틸아민에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 3와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 질량분석기 (MS, mass spectrometer)

이온화방식은 전자충격법 (EI, electron impact)을 사용하며 이온화에너지는 35 eV ~ 70 eV을 사용한다. 질량분석기는 자기장형 (magnetic sector), 사중극자형 (quardrupole) 및 이온

트랩형 (ion trap) 등의 성능을 가진 것을 사용한다. 정량분석에는 선택이온검출법 (SIM, Selected Ion Monitoring)을 이용하는 것이 바람직하다. 선택하는 이온들은 표 2의 이온을 사용할 수 있다.

## 4. 시약 및 표준용액

이 시험방법에 사용되는 시약들은 특별히 순도와 등급이 명시된 경우를 제외하고는 HPLC 또는 잔류농약급을 사용하여야 하며, 다른 시약의 경우는 특급 (GR 또는 ACS 등급) 이상을 사용한다.

**4.1.1** 메탄올 (methanol, $CH_3OH$)

**4.1.2** 클로로벤젠 (Chlorobenzene, $C_6H_5Cl$)

**4.1.3** 아세토니트릴 (Acetonitrile, $CH_3CN$)

**4.1.4** 메틸 t-부틸 에테르 (MTBE, methyl t-butyl ether, $C_5H_{12}O$)

**4.1.5** n-펜탄 (n-Pentane, $C_5H_{12}$)

**4.1.6** 차아황산나트륨(Sodium dithionite, $Na_2S_2O_4$) 용액 :

약 60 g의 차아황산나트륨($Na_2S_2O_4$)을 400 mL 정제수로 용해시킨다. 용해되지 않은 것은 초음파를 사용하여 완전히 용해시키며 이 용액은 시험 당일 제조한다.

**4.1.7** 0.06 M 구연산 완충 용액(pH 6) :

구연산($C_6H_8O_7$) 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.

**4.1.8** 2-나프틸아민 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 메탄올 20 mL를 넣고 2-나프틸아민(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이

것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

### 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여

야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

시료 약 0.1 g을 무게를 측정하여 70 ℃로 예열된 구연산 완충 용액 15 mL를 가한다. 반응 용기를 밀폐하고 70 ℃에서 30분 동안 처리한다. 그 후 바로 실온으로 냉각시킨다. 3 mL의 차아황산나트륨 수용액을 아조 그룹의 환원 분해를 위해 반응 용기에 첨가한다. 그런 뒤 강하게 흔들어 섞고, 즉시 70 ℃에서 30분 동안 처리한다. 그리고 2분 이내에 실온인 (20 ~ 25) ℃로 냉각시킨다. 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 ㎛ 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다. 필요시 희석하여 시험용액으로 한다.

## 7.2 검정곡선의 작성

2-나프틸아민 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 0.1 ~ 5 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 ㎕를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 2-나프틸아민의 농도를 가로축(x 축)에, 2-나프틸아민의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

## 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

# 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 2-나프틸아민의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 2-나프틸아민 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 2-나프틸아민 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

9.1 어린이 용품 함유 아조염료 함량시험방법, 2012

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 357.9 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 2-나프틸아민의 질량스펙트럼 특성 이온 및 정량한계(예시)**

| 화합물명 | 제1선택이온 (m/z) | 제2선택이온 (m/z) |
|---|---|---|
| 2-나프틸아민 | 143 | 144, 115 |

**표 3. 2-나프틸아민의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-35<br>(30 m × 0.25mm × 0.25 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | |
| 주입구 온도 | 260 ℃ | | | | |
| 이송관 온도 | 300 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 310 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 100.0 | 2.0 | 15.0 | 310 | 6.0 |
| 이온화방법 | EI (Electron Impact), 70 eV | | | | |

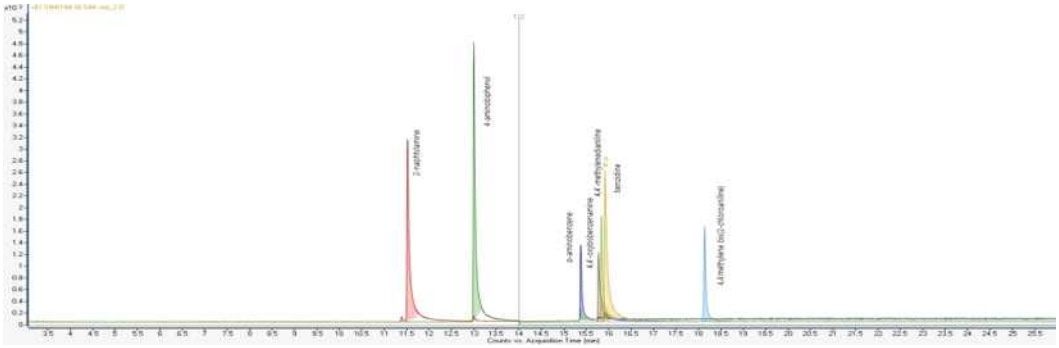


그림 1. 아조염료 크로마토그램(예시)

**표 4. 2-나프틸아민의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9961 | 0.9995 |
| 정확도(%) | 104.0 | 101.8 |
| 정밀도(% RSD) | 2.4 | 1.3 |

[97-1-418](유독물질), 06-4-55(금지물질)

# 1,2-Dibromoethane(1,2-디브로모에탄)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : 1,2-Dibromoethane(CAS No : 106-93-4)
- 수용해도 : 4 g/L(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 금지물질 혼합물 함량 한계 : 50%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 12.6 mg/kg / 40.1 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 1,2-디브로모에탄의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 1,2-디브로모에탄을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 1,2-디브로모에탄에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 검출기: FID

불꽃이온화검출기는 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.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

1,2-디브로모에탄 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 메탄올 20 mL를 넣고 1,2-디브로모에탄(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

1,2-디브로모에탄 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 1 ~ 50 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 1,2-디브로모에탄의 농도를 가로축(x 축)에, 1,2-디브로모에탄의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 1,2-디브로모에탄의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 1,2-디브로모에탄 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 1,2-디브로모에탄 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

**9.1** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

**9.2** Aromatic and halogenated volatiles, EPA Method 8021B

**9.3** Olivier, E.I, Toit, D.D, Hamman, I.H, “Development of an analytical method for the evaluation of N,N-dimethylformamide in dosage form design”, *Pharmazie*, 62(10), 2007, 735-738.

**9.4** E유해화학물질공정시험기준, 국립환경과학원고시, 제2019-30호

**9.5** ES 06601.1, 폐기물 공정시험기준, 국립환경과학원고시, 제2024-42호, (2024)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 40.1mg/kg (5.7mg/kg) |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 1,2-디브로모에탄의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-624<br>(60 m × 0.32mm × 1.8 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | |
| 주입구 온도 | 250 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 270 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 2.0 | 15.0 | 250 | 5.0 |

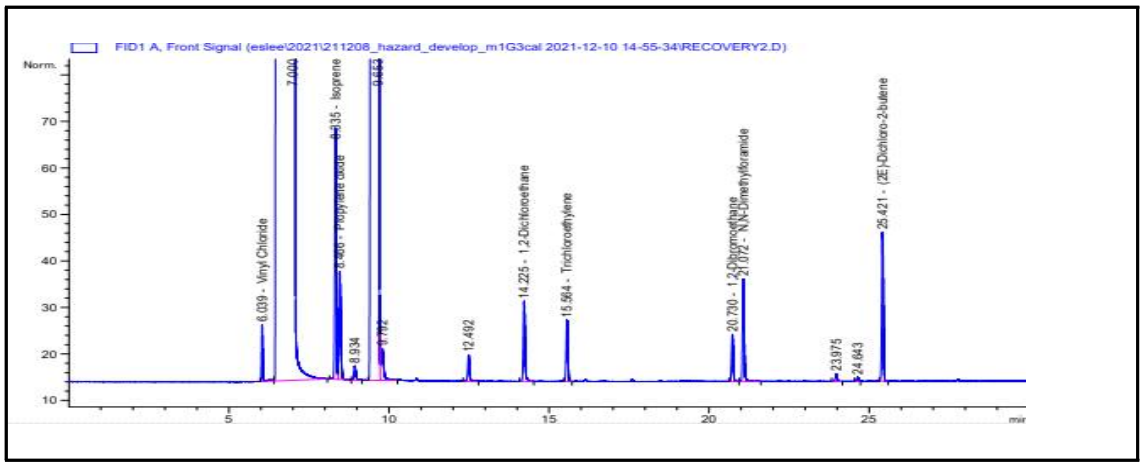



그림 1. 1,2-디브로모에탄 크로마토그램(예시)

표 3. 1,2-디브로모에탄의 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9998 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 96.9 | 99.7 |
| 정밀도(% RSD) | 1.7 | 1.6 |

[97-1-419](유독물질), 06-4-56(금지물질)

# 1,2-Dibromo-3-chloropropane(1,2-디브로모-3-클로로프로판)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : 1,2-Dibromo-3-chloropropane(CAS No : 96-12-8)
- 수용해도 : 1.2g/L(20℃)
- 유독물질 함량 한계 : 0.1%
- 금지물질 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 1.8 mg/kg / 5.8 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 1,2-디브로모-3-클로로프로판의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 1,2-디브로모-3-클로로프로판을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 1,2-디브로모-3-클로로프로판에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 검출기: FID

불꽃이온화검출기는 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.

# 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

1,2-디브로모-3-클로로프로판 (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 메탄올 20 mL를 넣고 1,2-디브로모-3-클로로프로판(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

1,2-디브로모-3-클로로프로판 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 0.5 ~ 20 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 1,2-디브로모-3-클로로프로판의 농도를 가로축(x 축)에, 1,2-디브로모-3-클로로프로판의

면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 1,2-디브로모-3-클로로프로판의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 1,2-디브로모-3-클로로프로판 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 1,2-디브로모-3-클로로프로판 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

9.1 식품공전 잔류농약 분석법 실무 해설서

9.2 살생물제품 함유 살생물물질 함유량 분석 시험방법 자료집, (2019)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 5.8mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 1,2-디브로모-3-클로로프로판의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-5<br>(30 m × 0.25mm × 0.25 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/20 | | | | |
| 주입구 온도 | 260 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 270 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 2.0 | 10.0 | 300 | 5.0 |

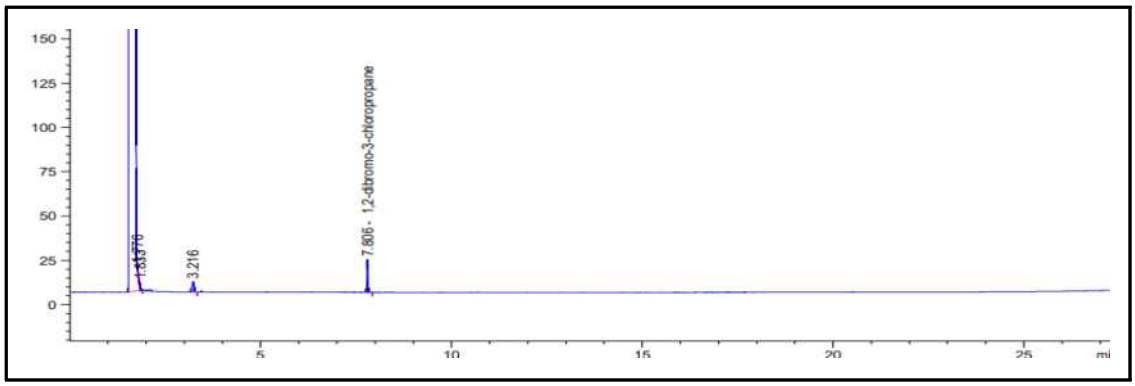



그림 1. 1,2-디브로모-3-클로로프로판 크로마토그램(예시)

표 3. 1,2-디브로모-3-클로로프로판의 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9999 | 0.9992 |
| 정확도(%) | 97.4 | 103.7 |
| 정밀도(% RSD) | 2.6 | 2.7 |

[97-1-427](유독물질),69(중점관리물질)

# 1,3-Dichloro-2-propanol(1,3-디클로로-2-프로판올)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : 1,3-Dichloro-2-propanol(CAS No : 96-23-1)
- 수용해도 : 110g/L(20℃)
- 유독물질 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 6.5 mg/kg / 20.7 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 1,3-디클로로-2-프로판올의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 1,3-디클로로-2-프로판올을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 1,3-디클로로-2-프로판올에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 검출기: FID

불꽃이온화검출기는 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.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

1,3-디클로로-2-프로판올 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 메탄올 20 mL를 넣고 1,3-디클로로-2-프로판올(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 20 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

1,3-디클로로-2-프로판올 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 0.5 ~ 20 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하

여 분석한다. 1,3-디클로로-2-프로판올의 농도를 가로축(x 축)에, 1,3-디클로로-2-프로판올의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 1,3-디클로로-2-프로판올의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 1,3-디클로로-2-프로판올 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 1,3-디클로로-2-프로판올 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

**9.1** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

**9.2** Ohno, H, Kawamura, Y, “Analysis of Acrylonitrile, 1,3-Butadiene, and Related Compounds in Acrylonitrile-Butadiene-Styrene Copolymers for Kitchen Utensils and Children’s Toys by Headspace Gas Chromatography/Mass Spectrometry”, *Journal of AOAC INTERNATIONAL*, Volume 93, Issue 6, 2010, 1965-1971

**9.3** Aromatic and halogenated volatiles, EPA Method 8021B

**9.4** ES 06601.1, 폐기물 공정시험기준, 국립환경과학원고시, 제2024-42호, (2024)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 20.7mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 1,3-디클로로-2-프로판올의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-624<br>(60 m × 0.32mm × 1.8 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/10 | | | | |
| 주입구 온도 | 250 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 270 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 2.0 | 15.0 | 250 | 5.0 |

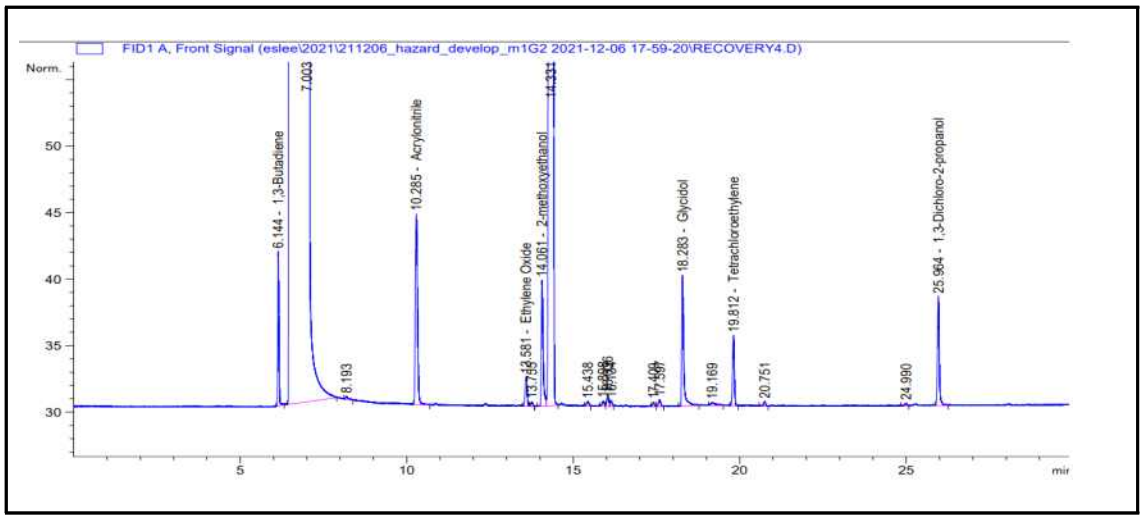



그림 1. 1,3-디클로로-2-프로판올 크로마토그램(예시)

## 표 3. 1,3-디클로로-2-프로판올의 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9997 | 0.9989 |
| 정확도(%) | 100.5 | 95.2 |
| 정밀도(% RSD) | 3.4 | 2.9 |

[97-1-445](유독물질), 06-4-57(금지물질)

# 4-Aminobiphenyl(4-아미노비페닐)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : 4-Aminobiphenyl(CAS No : 92-67-1)
- 수용해도 : 0.02 g/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 금지물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-MS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 30.6 mg/kg / 97.4 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 아조염료에 해당하는 4,4'-메틸렌디아닐린, 4,4'-메틸렌비스(2-클로로아닐린), 4,4 '-옥시비스벤젠아민, 4-아미노비페닐, 벤지딘, 2-나프틸아민, p-아미노아조벤젠의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피/질량분석기로 시료 중 아조염료를 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 4-아미노비페닐에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 3와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 질량분석기 (MS, mass spectrometer)

이온화방식은 전자충격법 (EI, electron impact)을 사용하며 이온화에너지는 35 eV ~ 70 eV을 사용한다. 질량분석기는 자기장형 (magnetic sector), 사중극자형 (quardrupole) 및 이온

트랩형 (ion trap) 등의 성능을 가진 것을 사용한다. 정량분석에는 선택이온검출법 (SIM, Selected Ion Monitoring)을 이용하는 것이 바람직하다. 선택하는 이온들은 표 2의 이온을 사용할 수 있다.

## 4. 시약 및 표준용액

이 시험방법에 사용되는 시약들은 특별히 순도와 등급이 명시된 경우를 제외하고는 HPLC 또는 잔류농약급을 사용하여야 하며, 다른 시약의 경우는 특급 (GR 또는 ACS 등급) 이상을 사용한다.

**4.1.1** 메탄올 (methanol, $CH_3OH$)

**4.1.2** 클로로벤젠 (Chlorobenzene, $C_6H_5Cl$)

**4.1.3** 아세토니트릴 (Acetonitrile, $CH_3CN$)

**4.1.4** 메틸 t-부틸 에테르 (MTBE, methyl t-butyl ether, $C_5H_{12}O$)

**4.1.5** n-펜탄 (n-Pentane, $C_5H_{12}$)

**4.1.6** 차아황산나트륨(Sodium dithionite, $Na_2S_2O_4$) 용액 :

약 60 g의 차아황산나트륨($Na_2S_2O_4$)을 400 mL 정제수로 용해시킨다. 용해되지 않은 것은 초음파를 사용하여 완전히 용해시키며 이 용액은 시험 당일 제조한다.

**4.1.7** 0.06 M 구연산 완충 용액(pH 6) :

구연산($C_6H_8O_7$) 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.

**4.1.8** 4-아미노비페닐 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 메탄올 20 mL를 넣고 4-아미노비페닐(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃ 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성

상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

### 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상

대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \ \bar{x}\text{=평균})$$

## 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에

는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 0.1 g을 무게를 측정하여 70 ℃로 예열된 구연산 완충 용액 15 mL를 가한다. 반응 용기를 밀폐하고 70 ℃에서 30분 동안 처리한다. 그 후 바로 실온으로 냉각시킨다. 3 mL의 차아황산나트륨 수용액을 아조 그룹의 환원 분해를 위해 반응 용기에 첨가한다. 그런 뒤 강하게 흔들어 섞고, 즉시 70 ℃에서 30분 동안 처리한다. 그리고 2분 이내에 실온인 (20 ~ 25) ℃로 냉각시킨다. 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.

### 7.2 검정곡선의 작성

4-아미노비페닐 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 0.1 ~ 5 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 4-아미노비페닐의 농도를 가로축(x 축)에, 4-아미노비페닐의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 4-아미노비페닐의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 4-아미노비페닐 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 4-아미노비페닐 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

9.1 어린이 용품 함유 아조염료 함량시험방법, 2012

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 97.4 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 4-아미노비페닐의 질량스펙트럼 특성 이온(예시)**

| 화합물명 | 제1선택이온 (m/z) | 제2선택이온 (m/z) |
|---|---|---|
| 4-아미노비페닐 | 169 | 168, 167 |

**표 3. 4-아미노비페닐의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-35<br>(30 m × 0.25mm × 0.25 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | |
| 주입구 온도 | 260 ℃ | | | | |
| 이송관 온도 | 300 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 310 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 100.0 | 2.0 | 15.0 | 310 | 6.0 |
| 이온화방법 | EI (Electron Impact), 70 eV | | | | |

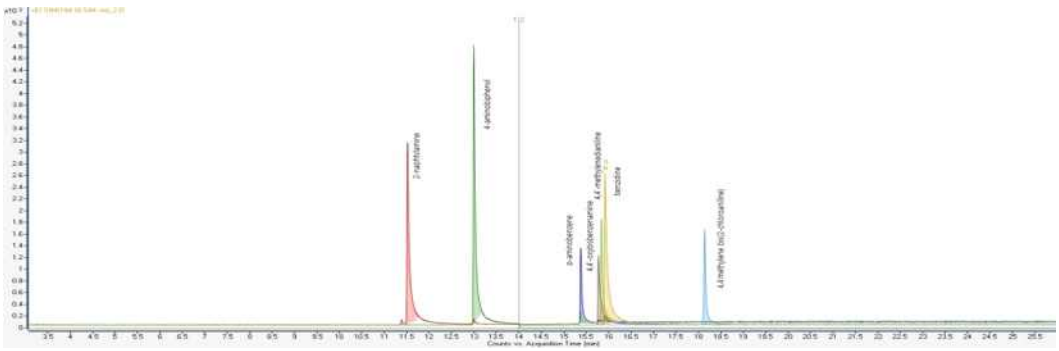


그림 1. 아조염료 크로마토그램(예시)

**표 5. 4-아미노비페닐의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9996 | 0.9992 |
| 정확도(%) | 101.2 | 103.0 |
| 정밀도(% RSD) | 2.6 | 1.3 |

[97-1-447](유독물질), 15(중점관리물질)

# p-Aminoazobezene(p-아미노아조벤젠)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : p-Aminoazobezene(CAS No : 60-09-3)
- 수용해도 : 0.032 g/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-MS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 40.2 mg/kg / 128.0 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 아조염료에 해당하는 4,4'-메틸렌디아닐린, 4,4'-메틸렌비스(2-클로로아닐린), 4,4 '-옥시비스벤젠아민, 4-아미노비페닐, 벤지딘, 2-나프틸아민, p-아미노아조벤젠의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피/질량분석기로 시료 중 아조염료를 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 4,4 '-옥시비스벤젠아민에 적용할 수 있다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 p-아미노아조벤젠에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 3와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 질량분석기 (MS, mass spectrometer)

이온화방식은 전자충격법 (EI, electron impact)을 사용하며 이온화에너지는 35 eV ~ 70

eV을 사용한다. 질량분석기는 자기장형 (magnetic sector), 사중극자형 (quardrupole) 및 이온 트랩형 (ion trap) 등의 성능을 가진 것을 사용한다. 정량분석에는 선택이온검출법 (SIM, Selected Ion Monitoring)을 이용하는 것이 바람직하다. 선택하는 이온들은 표 2의 이온을 사용할 수 있다.

## 4. 시약 및 표준용액

이 시험방법에 사용되는 시약들은 특별히 순도와 등급이 명시된 경우를 제외하고는 HPLC 또는 잔류농약급을 사용하여야 하며, 다른 시약의 경우는 특급 (GR 또는 ACS 등급) 이상을 사용한다.

**4.1.1** 메탄올 (methanol, $CH_3OH$)

**4.1.2** 클로로벤젠 (Chlorobenzene, $C_6H_5Cl$)

**4.1.3** 아세토니트릴 (Acetonitrile, $CH_3CN$)

**4.1.4** 메틸 t-부틸 에테르 (MTBE, methyl t-butyl ether, $C_5H_{12}O$)

**4.1.5** n-펜탄 (n-Pentane, $C_5H_{12}$)

**4.1.6** 차아황산나트륨(Sodium dithionite, $Na_2S_2O_4$) 용액 :

약 60 g의 차아황산나트륨($Na_2S_2O_4$)을 400 mL 정제수로 용해시킨다. 용해되지 않은 것은 초음파를 사용하여 완전히 용해시키며 이 용액은 시험 당일 제조한다.

**4.1.7** 0.06 M 구연산 완충 용액(pH 6) :

구연산($C_6H_8O_7$) 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.

**4.1.8** p-아미노아조벤젠 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 메탄올 20 mL를 넣고 p-아미노아조벤젠 (순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃ 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이

것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

### 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해

검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

시료 약 0.1 g을 무게를 측정하여 70 ℃로 예열된 구연산 완충 용액 15 mL를 가한다. 반응 용기를 밀폐하고 70 ℃에서 30분 동안 처리한다. 그 후 바로 실온으로 냉각시킨다. 3 mL의 차아황산나트륨 수용액을 아조 그룹의 환원 분해를 위해 반응 용기에 첨가한다. 그런 뒤 강하게 흔들어 섞고, 즉시 70 ℃에서 30분 동안 처리한다. 그리고 2분 이내에 실온인 (20 ~ 25) ℃로 냉각시킨다. 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 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다. 필요시 희석하여 시험용액으로 한다.

## 7.2 검정곡선의 작성

p-아미노아조벤젠 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 0.1 ~ 5 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. p-아미노아조벤젠의 농도를 가로축(x 축)에, p-아미노아조벤젠의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

## 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

# 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 p-아미노아조벤젠의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 p-아미노아조벤젠 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 p-아미노아조벤젠 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

$V$ : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌


9.1 어린이 용품 함유 아조염료 함량시험방법, 2012

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)


## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 128.0 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. p-아미노아조벤젠의 질량스펙트럼 특성 이온(예시)**

| 화합물명 | 제1선택이온 (m/z) | 제2선택이온 (m/z) |
|---|---|---|
| 4-아미노비페닐 | 92 | 197, 77 |

**표 3. p-아미노아조벤젠의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-35<br>(30 m × 0.25mm × 0.25 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | |
| 주입구 온도 | 260 ℃ | | | | |
| 이송관 온도 | 300 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 310 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 100.0 | 2.0 | 15.0 | 310 | 6.0 |
| 이온화방법 | EI (Electron Impact), 70 eV | | | | |

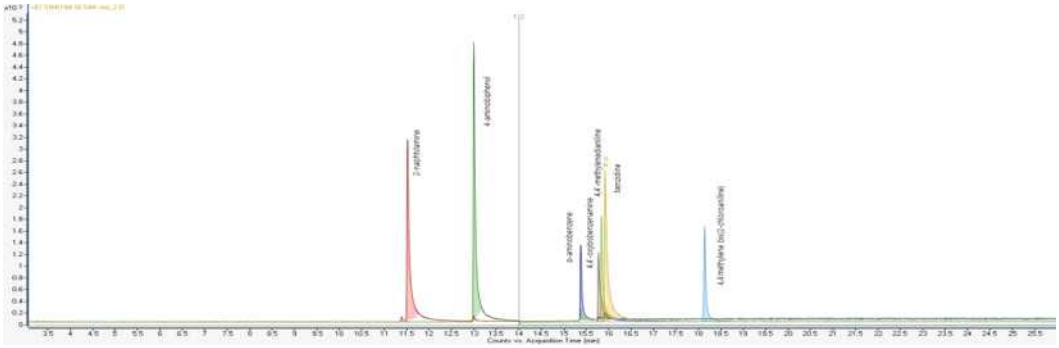


**그림 1. 아조염료 크로마토그램(예시)**

**표 4. p-아미노아조벤젠의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9981 | 0.9992 |
| 정확도(%) | 96.0 | 100.7 |
| 정밀도(% RSD) | 3.1 | 2.4 |

[97-1-471](유독물질), 236(중점관리물질)

# 13-cis-Retinoic acid(13-cis-레틴산)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : 13-cis-Retinoic acid(CAS No : 4759-48-2)
- 수용해도 : < 1 mg/mL(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : HPLC-UVD
- 방법검출한계 및 정량한계 : 2.29 mg/kg / 7.3 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 13-cis-레틴산의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 고성능액체크로마토그래피법으로 시료 중 13-cis-레틴산를 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 13-cis-레틴산에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1. 고성능액체크로마토그래프

고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이이검출기, DAD) 또는 형광 검출기로 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 $\mu$L~100 $\mu$L의 범위 내의 것을 사용한다.

고성능액체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

## 4. 시약 및 표준용액

테트라하이드로퓨란(tetrahydrofuran, $C_4H_8O$, 분자량 : 72.10)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

13-cis-레틴산 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 테트라하이드로퓨란 20 mL를 넣고 13-cis-레틴산(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

13-cis-레틴산 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.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

[비고 1] 13-cis-레틴산은 빛과 열에 의해 분해산물을 생성시킬 수 있으므로 빛과 열을 차단하여 신속하게 시험한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

13-cis-레틴산 표준용액(100 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (0.2 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 13-cis-레틴산의 농도를 가로축(x 축)에, 13-cis-레틴산의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주입한다. 액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 시료 중 13-cis-레틴산의 농도를 계산한다.

$$\text{시료 중 분석물질의 농도(\%)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times 10^{-4} \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 13-cis-레틴산 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 13-cis-레틴산 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9.0 참고문헌

**9.1** Hsi, S-L, Surman, P, Al-Kassas, R, “Development of a stability-indicating UPLC method for determination of isotretinoin in bulk drug”, *Pharm. Dev. Technol*, Vol 24, Issue 2, 2019. 189-198

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 7.3 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 13-cis-레틴산의 고성능액체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 |
|---|---|
| 컬럼 | $C_{18}$ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) |
| 이동상 | A : Methanol, Water, acetic acid (30:70:0.5)<br>B : Methanol. Acetonitrile, Water, Acetic acid (70:25:4.5:0.5) |
| 유속 | 1 mL/min |
| 주입량 | 10 μL |
| 컬럼 온도 | 25 ℃ |
| 파장 | 355 nm |

이동상 세부:

| 시간 | A(%) | B(%) |
|---|---|---|
| 0~3 | 38 | 62 |
| 9 | 0 | 100 |
| 15 | 0 | 100 |
| 16 | 38 | 62 |
| 20 | 38 | 62 |

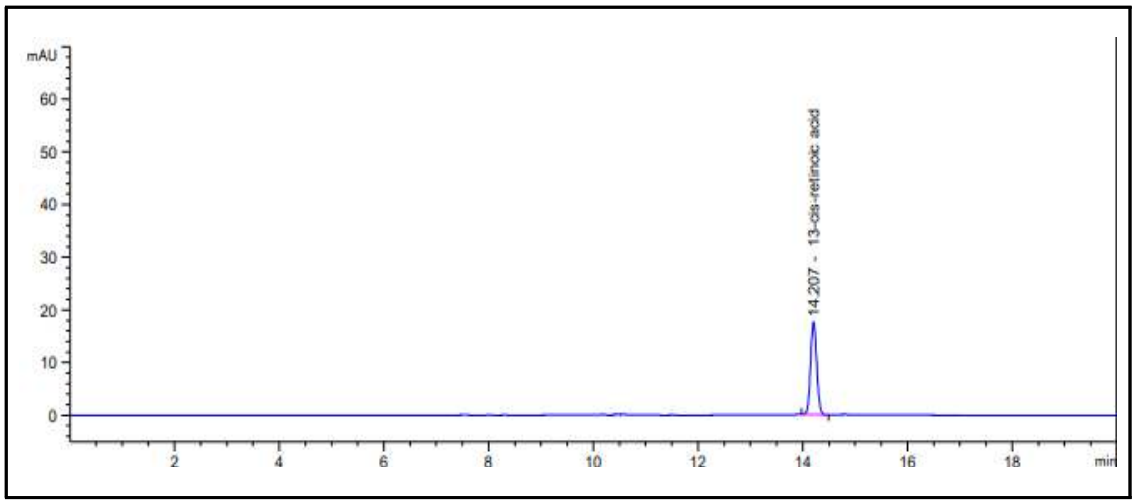



그림 1. 13-cis-레틴산 크로마토그램(예시)

표 3. 13-cis-레틴산 정도관리 결과

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9999 | 1.0000 |
| 정확도(%) | 99.0 | 99.4 |
| 정밀도(% RSD) | 2.9 | 0.6 |

[98-1-479](유독물질), 06-5-13(제한물질), 81(중점관리물질)

# 4,4 ‘-Methylene bis(2-chloroaniline)(4,4 ‘-메틸렌비스(2-클로로아닐린))

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : 4,4 ‘-Methylene bis(2-chloroaniline)(CAS No : 101-14-4)
- 수용해도 : insoluble
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 제한물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-MS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 46.6 mg/kg / 138.9 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 아조염료에 해당하는 4,4’-메틸렌디아닐린, 4,4’-메틸렌비스(2-클로로아닐린), 4,4 ‘-옥시비스벤젠아민, 4-아미노비페닐, 벤지딘, 2-나프틸아민, p-아미노아조벤젠의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피/질량분석기로 시료 중 아조염료를 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 4,4’-메틸렌비스(2-클로로아닐린)에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 3와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 질량분석기 (MS, mass spectrometer)

이온화방식은 전자충격법 (EI, electron impact)을 사용하며 이온화에너지는 35 eV ~ 70 eV을

사용한다. 질량분석기는 자기장형 (magnetic sector), 사중극자형 (quardrupole) 및 이온트랩형 (ion trap) 등의 성능을 가진 것을 사용한다. 정량분석에는 선택이온검출법 (SIM, Selected Ion Monitoring)을 이용하는 것이 바람직하다. 선택하는 이온들은 표 2의 이온을 사용할 수 있다.

## 4. 시약 및 표준용액

이 시험방법에 사용되는 시약들은 특별히 순도와 등급이 명시된 경우를 제외하고는 HPLC 또는 잔류농약급을 사용하여야 하며, 다른 시약의 경우는 특급 (GR 또는 ACS 등급) 이상을 사용한다.

**4.1.1** 메탄올 (methanol, $CH_3OH$)

**4.1.2** 클로로벤젠 (Chlorobenzene, $C_6H_5Cl$)

**4.1.3** 아세토니트릴 (Acetonitrile, $CH_3CN$)

**4.1.4** 메틸 t-부틸 에테르 (MTBE, methyl t-butyl ether, $C_5H_{12}O$)

**4.1.5** n-펜탄 (n-Pentane, $C_5H_{12}$)

**4.1.6** 차아황산나트륨(Sodium dithionite, $Na_2S_2O_4$) 용액 :

약 60 g의 차아황산나트륨($Na_2S_2O_4$)을 400 mL 정제수로 용해시킨다. 용해되지 않은 것은 초음파를 사용하여 완전히 용해시키며 이 용액은 시험 당일 제조한다.

**4.1.7** 0.06 M 구연산 완충 용액(pH 6) :

구연산($C_6H_8O_7$) 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.

**4.1.8** 4,4'-메틸렌비스(2-클로로아닐린) 표준원액 (1,000 mg/L) : 고순도(99 % 이상)의 특급 시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다. 25 mL 부피플라스크에 메탄올 20 mL를 넣고 4,4'-메틸렌비스(2-클로로아닐린)(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃ 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성

상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

### 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상

대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에

는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

시료 약 0.1 g을 무게를 측정하여 70 ℃로 예열된 구연산 완충 용액 15 mL를 가한다. 반응 용기를 밀폐하고 70 ℃에서 30분 동안 처리한다. 그 후 바로 실온으로 냉각시킨다. 3 mL의 차아황산나트륨 수용액을 아조 그룹의 환원 분해를 위해 반응 용기에 첨가한다. 그런 뒤 강하게 흔들어 섞고, 즉시 70 ℃에서 30분 동안 처리한다. 그리고 2분 이내에 실온인 (20 ~ 25) ℃로 냉각시킨다. 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 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다. 필요시 희석하여 시험용액으로 한다.

## 7.2 검정곡선의 작성

4,4'-메틸렌비스(2-클로로아닐린) 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 0.1 ~ 5 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 4,4'-메틸렌비스(2-클로로아닐린)의 농도를 가로축(x 축)에, 4,4'-메틸렌비스(2-클로로아닐린)의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

## 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

# 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 4,4'-메틸렌비스(2-클로로아닐린)의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 4,4'-메틸렌비스(2-클로로아닐린) 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 4,4'-메틸렌비스(2-클로로아닐린) 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

$V$ : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌


9.1 어린이 용품 함유 아조염료 함량시험방법, 2012

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)


## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 138.9 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 4,4'-메틸렌비스(2-클로로아닐린)의 질량스펙트럼 특성 이온(예시)**

| 화합물명 | 제1선택이온 (m/z) | 제2선택이온 (m/z) |
|---|---|---|
| 4-아미노비페닐 | 231 | 268, 266 |

**표 3. 4,4'-메틸렌비스(2-클로로아닐린)의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-35<br>(30 m × 0.25mm × 0.25 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | |
| 주입구 온도 | 260 ℃ | | | | |
| 이송관 온도 | 300 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 310 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 100.0 | 2.0 | 15.0 | 310 | 6.0 |
| 이온화방법 | EI (Electron Impact), 70 eV | | | | |

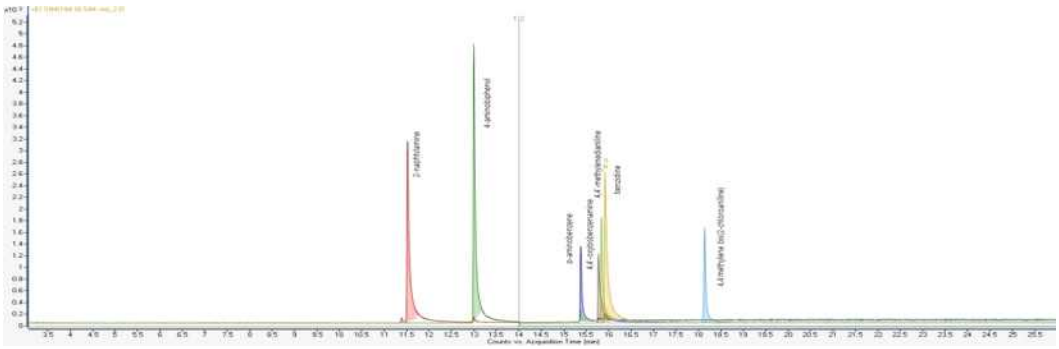


그림 1. 아조염료 크로마토그램(예시)

**표 4. 4,4'-메틸렌비스(2-클로로아닐린)의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9950 | 0.9990 |
| 정확도(%) | 83.7 | 102.7 |
| 정밀도(% RSD) | 4.6 | 1.6 |

[98-1-481](유독물질), 66(중점관리물질)

# (Epoxyethyl)benzene((에폭시에틸)벤젠)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : (Epoxyethyl)benzene(CAS No : 96-09-3)
- 수용해도 : 3g/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 1.1 mg/kg / 3.4 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 (에폭시에틸)벤젠의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 (에폭시에틸)벤젠을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 (에폭시에틸)벤젠에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 ㎛, 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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 검출기: FID

불꽃이온화검출기는 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.

# 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

(에폭시에틸)벤젠 (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 메탄올 20 mL를 넣고 (에폭시에틸)벤젠(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

(에폭시에틸)벤젠 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 0.1 ~ 5 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. (에폭시에틸)벤젠의 농도를 가로축(x 축)에, (에폭시에틸)벤젠의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)

에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 (에폭시에틸)벤젠의 농도를 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)

## 9. 참고문헌


9.1 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

9.2 Ohno, H, Kawamura, Y, “Analysis of Acrylonitrile, 1,3-Butadiene, and Related Compounds in Acrylonitrile-Butadiene-Styrene Copolymers for Kitchen Utensils and Children’s Toys by Headspace Gas /Mass Spectrometry”, *Journal of AOAC INTERNATIONAL*, Volume 93, Issue 6, 2010, 1965-1971

9.3 Aromatic and halogenated volatiles, EPA Method 8021B

9.4 ES 06601.1, 폐기물 공정시험기준, 국립환경과학원고시, 제2024-42호, (2024)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 3.4mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. (에폭시에틸)벤젠의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-624<br>(60 m × 0.32 mm × 1.8 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | |
| 주입구 온도 | 260 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 270 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 2.0 | 15.0 | 250 | 10.0 |

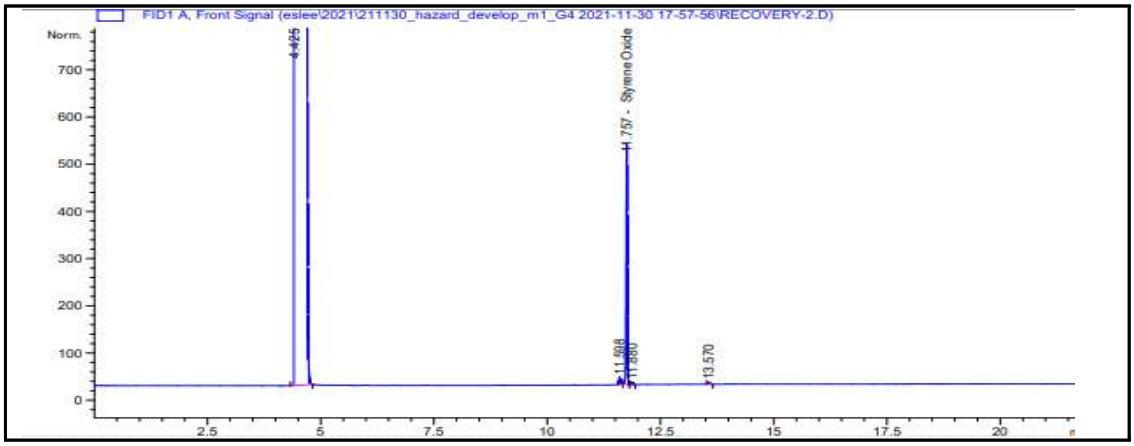



그림 1. (에폭시에틸)벤젠 크로마토그램(예시)

**표 3. (에폭시에틸)벤젠의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9994 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 96.1 | 104.9 |
| 정밀도(% RSD) | 3.2 | 1.1 |

# 99-1-506

< 유독물질 지정 내용 >

| 고유번호 | 화학물질의 명칭 |
|---|---|
| 99-1-506 | 중크롬산[Dichromic acid; 13530-68-2] 또는 그 염류 및 중크롬산 염류를 0.1% 이상 함유한 혼합물 |

< 분석 대상 물질 >

| 화학물질 명칭(영문) | CAS No | 분석법 | 페이지 |
|---|---|---|---|
| 중크롬산암모늄(Ammonium dichromate) | 7789-09-5 | UV/VIS | 844 |
| 중크롬산 나트륨 이수화물(Sodium dichromate dihydrate ; Chromic acid (H2Cr2O7), sodium salt, hydrate (1:2:2) ) | 7789-12-0 | UV/VIS | 852 |
| 중크롬산칼륨(potassium dichromate) | 7778-50-9 | UV/VIS | 860 |

[99-1-506](유독물질), 06-5-10(제한물질), 288(중점관리물질)

# Ammonium dichromate(중크롬산암모늄)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Ammonium dichromate(CAS No : 7789-09-5)
- 수용해도 : 35.6 g/100 mL (20 ℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 제한물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : UV/Vis
- 방법검출한계 및 정량한계 : 6.69 mg/kg / 21.3 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 6가 크로뮴(99-1-506)을 함유한 중크롬산칼륨, 중크롬산암모늄 등의 금속화합물을 알칼리 분해하여 시료용액에 함유된 6가 크로뮴과 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.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 자외선/가시선 분광광도계 (UV/VIS)

3.1.1 자외선/가시선 분광광도계(UV/VIS)는 광원부, 파장선택부, 시료부 및 측광부로 구성되고 광원부에서 측광부까지의 광학계에는 측정목적에 따라 여러 가지 형식이 있다.

3.1.2 광원부의 광원으로 가시부와 근적외부의 광원으로는 주로 텅스텐램프를 사용하고 자외부의 광원으로는 주로 중수소 방정관을 사용한다.

### 3.2 흡수셀

3.2.1 시료액의 흡수파장이 약 370 nm이상일 때는 석영 또는 경질유리 흡수셀을 사용하고 약 370 nm이하 일 때는 석영 흡수셀을 사용한다.

3.2.2 따로 흡수셀의 길이를 지정하지 않았을 때는 10 mm셀을 사용한다.

3.2.3 흡수셀에는 시험용액으로 흡수셀을 씻은 다음 셀의 약 80 %까지 넣고 외면이 젖어 있을 때는 깨끗이 닦는다. 필요하면(휘발성 용매를 사용할 때와 같은 경우)흡수셀에 마개를 하고 흡수셀에 방향성이 있을 때는 항상 방향을 일정하게 하여 사용한다.

### 3.3 가열교반장치

분해용액이 (90 ~ 95) ℃에서 유지될 수 있고 연속 자동 교반 능력이 있는 장치를 사용한다.

### 3.4 pH 측정기

pH 범위는 0 ~ 14, 정확도 ± 0.03의 성능을 갖춘 장비를 사용한다.

### 3.5 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.

### 3.6 코니칼 비커

### 3.7 거름종이

0.45 $\mu$m 직경의 셀룰로오즈 또는 폴리카보네이트 막 거름종이

### 3.8 시계접시

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

#### 4.1.1 질산 (Nitric acid, $HNO_3$, (69 ~ 71) %)

#### 4.1.2 탄산나트륨 (Sodium carbonate, $Na_2CO_3$)

#### 4.1.3 수산화나트륨 (Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.4 무수 염화마그네슘 (Magnesium chloride anhydrous, $MgCl_2$)

#### 4.1.5 인산수소칼륨 (potassium monohydrogen phophate, $K_2HPO_4$)

#### 4.1.6 인산이수소칼륨 (Potassium dihydrogen phosphate, $KH_2PO_4$)

#### 4.1.7 인산염 완충용액 pH 7

1 M 인산수소칼륨 용액(4.1.7.1) 61.5 mL와 1 M 인산이수소칼륨(4.1.7.2) 38.5 mL를 혼합하여 제조한다. pH측정기를 이용하여 제조된 완충용액의 pH가 7.0 ± 0.1이어야 한다.

##### 4.1.7.1 인산수소칼륨 용액 1 M

인산수소칼륨(4.1.5) 87.09 g을 정확히 달아 정제수에 녹이고 500 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

##### 4.1.7.2 인산이수소칼륨 용액 1 M

인산이수소칼륨(4.1.6) 68.04 g을 정확히 달아 정제수에 녹이고 500 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

#### 4.1.8 황산 (Sulfuric acid, $H_2SO_4$, (96 ~ 98) %)

#### 4.1.9 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.

#### 4.1.10 다이페닐카바자이드 (Diphenylcarbazide, $C_{16}H_{14}N_4O$)

#### 4.1.11 다이페닐카바자이드 용액 0.5 %

다이페닐카바자이드(4.1.10) 0.25 g을 아세톤 50 mL에 녹여 조제 후 갈색병에 보관한다. 이 조제 후 색이 변하면 사용하지 않는다.

#### 4.1.12 중크롬산칼륨 (Potassium dichromate, $K_2Cr_2O_7$)

### 4.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질 생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용한다.

#### 4.2.1 6가 크로뮴 표준물질 (1,000 mg/L)

#### 4.2.2 6가 크로뮴 표준물질 (100 mg/L)

6가 크로뮴 표준물질(1,000 mg/L) (4.2.1) 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 취한 후 정제수로 표선까지 정확히 맞춘다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

### 7.1.1 알칼리 분해

**7.1.1.1** 시료 2.5 g을 정확히 달아 250 mL용량의 비커 또는 코니컬 비커에 담는다.

**7.1.1.2** 각각의 시료에 알칼리 분해용액 50 mL를 넣어준 후 염화마그네슘 0.4 g과 인산염 완충액 0.5 mL를 첨가한다.

**7.1.1.3** 비커에 시계접시 또는 플라스틱 덮개를 덮고, (90 ~ 95) ℃를 유지하면서 1시간 동안 교반한다.

**7.1.1.4** 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.

**7.1.1.5** 10 % 황산을 이용하여 pH를 (2.0 ± 0.5)로 맞춘다. 필요시에는 필터로 여과하고, 색이 있는 경우 C18 카트리지를 사용하여 여과한다.

**7.1.1.6** 위 용액에 다이페닐카바자이드 용액 2 mL을 넣고 정제수로 표선을 맞춘 다음 몇 번 뒤집어 섞은 후 5분 ~ 10분간 방치하여 발색시킨다.

**7.1.1.7** 발색시킨 용액 적당량을 셀로 취한 후 540 nm에서 흡광도를 측정한다.

## 7.2 검정곡선의 작성

**7.2.1** 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 mL을 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.

**7.2.2** 이하 7.1.1.7 과 같은 방법으로 측정하여 금속의 농도와 측정값으로부터 검정곡선을 작성한다.

**7.2.3** 6가 크로뮴의 농도(mg/L)를 가로축(x 축)에, 흡광도를 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

## 7.3 측정법

**7.3.1** 전처리 및 발색과정을 거친 시험용액은 자외선 분광광도계를 이용하여 540 nm의 파장에서 측정한다.

**7.3.2** 시료에서 측정한 6가 크로뮴의 측정값을 검정곡선의 y 값에 대입하여 농도(mg/L)를 계산한다.

시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 6가 크로뮴의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 6가 크로뮴의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 6가 크로뮴의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

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(2.42)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** Method 3060A : Alkaline digestion for hexavalent chromium (1996. 12.)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 21.3 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 중크롬산암모늄의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9969 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 105.7 | 99.6 |
| 정밀도(% RSD) | 1.6 | 0.9 |

[99-1-506](유독물질), 06-5-10(제한물질), 325(2)(중점관리물질)

# Sodium dichromate dihydrate(중크롬산 나트륨 이수화물)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Sodium dichromate dihydrate; Chromic acid (H2Cr2O7), sodium salt, hydrate (1:2:2)(CAS No : 7789-12-0)
- 수용해도 : 730 g/L (20 ℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 제한물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : UV/Vis
- 방법검출한계 및 정량한계 : 7.91 mg/kg / 25.2 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 6가 크로뮴(99-1-506)을 함유한 중크롬산칼륨, 중크롬산암모늄 등의 금속화합물을 알칼리 분해하여 시료용액에 함유된 6가 크로뮴과 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.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 자외선/가시선 분광광도계 (UV/VIS)

**3.1.1** 자외선/가시선 분광광도계(UV/VIS)는 광원부, 파장선택부, 시료부 및 측광부로 구성되고 광원부에서 측광부까지의 광학계에는 측정목적에 따라 여러 가지 형식이 있다.

**3.1.2** 광원부의 광원으로 가시부와 근적외부의 광원으로는 주로 텅스텐램프를 사용하고 자외부의 광원으로는 주로 중수소 방정관을 사용한다.

### 3.2 흡수셀

**3.2.1** 시료액의 흡수파장이 약 370 nm이상일 때는 석영 또는 경질유리 흡수셀을 사용하고 약 370 nm이하 일 때는 석영 흡수셀을 사용한다.

**3.2.2** 따로 흡수셀의 길이를 지정하지 않았을 때는 10 mm셀을 사용한다.

**3.2.3** 흡수셀에는 시험용액으로 흡수셀을 씻은 다음 셀의 약 80 %까지 넣고 외면이 젖어 있을 때는 깨끗이 닦는다. 필요하면(휘발성 용매를 사용할 때와 같은 경우)흡수셀에 마개를 하고 흡수셀에 방향성이 있을 때는 항상 방향을 일정하게 하여 사용한다.

### 3.3 가열교반장치

분해용액이 (90 ~ 95) ℃에서 유지될 수 있고 연속 자동 교반 능력이 있는 장치를 사용한다.

### 3.4 pH 측정기

pH 범위는 0 ~ 14, 정확도 ± 0.03의 성능을 갖춘 장비를 사용한다.

### 3.5 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.

### 3.6 코니칼 비커

### 3.7 거름종이

0.45 $\mu$m 직경의 셀룰로오즈 또는 폴리카보네이트 막 거름종이

### 3.8 시계접시

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

#### 4.1.1 질산 (Nitric acid, $HNO_3$, (69 ~ 71) %)

#### 4.1.2 탄산나트륨 (Sodium carbonate, $Na_2CO_3$)

#### 4.1.3 수산화나트륨 (Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.4 무수 염화마그네슘 (Magnesium chloride anhydrous, $MgCl_2$)

#### 4.1.5 인산수소칼륨 (potassium monohydrogen phophate, $K_2HPO_4$)

#### 4.1.6 인산이수소칼륨 (Potassium dihydrogen phosphate, $KH_2PO_4$)

#### 4.1.7 인산염 완충용액 pH 7

1 M 인산수소칼륨 용액(4.1.7.1) 61.5 mL와 1 M 인산이수소칼륨(4.1.7.2) 38.5 mL를 혼합하여 제조한다. pH측정기를 이용하여 제조된 완충용액의 pH가 7.0 ± 0.1이어야 한다.

##### 4.1.7.1 인산수소칼륨 용액 1 M

인산수소칼륨(4.1.5) 87.09 g을 정확히 달아 정제수에 녹이고 500 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

##### 4.1.7.2 인산이수소칼륨 용액 1 M

인산이수소칼륨(4.1.6) 68.04 g을 정확히 달아 정제수에 녹이고 500 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

#### 4.1.8 황산 (Sulfuric acid, $H_2SO_4$, (96 ~ 98) %)

#### 4.1.9 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.

#### 4.1.10 다이페닐카바자이드 (Diphenylcarbazide, $C_{16}H_{14}N_4O$)

#### 4.1.11 다이페닐카바자이드 용액 0.5 %

다이페닐카바자이드(4.1.10) 0.25 g을 아세톤 50 mL에 녹여 조제 후 갈색병에 보관한다. 이 조제 후 색이 변하면 사용하지 않는다.

#### 4.1.12 중크롬산칼륨 (Potassium dichromate, $K_2Cr_2O_7$)

### 4.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질 생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용한다.

#### 4.2.1 6가 크로뮴 표준물질 (1,000 mg/L)

#### 4.2.2 6가 크로뮴 표준물질 (100 mg/L)

6가 크로뮴 표준물질(1,000 mg/L) (4.2.1) 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 취한 후 정제수로 표선까지 정확히 맞춘다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

### 7.1.1 알칼리 분해

**7.1.1.1** 시료 2.5 g을 정확히 달아 250 mL용량의 비커 또는 코니컬 비커에 담는다.

**7.1.1.2** 각각의 시료에 알칼리 분해용액 50 mL를 넣어준 후 염화마그네슘 0.4 g과 인산염 완충액 0.5 mL를 첨가한다.

**7.1.1.3** 비커에 시계접시 또는 플라스틱 덮개를 덮고, (90 ~ 95) ℃를 유지하면서 1시간 동안 교반한다.

**7.1.1.4** 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.

**7.1.1.5** 10 % 황산을 이용하여 pH를 (2.0 ± 0.5)로 맞춘다. 필요시에는 필터로 여과하고, 색이 있는 경우 C18 카트리지를 사용하여 여과한다.

**7.1.1.6** 위 용액에 다이페닐카바자이드 용액 2 mL을 넣고 정제수로 표선을 맞춘 다음 몇 번 뒤집어 섞은 후 5분 ~ 10분간 방치하여 발색시킨다.

**7.1.1.7** 발색시킨 용액 적당량을 셀로 취한 후 540 nm에서 흡광도를 측정한다.

## 7.2 검정곡선의 작성

**7.2.1** 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 mL을 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.

**7.2.2** 이하 7.1.1.7 과 같은 방법으로 측정하여 금속의 농도와 측정값으로부터 검정곡선을 작성한다.

**7.2.3** 6가 크로뮴의 농도(mg/L)를 가로축(x 축)에, 흡광도를 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

## 7.3 측정법

**7.3.1** 전처리 및 발색과정을 거친 시험용액은 자외선 분광광도계를 이용하여 540 nm의 파장에서 측정한다.

**7.3.2** 시료에서 측정한 6가 크로뮴의 측정값을 검정곡선의 y 값에 대입하여 농도(mg/L)를 계산한다.

시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 6가 크로뮴의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 6가 크로뮴의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 6가 크로뮴의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

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(2.69)

### 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

9.1 Method 3060A : Alkaline digestion for hexavalent chromium (1996. 12.)

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 25.2 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 중크롬산 나트륨 이수화물의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9969 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 105.7 | 99.6 |
| 정밀도(% RSD) | 1.6 | 0.9 |

[99-1-506](유독물질), 06-5-10(제한물질), 268(중점관리물질)

# Potassium dichromate(중크롬산칼륨)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Potassium dichromate(CAS No : 7778-50-9)
- 수용해도 : 13 g/100 mL (20 ℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 제한물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : UV/Vis
- 방법검출한계 및 정량한계 : 7.82 mg/kg / 24.9 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 6가 크로뮴(99-1-506)을 함유한 중크롬산칼륨, 중크롬산암모늄 등의 금속화합물을 알칼리 분해하여 시료용액에 함유된 6가 크로뮴과 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.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 자외선/가시선 분광광도계 (UV/VIS)

3.1.1 자외선/가시선 분광광도계(UV/VIS)는 광원부, 파장선택부, 시료부 및 측광부로 구성되고 광원부에서 측광부까지의 광학계에는 측정목적에 따라 여러 가지 형식이 있다.

3.1.2 광원부의 광원으로 가시부와 근적외부의 광원으로는 주로 텅스텐램프를 사용하고 자외부의 광원으로는 주로 중수소 방정관을 사용한다.

### 3.2 흡수셀

3.2.1 시료액의 흡수파장이 약 370 nm이상일 때는 석영 또는 경질유리 흡수셀을 사용하고 약 370 nm이하 일 때는 석영 흡수셀을 사용한다.

3.2.2 따로 흡수셀의 길이를 지정하지 않았을 때는 10 mm셀을 사용한다.

3.2.3 흡수셀에는 시험용액으로 흡수셀을 씻은 다음 셀의 약 80 %까지 넣고 외면이 젖어 있을 때는 깨끗이 닦는다. 필요하면(휘발성 용매를 사용할 때와 같은 경우)흡수셀에 마개를 하고 흡수셀에 방향성이 있을 때는 항상 방향을 일정하게 하여 사용한다.

### 3.3 가열교반장치

분해용액이 (90 ~ 95) ℃에서 유지될 수 있고 연속 자동 교반 능력이 있는 장치를 사용한다.

### 3.4 pH 측정기

pH 범위는 0 ~ 14, 정확도 ± 0.03의 성능을 갖춘 장비를 사용한다.

### 3.5 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.

### 3.6 코니칼 비커

### 3.7 거름종이

0.45 $\mu$m 직경의 셀룰로오즈 또는 폴리카보네이트 막 거름종이

### 3.8 시계접시

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 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.

#### 4.1.1 질산 (Nitric acid, $HNO_3$, (69 ~ 71) %)

#### 4.1.2 탄산나트륨 (Sodium carbonate, $Na_2CO_3$)

#### 4.1.3 수산화나트륨 (Sodium hydroxide, NaOH)

#### 4.1.4 무수 염화마그네슘 (Magnesium chloride anhydrous, $MgCl_2$)

#### 4.1.5 인산수소칼륨 (potassium monohydrogen phophate, $K_2HPO_4$)

#### 4.1.6 인산이수소칼륨 (Potassium dihydrogen phosphate, $KH_2PO_4$)

#### 4.1.7 인산염 완충용액 pH 7

1 M 인산수소칼륨 용액(4.1.7.1) 61.5 mL와 1 M 인산이수소칼륨(4.1.7.2) 38.5 mL를 혼합하여 제조한다. pH측정기를 이용하여 제조된 완충용액의 pH가 7.0 ± 0.1이어야 한다.

##### 4.1.7.1 인산수소칼륨 용액 1 M

인산수소칼륨(4.1.5) 87.09 g을 정확히 달아 정제수에 녹이고 500 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

##### 4.1.7.2 인산이수소칼륨 용액 1 M

인산이수소칼륨(4.1.6) 68.04 g을 정확히 달아 정제수에 녹이고 500 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

#### 4.1.8 황산 (Sulfuric acid, $H_2SO_4$, (96 ~ 98) %)

#### 4.1.9 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.

#### 4.1.10 다이페닐카바자이드 (Diphenylcarbazide, $C_{16}H_{14}N_4O$)

#### 4.1.11 다이페닐카바자이드 용액 0.5 %

다이페닐카바자이드(4.1.10) 0.25 g을 아세톤 50 mL에 녹여 조제 후 갈색병에 보관한다. 이 조제 후 색이 변하면 사용하지 않는다.

#### 4.1.12 중크롬산칼륨 (Potassium dichromate, $K_2Cr_2O_7$)

### 4.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질 생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용한다.

#### 4.2.1 6가 크로뮴 표준물질 (1,000 mg/L)

#### 4.2.2 6가 크로뮴 표준물질 (100 mg/L)

6가 크로뮴 표준물질(1,000 mg/L) (4.2.1) 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 취한 후 정제수로 표선까지 정확히 맞춘다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

**6.1.1** 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 부록 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 실험절

차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

#### 7.1.1 알칼리 분해

7.1.1.1 시료 2.5 g을 정확히 달아 250 mL용량의 비커 또는 코니컬 비커에 담는다.

7.1.1.2 각각의 시료에 알칼리 분해용액 50 mL를 넣어준 후 염화마그네슘 0.4 g과 인산염 완충액 0.5 mL를 첨가한다.

7.1.1.3 비커에 시계접시 또는 플라스틱 덮개를 덮고, (90 ~ 95) ℃를 유지하면서 1시간 동안 교반한다.

7.1.1.4 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.

7.1.1.5 10 % 황산을 이용하여 pH를 (2.0 ± 0.5)로 맞춘다. 필요시에는 필터로 여과하고, 색이 있는 경우 C18 카트리지를 사용하여 여과한다.

7.1.1.6 위 용액에 다이페닐카바자이드 용액 2 mL을 넣고 정제수로 표선을 맞춘 다음 몇 번 뒤집어 섞은 후 5분 ~ 10분간 방치하여 발색시킨다.

7.1.1.7 발색시킨 용액 적당량을 셀로 취한 후 540 nm에서 흡광도를 측정한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

7.2.1 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 mL을 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.

7.2.2 이하 7.1.1.7 과 같은 방법으로 측정하여 금속의 농도와 측정값으로부터 검정곡선을 작성한다.

7.2.3 6가 크로뮴의 농도(mg/L)를 가로축(x 축)에, 흡광도를 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정법

7.3.1 전처리 및 발색과정을 거친 시험용액은 자외선 분광광도계를 이용하여 540 nm의 파장에서 측정한다.

7.3.2 시료에서 측정한 6가 크로뮴의 측정값을 검정곡선의 y 값에 대입하여 농도(mg/L)를 계산한다. 시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 6가 크로뮴의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 6가 크로뮴의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 6가 크로뮴의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

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(2.83)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** Method 3060A : Alkaline digestion for hexavalent chromium (1996. 12.)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 24.9 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 중크롬산칼륨의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9969 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 105.7 | 99.6 |
| 정밀도(% RSD) | 1.6 | 0.9 |

[2001-1-515](유독물질), 06-5-6(제한물질), 653(중점관리물질)

# Nonylphenols(노닐페놀류)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Nonylphenols(4-Nonylphenol/4-n-Nonylphenol)(CAS No: 84852-15-3(4-Nonylphenol)/104-40-5(4-n-Nonylphenol))
- 수용해도 : 390 g/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 2.5%
- 제한물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-MS
- 방법검출한계 및 정량한계 :
  4-Nonylphenol : 2.4 mg/kg / 7.5 mg/kg
  4-n-Nonylphenol : 1.3 mg/kg / 3.9 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 노닐페놀류의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피-질량분석법으로 시료 중 노닐페놀류를 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 노닐페놀류에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.20 mm ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ㎛ ~ 1.0 ㎛, 길이 15 m ~ 60 m의 100%-메틸폴리실록산 (100%-methyl-polysiloxane) 또는 5%-페닐메틸폴리실록산([5%-phenyl]-methylpolysiloxane)이 코팅된 DB-1, DB-5 및 DB-624 등의 모세관이나 동등한 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다. 운반기체는 순도 99.999% 이상의 질소로 유속은 0.5 mL/min ~ 2 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ℃ ~ 250 ℃, 컬럼온도는 35 ℃ ~ 250 ℃, 검출기온도는 250 ℃ ~ 280 ℃로 사용한다.

### 3.2 질량분석기

이온화 방식은 전자충격법(EI, electron impact)을 사용하며, 이온화에너지는 35 eV ~ 70 eV를 사용한다. 질량분석기는 자기장형 (magnetic sector), 사중극자형 (quardrupole) 및 이온트랩형 (ion trap) 등의 기기를 사용한다. 정량분석에는 선택이온검출법(SIM, Selected Ion Monitoring)을 이용하는 것이 바람직하다. 선택하는 이온들은 표2의 이온을 사용할 수 있다.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

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.

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.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

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.

25 mL 부피플라스크에 메탄올 20 mL를 넣고 4-n-노닐페놀 표준원액(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

노닐페놀류 혼합 표준용액(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.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이

것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

### 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해

검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

노닐페놀류 혼합표준용액(100mg/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. 표준용액을 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 노닐페놀류의 농도를 가로축(x 축)에, 노닐페놀류의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 시료 중 노닐페놀류의 농도를 계산한다.

$$\text{시료 중 분석물질의 농도(\%)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times 10^{-4} \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 노닐페놀류 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 노닐페놀류 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9.0 참고문헌

9.1 Agilent application note, Alcohols, C14 - C46 TMS derivatives High resolution analysis of heavier alcohols as TMS derivatives in marine sediments

9.2 Cassiane C. Montagner and Wilson F. Jardim, "Spatial and Seasonal Variations of Pharmaceuticals and Endocrine Disruptors in the Atibaia River, Sao Paulo State(Brazil), *Journal of the Brazilian Chemical Society*, Vol.22(8), pp.1452-1462 (2011).

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계<br>검정곡선<br>정밀도<br>정확도 | 4-노닐페놀 : 7.5 mg/kg, 4-n-노닐페놀 : 3.9 mg/kg<br>결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 %<br>상대표준편차가 10 % 이내<br>90 % ~ 110 % |

**표 2. 분석물질의 질량스펙트럼 이온**

| 물질명 | 분자량 | 제1선택이온(m/z) | 제2선택이온(m/z) |
|---|---|---|---|
| 4-노닐페놀 | 220.35 | 107 | 220 |
| 4-n-노닐페놀 | 220.35 | 107 | 220 |

**표 3. 노닐페놀류의 기체크로마토그래프/질량분석계의분석조건(예시)**

| 항목 | 조 건 |
|---|---|
| 시료 주입구 온도 | 250 ℃ |
| 시료 분할비 | 5 : 1 |
| 운반가스 | 헬륨(1.2 mL/min) |
| 컬럼 | DB-5MS(5%-Phenyl)-methylpolysiloxane)<br>30 m 길이 × 0.25 mm 안지름 × 0.25 ㎛ 필름 두께 |
| 오븐 온도 | 150 ℃ → (30 ℃/min) → 195 ℃(4.5 min)<br>→ (20 ℃/min) → 300 ℃ |
| 이송관 온도 (Transfer Line) | 250 ℃ |
| 이온 소스 온도 (Ion Source) | 230 ℃ |
| 이온화 방법 | EI (Electron Impact), 70 eV |
| 질량범위 | 35 amu ~ 500 amu |

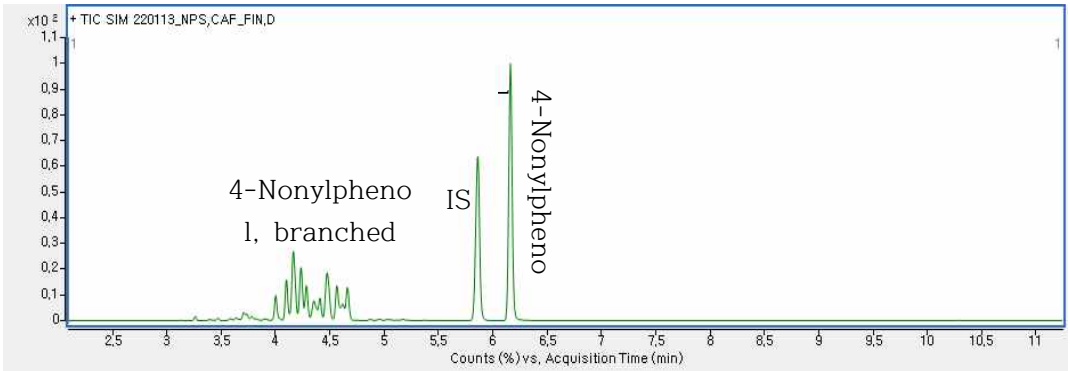



**그림 1. 노닐페놀류 크로마토그램(예시)**

**표 4. 노닐페놀류 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 4-n-노닐페놀 : 0.9993<br>4-노닐페놀 : 0.9995 | - |
| 정확도(%) | 4-n-노닐페놀 : 96.4<br>4-노닐페놀 : 103.1 | - |
| 정밀도(% RSD) | 4-n-노닐페놀 : 0.8<br>4-노닐페놀 : 1.4 | - |

[2001-1-515](유독물질), 06-5-6(제한물질), 653(중점관리물질)

# Nonylphenols(노닐페놀류)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Nonylphenols(4-Nonylphenol/4-n-Nonylphenol)(CAS No : 84852-15-3(4-Nonylphenol)/104-40-5(4-n-Nonylphenol))
- 수용해도 : 390 g/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 2.5%
- 제한물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : HPLC-FLD
- 방법검출한계 및 정량한계 :
  4-Nonylphenol : 9.2 mg/kg / 30.8 mg/kg
  4-n-Nonylphenol : 4.8 mg/kg / 16.1 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 노닐페놀류의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 고성능액체크로마토그래피법으로 시료 중 노닐페놀류를 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 노닐페놀류에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 고성능액체크로마토그래프

고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이이검출기, DAD) 또는 형광 검출기로 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 $\mu$L~100 $\mu$L의 범위 내의 것을 사용한다.

고성능액체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

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.

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.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

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.

25 mL 부피플라스크에 메탄올 20 mL를 넣고 4-n-노닐페놀 표준원액(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

노닐페놀류 혼합 표준용액(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.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

### 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

## 7.2 검정곡선의 작성

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. 아크릴아마이드의 농도를 가로축(x 축)에, 아크릴아마이드의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

## 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주입한다. 액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

# 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 시료 중 노닐페놀류의 농도를 계산한다.

$$\text{시료 중 분석물질의 농도(\%)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times 10^{-4} \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 노닐페놀류 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 노닐페놀류 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

# 9. 참고문헌

9.1 KS K ISO 21084:2019, 텍스타일-알킬페놀(AP) 분석방법

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 4-노닐페놀 : 30.8 mg/kg, 4-n-노닐페놀 : 16.1 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 노닐페놀류의 고성능액체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | |
|---|---|---|---|
| 컬럼 | $C_{18}$<br>(250mm× 4.6mm × 5㎛) | | |
| 이동상 | A : Water<br>B : Acetonitrile | | |
| | 시간 | A(%) | B(%) |
| | 0-12 | 35 | 65 |
| | 18 | 5 | 95 |
| | 23 | 5 | 95 |
| | 27 | 35 | 65 |
| | 30 | 35 | 65 |
| 유속 | 0.8 mL/min | | |
| 주입량 | 10 ㎕ | | |
| 컬럼 온도 | 25 ℃ | | |
| 파장 | Ex : 230, Em: 296nm | | |

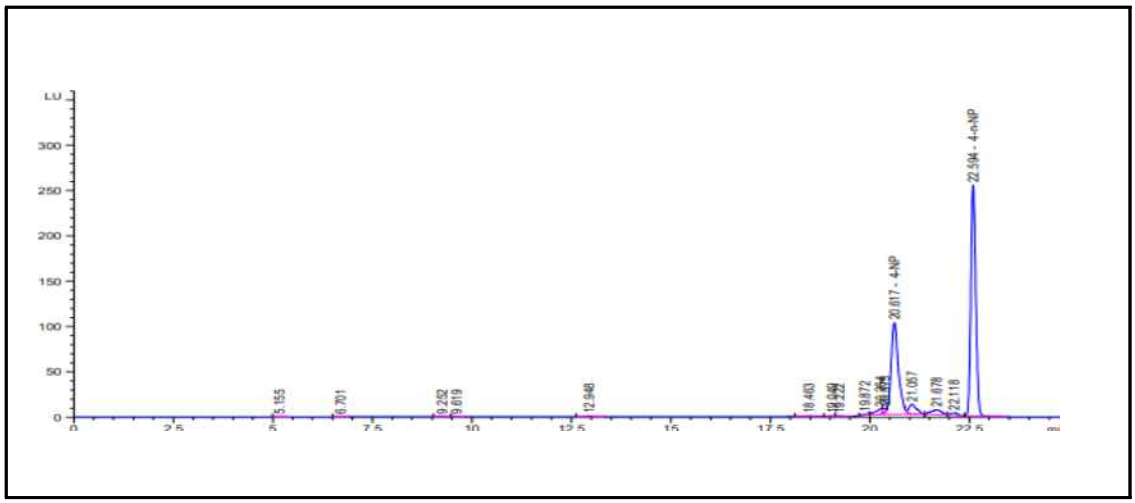



그림 1. 노닐페놀류 크로마토그램(예시)

**표 3. 노닐페놀류 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 4-n-노닐페놀 : 0.9998<br>4-노닐페놀 : 0.9998 | - |
| 정확도(%) | 4-n-노닐페놀 : 105.0<br>4-노닐페놀 : 98.9 | - |
| 정밀도(% RSD) | 4-n-노닐페놀 : 1.7<br>4-노닐페놀 : 1.1 | - |

[2001-1-518](유독물질)

# 1,2-Dichloroethane(1,2-이염화에탄)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : 1,2-Dichloroethane(CAS No : 107-06-2)
- 수용해도 : 8.7 g/L(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 13.3 mg/kg / 42.4 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 1,2-이염화에탄의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 1,2-이염화에탄을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 1,2-이염화에탄에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 검출기: FID

불꽃이온화검출기는 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.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

1,2-이염화에탄 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 메탄올 20 mL를 넣고 1,2-이염화에탄(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

1,2-이염화에탄 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 1 ~ 50 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 1,2-이염화에탄의 농도를 가로축(x 축)에, 1,2-이염화에탄의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 1,2-이염화에탄의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 1,2-이염화에탄 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 1,2-이염화에탄 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌


9.1 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

9.2 Aromatic and halogenated volatiles, EPA Method 8021B

9.3 Olivier, E.I, Toit, D.D, Hamman, I.H, “Development of an analytical method for the evaluation of N,N-dimethylformamide in dosage form design”, *Pharmazie*, 62(10), 2007, 735-738.

9.4 E유해화학물질공정시험기준, 국립환경과학원고시, 제2019-30호

9.5 ES 06601.1, 폐기물 공정시험기준, 국립환경과학원고시, 제2024-42호, (2024)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 42.4mg/kg (10.6mg/kg) |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 1,2-이염화에탄의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-624<br>(60 m × 0.32mm × 1.8 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | |
| 주입구 온도 | 250 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 270 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 2.0 | 15.0 | 250 | 5.0 |

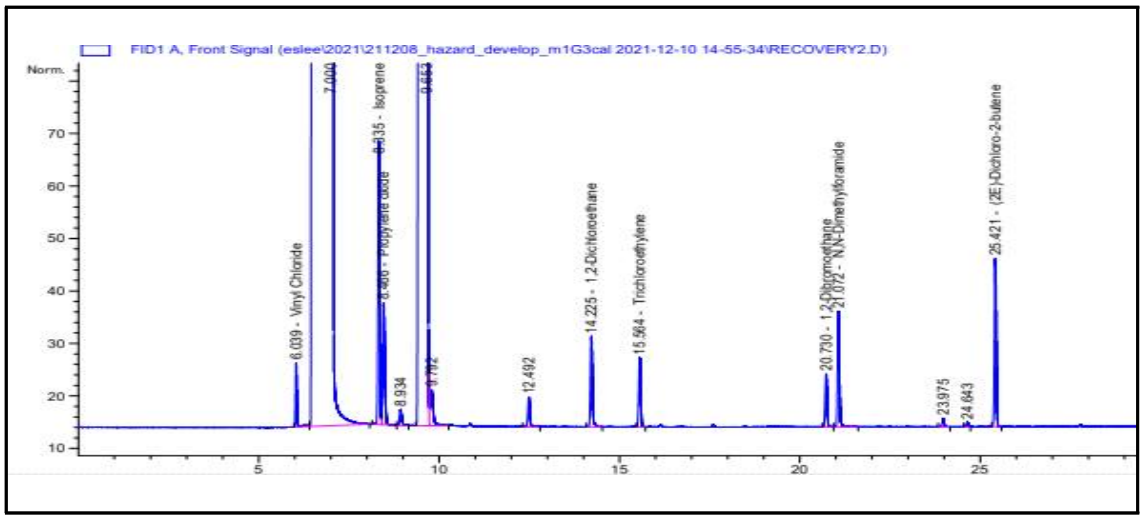



그림 1. 1,2-이염화에탄 크로마토그램(예시)

표 3. 1,2-이염화에탄의 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9993 | 0.9991 |
| 정확도(%) | 95.4 | 102.2 |
| 정밀도(% RSD) | 1.6 | 1.7 |

[2001-1-519](유독물질), 28(중점관리물질), 9(사고대비물질)

# Vinyl chloride(염화비닐)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Vinyl chloride(CAS No : 75-01-4)
- 수용해도 : 1.1 g/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 사고대비물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 8.0 mg/kg / 25.5 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 염화비닐의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 염화비닐을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 염화비닐에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 ㎛, 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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 검출기: FID

불꽃이온화검출기는 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.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

염화비닐 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 메탄올 20 mL를 넣고 염화비닐(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x} \text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

염화비닐 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 1 ~ 50 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 염화비닐의 농도를 가로축(x 축)에, 염화비닐의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 염화비닐의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 염화비닐 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 염화비닐 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

**9.1** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

**9.2** Aromatic and halogenated volatiles, EPA Method 8021B

**9.3** Olivier, E.I, Toit, D.D, Hamman, I.H, “Development of an analytical method for the evaluation of N,N-dimethylformamide in dosage form design”, *Pharmazie*, 62(10), 2007, 735-738.

**9.4** E유해화학물질공정시험기준, 국립환경과학원고시, 제2019-30호

**9.5** ES 06601.1, 폐기물 공정시험기준, 국립환경과학원고시, 제2024-42호, (2024)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 25.5mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 염화비닐의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-624<br>(60 m × 0.32mm × 1.8 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | |
| 주입구 온도 | 250 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 270 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 2.0 | 15.0 | 250 | 5.0 |

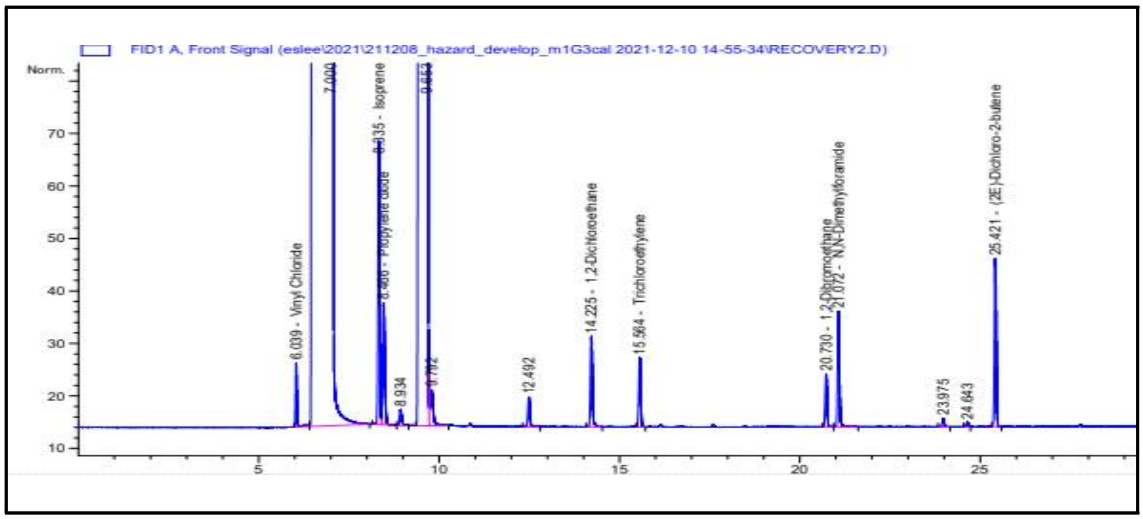



그림 1. 염화비닐 크로마토그램(예시)

## 표 3. 염화비닐의 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9921 | 0.9981 |
| 정확도(%) | 77.5 | 95.1 |
| 정밀도(% RSD) | 5.4 | 3.0 |

[2001-1-520](유독물질), 11(사고대비물질)

# Ethylene oxide(산화에틸렌)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Ethylene oixde(CAS No : 75-21-8)
- 수용해도 : 1,000 g/L(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 사고대비물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 25.7 mg/kg / 81.9 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 산화에틸렌의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 산화에틸렌을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 산화에틸렌에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 검출기: FID

불꽃이온화검출기는 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.

# 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

산화에틸렌 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 메탄올 20 mL를 넣고  산화에틸렌(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 20 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

산화에틸렌 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 1 ~ 50 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 산화에틸렌의 농도를 가로축(x 축)에, 산화에틸렌의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 산화에틸렌의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 산화에틸렌 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 산화에틸렌 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌


9.1 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

9.2 Ohno, H, Kawamura, Y, “Analysis of Acrylonitrile, 1,3-Butadiene, and Related Compounds in Acrylonitrile-Butadiene-Styrene Copolymers for Kitchen Utensils and Children’s Toys by Headspace Gas Chromatography/Mass Spectrometry”, *Journal of AOAC INTERNATIONAL*, Volume 93, Issue 6, 2010, 1965-1971

9.3 Aromatic and halogenated volatiles, EPA Method 8021B

9.4 ES 06601.1, 폐기물 공정시험기준, 국립환경과학원고시, 제2024-42호, (2024)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 81.9 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 산화에틸렌의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-624<br>(60 m × 0.32mm × 1.8 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/10 | | | | |
| 주입구 온도 | 250 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 270 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 2.0 | 15.0 | 250 | 5.0 |

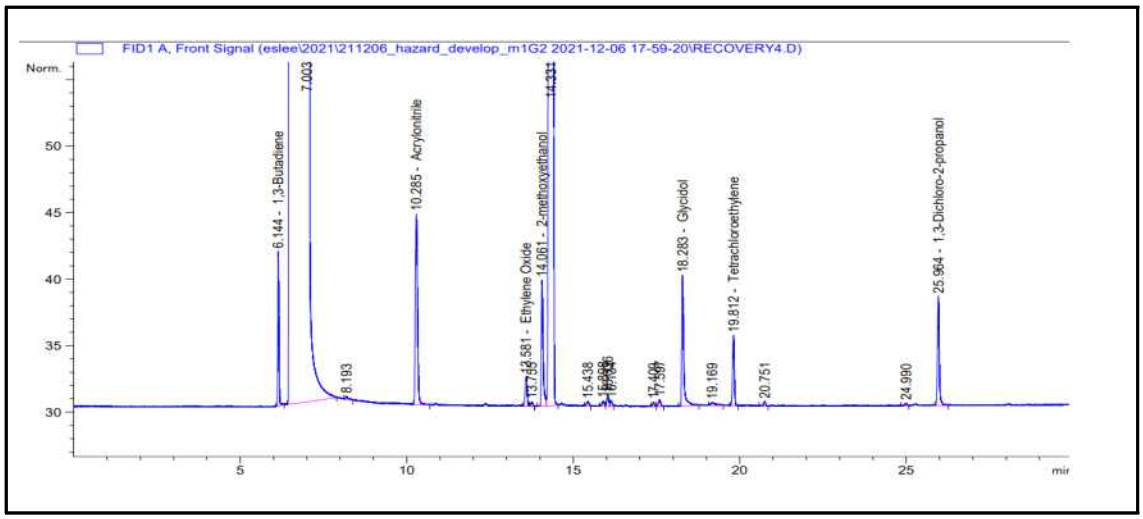



그림 1. 산화에틸렌 크로마토그램(예시)

표 3. 산화에틸렌의 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9986 | 0.9996 |
| 정확도(%) | 99.1 | 102.6 |
| 정밀도(% RSD) | 3.7 | 0.8 |

[2002-1-529](유독물질)

# Tetramethylammonium Hydroxide(수산화 테트라메틸암모늄)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Tetramethylammonium Hydroxide(CAS No : 75-59-2)
- 수용해도 : -
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : IC
- 방법검출한계 및 정량한계 : 10.36 mg/kg / 33.0 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 수산화 테트라메틸암모늄의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 이온크로마토그래피법으로 시료 중 수산화 테트라메틸암모늄를 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 수산화 테트라메틸암모늄에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 이온크로마토그래프 (IC)

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.

#### 3.1.1 검출기

분석목적 및 성분에 따라 전기전도도 검출기, 전기화학적 검출기 및 광학적 검출기 등이 있으나 일반적으로 음이온 분석에는 전기전도도 검출기를 사용한다.

#### 3.1.2 분리컬럼

유리 또는 에폭시 수지로 만든 관에 이온교환체를 충전시킨 것으로 다음과 같은 것이 있다.

##### 3.1.2.1 억제기형

폴리스틸렌계 페리큐라형 음이온 교환수지(10 $\mu$m ~ 15 $\mu$m)를 컬럼에 충전시킨 것으로서 안지름 3 mm ~ 5 mm, 길이 5 mm ~ 30 mm이다.

#### 3.1.2.2 비억제기형

폴리스틸렌계 페리큐라형 음이온 교환수지(10 $\mu$m ~ 15 $\mu$m), 폴리아크릴계 표면다공성 음이온 교환수지(10 $\mu$m ~ 12.5 $\mu$m) 또는 실리카겔 전다공성형 음이온 교환수지(6 $\mu$m)를 컬럼에 충전시킨 것으로서 안지름 4 mm ~ 6 mm, 길이 5 cm ~ 10 cm 이다.

### 3.1.3 시료 주입부

일반적으로 미량의 시료를 사용하기 때문에 루프-밸브에 의한 주입방식이 많이 이용되며 시료주입량은 보통 10 $\mu$L ~ 100 $\mu$L이다.

### 3.1.4 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.

### 3.1.5 펌프

분리 컬럼 중의 이온교환체의 입자는 약 10 $\mu$m 이하의 매우 작은 입자로서 용리액 및 시료를 고압 하에서 전개시키지 않으면 요구되는 유속을 얻기가 어렵다. 따라서 펌프는 150 kg/cm$^2$ ~ 350 kg/cm$^2$ 압력에서 사용될 수 있어야 하며 시간차에 따른 압력차가 크게 발생하여서는 안 된다.

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 시약

#### 4.1.1 억제기용 재생액(0.05 M $H_2SO_4$)

황산 (sulfuric acid, H2SO4, 분자량 : 98.08) 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.

#### 4.1.2 용리액

#### 4.1.2.1 억제기형 (0.003 M $NaHCO_3$ ~ 0.0024 M $Na_2CO_3$)

탄산수소나트륨 (sodium bicarbonate, NaHCO3, 분자량 : 84.01) 1.008 g과 탄산나트륨 (sodium carbonate, $Na_2CO_3$, 분자량 : 105.99) 1.0175 g을 정제수에 녹여 4 L로 한다.

#### 4.1.2.2 비억제기형(0.0013 M 글루콘산 ~ 0.0013 M $Na_2B_4O_7$)

글루콘산 (gluconic acid, $C_6H_{12}O_7$, 분자량 : 196.2) 1.02 g과 붕산나트륨 (sodium boric acid, Na2B4O7, 분자량 : 201.37) 1.0466 g을 정제수에 녹여 4 L로 한다.

### 4.2 표준용액

#### 4.2.1 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.

#### 4.2.2 표준용액

각 이온의 표준원액을 정제수로 희석하여 사용하며 기기의 분석감도에 따라 적당한 농도로 혼합 조제한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨

가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

**7.1.1** 시료 약 0.1 g을 정밀하게 달아 100 mL 부피플라스크에 넣고 정제수로 표선까지 채운 후 섞이도록 한다. 필요시 시료량을 조정할 수 있다.

**7.1.2** 시료용액을 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터 등 으로 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 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과하여 100 mL 부피플라스크에 모은 후 정제수로 표선을 채워 이를 시험용액으로 한다.

### 7.2 측정법

**7.2.1** 이온크로마토그래프의 전체 시스템을 작동시켜 유속을 1 mL/min ~ 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.

**7.2.2** 펌프의 압력이 일정하게 유지되고 용리액의 전도도 및 기록계의 기준선이 안정화되면 표준용액 및 시료를 각각 주입하여 크로마토그램을 작성하고 각 양이온의 유지시간을 확인한다.

### 7.3 검정곡선의 작성

**7.3.1** 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.

**7.3.2** 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 달라 질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 양이온의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질 중 양이온의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 수산화 테트라메틸암모늄의 함량(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \qquad \text{(식 1)}$$

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)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** 환경부, 수질오염공정시험기준, ES 04350.1b 음이온류-이온크로마토그래피

9.2 KS I ISO 10304-1 ; 2007, 수질 - 이온 크로마토그래피를 이용한 용존 음이온의 측정 - 제1부 : 브롬이온, 염소이온, 불소이온, 질산성 이온, 아질산성 이온, 인산이온, 황산이온의 측정

9.3 KS I ISO 14911 : 1998, 수질 - 이온 크로마토그래피를 사용하여 용해된 $Li^+$, $Na^+$, $NH_4^+$, $K^+$, $Mn^{2+}$, $Ca^{2+}$, $Mg^{2+}$, $Sr^{2+}$ 및 $Ba^{2+}$의 측정방법 - 용수 및 폐수를 위한 방법

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 33.0 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 수산화 테트라메틸암모늄의 이온크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| | |
|---|---|
| Model | Thermo Aqion RF Ion Chromatography system(Thermo) |
| Column | 분석컬럼 : IonPac CS19 × 250 mm<br>가드컬럼 : IonPac CG19 4× 50 mm |
| Suppressor | CDRS 600, 4 mm |
| Supressor current | 18 mA |
| Eluent | 6 mM MSA(Methane Sulfonic Acid) |

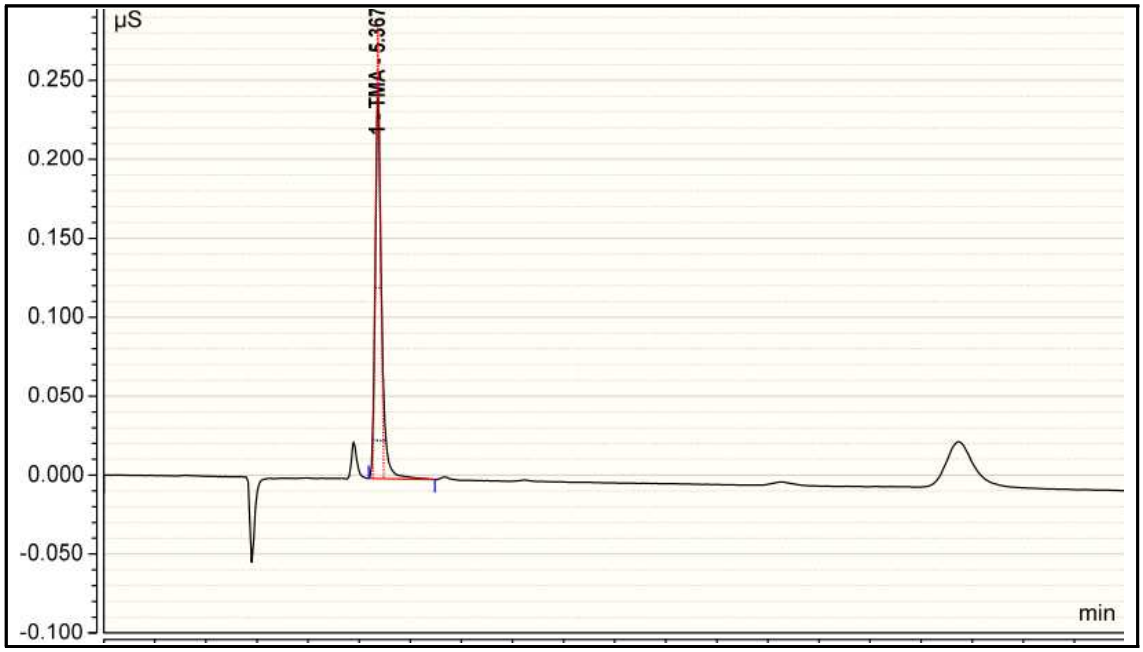



그림 1. 수산화 테트라메틸암모늄 크로마토그램(예시)

표 3. 수산화 테트라메틸암모늄의 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 1.0000 | 0.9973 |
| 정확도(%) | 99.3 | 96.3 |
| 정밀도(% RSD) | 0.7 | 1.0 |

[2003-1-537](유독물질), 06-5-1(제한물질)

# Malachite green chloride(말라카이트 그린의 염산염)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Malachite green chloride; [4-[α-[4-(Dimethylamino)phenyl]benzylidene]cyclohexa-2,5-dien-1-ylidene]dimethylammonium chloride)(CAS No : 569-64-2)
- 수용해도 : 40g/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 25%
- 제한물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : LC-MS-MS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 10.5 mg/kg / 33.4 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 말라카이트 그린의 염산염 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래프-질량분석기로 시료 중 말라카이트 그린의 염산염을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 말라카이트 그린의 염산염에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 액체크로마토그래프 (LC)

액체 크로마토그래프는 일반적으로 500 psi ~ 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.

분석용 컬럼은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 컬럼($C_{18}$)을 사용하고, 길이 50 mm, 내경 2.1 mm, 충전제 크기 2.6 μm, 분석용 컬럼과 보호 컬럼이 사용된다. 보호 컬럼은 길이가 5 cm ~ 10 cm 정도로 분석용 컬럼의 수명을 연장시키고, 분석용 컬럼과 같은 종류의 충전제를 사용하며 분석용 컬럼앞에 설치한다.

### 3.2 질량분석기(mass spectrometer)

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.

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 ℃, 블록 히터 온도는 200 ℃로 한다. 분석장비 및 분석조건에 따라 설정을 달리할 수 있다.

질량분석기는 사중극자형(quadrupole) 동등 이상의 성능을 가진 것을 사용한다.

## 4. 시약 및 표준용액

아세토나이트릴(Acetonitrile, $CH_3CN$, 분자량 : 41.05)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

초산(Acetic acid, $CH_3COOH$, 분자량 : 60.052)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

말라카이트 그린의 염산염 표준원액 (100 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 말라카이트 그린의 염산염(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 ℃ 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

### 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록

동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \ \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 0.1 % 초산 함유 아세토나이트릴을 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 0.1 % 초산 함유 아세토나이트릴로 표선까지 채운 다음 초음파 추출한다. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

말라카이트 그린의 염산염 표준용액(100mg/L)을 0.1 % 초산 함유 아세토나이트릴로 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 0.005 ~ 0.1 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래피/질량분석기에 주입하여 분석한다. 말라카이트 그린의 염산염의 농도를 가로축(x축)에, 말라카이트 그린의 염산염의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 말라카이트 그린의 염산염의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 말라카이트 그린의 염산염의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 말라카이트 그린의 염산염의 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 말라카이트 그린의 염산염의 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료 추출용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

9.1 식품공전 (식품의약품안전처고시 제 2022-31호(2022.4.20.))

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 33.4 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 말라카이트 그린의 염산염의 액체크로마토그래프/질량분석계 기기분석 조건(예시)**

| 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 | | |
| 이동상 | 시간 | A(%) | B(%) |
| | 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 ℃ | | |
| 이온화 분석모드 | Positive | | |

**표 3. 액체크로마토그래프/질량분석계에 의한 말라카이트 그린의 염산염의 측정질량(예시)**

| 분석물질명 | Precursor ion (m/z) | Product ion (m/z) |
|---|---|---|
| 말라카이트 그린의 염산염 | 329 | 313, 208 |

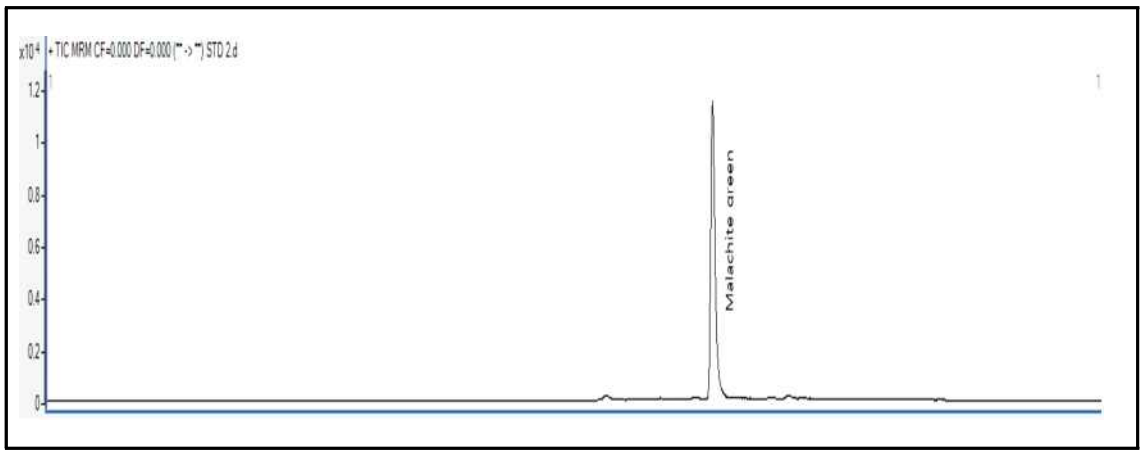



그림 1. 말라카이트 그린의 염산염 크로마토그램(예시)

**표 4. 말라카이트 그린의 염산염의 정도관리 결과**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9922 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 82.9 | 97.6 |
| 정밀도(% RSD) | 8.3 | 0.7 |

[2006-1-556](유독물질), 100(중점관리물질)

# Bis(2-ethylhexyl) phthalate(비스(2-에틸헥실) 프탈레이트)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Bis(2-ethylhexyl) phthalate(CAS No : 117-81-7)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.3%
- 수용해도 : -
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 161.1 mg/kg / 513.0 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 프탈레이트류(비스(2-에틸헥실) 프탈레이트, 디부틸 프탈레이트, 부틸벤질 프탈레이트)의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 프탈레이트류를 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 프탈레이트류에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 검출기 (FID)

불꽃이온화검출기는 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.

# 4. 시약 및 표준용액

노말 헥산(n-Hexane, $C_6H_{14}$, 분자량 : 86.18)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

비스(2-에틸헥실) 프탈레이트 (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 노말 헥산 20 mL를 넣고 비스(2-에틸헥실) 프탈레이트(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 노말 헥산으로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃ 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

비스(2-에틸헥실) 프탈레이트 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 1 ~ 50 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 비스(2-에틸헥실) 프탈레이트의 농도를 가로축(x 축)에, 비스(2-에틸헥실) 프탈레이트의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 비스(2-에틸헥실) 프탈레이트의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 비스(2-에틸헥실) 프탈레이트 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 비스(2-에틸헥실) 프탈레이트 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

$V$ : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

9.1 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 규정(화학물질안전원 고시 제 2024-30호)

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 513.0mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 비스(2-에틸헥실) 프탈레이트의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-5<br>(30 m × 0.25mm × 0.25 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/10 | | | | |
| 주입구 온도 | 260 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 270 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 5.0 | 10.0 | 300 | 5.0 |

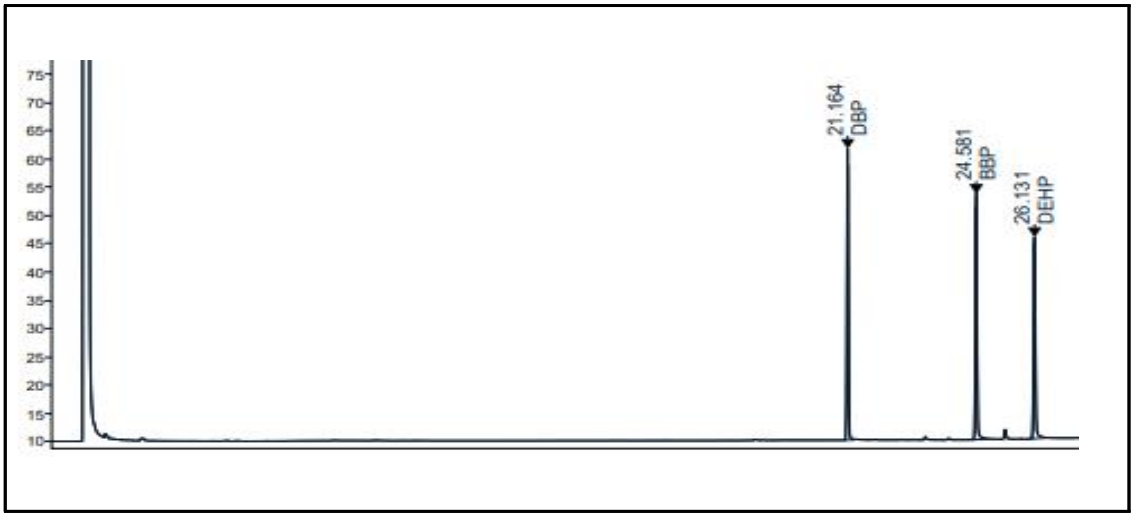



**그림 1. 프탈레이트류 크로마토그램(예시)**

**표 3. 비스(2-에틸헥실) 프탈레이트의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9995 | 1.0000 |
| 정확도(%) | 103.9 | 99.5 |
| 정밀도(% RSD) | 5.7 | 0.9 |

[2006-1-557](유독물질), 51(중점관리물질)

# Dibutyl phthalate(디부틸 프탈레이트)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Dibutyl phthalate(CAS No : 84-74-2)
- 수용해도 : 0.013g/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.3%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 16.9 mg/kg / 53.7 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 프탈레이트류(비스(2-에틸헥실) 프탈레이트, 디부틸 프탈레이트, 부틸벤질 프탈레이트)의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 프탈레이트류를 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 프탈레이트류에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 검출기 (FID)

불꽃이온화검출기는 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.

# 4. 시약 및 표준용액

노말 헥산(n-Hexane, $C_6H_{14}$, 분자량 : 86.18)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

디부틸 프탈레이트 (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 노말 헥산 20 mL를 넣고 디부틸 프탈레이트(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 노말 헥산으로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃ 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

디부틸 프탈레이트 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 1 ~ 50 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 디부틸 프탈레이트의 농도를 가로축(x 축)에, 디부틸 프탈레이트의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 디부틸 프탈레이트의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 디부틸 프탈레이트 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 디부틸 프탈레이트 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

$V$ : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

9.1. 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 53.7mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 디부틸 프탈레이트의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-5<br>(30 m × 0.25mm × 0.25μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/10 | | | | |
| 주입구 온도 | 260 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 270 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도<br>(℃)<br>40.0 | 초기시간<br>(min.)<br>5.0 | 승온속도<br>(℃/min.)<br>10.0 | 최종온도<br>(℃)<br>300 | 최종시간<br>(min.)<br>5.0 |

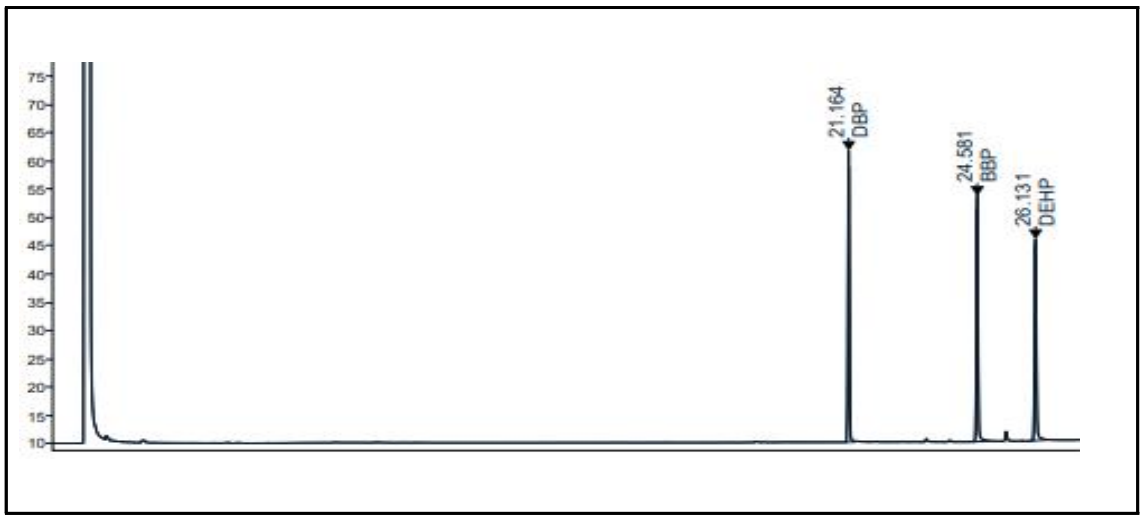



**그림 1. 프탈레이트류 크로마토그램(예시)**

**표 3. 디부틸 프탈레이트의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9999 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 98.0 | 98.8 |
| 정밀도(% RSD) | 3.1 | 0.4 |

[2006-1-558](유독물질), 55(중점관리물질)

# Butylbenzyl phthalate(부틸벤질 프탈레이트)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Butylbenzyl phthalate(CAS No : 85-68-7)
- 수용해도 : 0.002g/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.3%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 16.9 mg/kg / 53.7 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 프탈레이트류(비스(2-에틸헥실) 프탈레이트, 디부틸 프탈레이트, 부틸벤질 프탈레이트)의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 프탈레이트류를 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 프탈레이트류에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 검출기(FID)

불꽃이온화검출기는 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.

# 4. 시약 및 표준용액

노말 헥산(n-Hexane, $C_6H_{14}$, 분자량 : 86.18)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

부틸벤질 프탈레이트 (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 노말 헥산 20 mL를 넣고 부틸벤질 프탈레이트(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 노말 헥산으로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃ 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2.방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x} \text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

부틸벤질 프탈레이트 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 1 ~ 50 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 부틸벤질 프탈레이트의 농도를 가로축(x 축)에, 부틸벤질 프탈레이트의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로

마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 부틸벤질 프탈레이트의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 부틸벤질 프탈레이트 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 부틸벤질 프탈레이트 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

9.1. 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 규정(화학물질안전원 고시 제 2024-30호)

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 53.7 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 부틸벤질 프탈레이트의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-5<br>(30 m × 0.25mm × 0.25μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/10 | | | | |
| 주입구 온도 | 260 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 270 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도<br>(℃)<br>40.0 | 초기시간<br>(min.)<br>5.0 | 승온속도<br>(℃/min.)<br>10.0 | 최종온도<br>(℃)<br>300 | 최종시간<br>(min.)<br>5.0 |

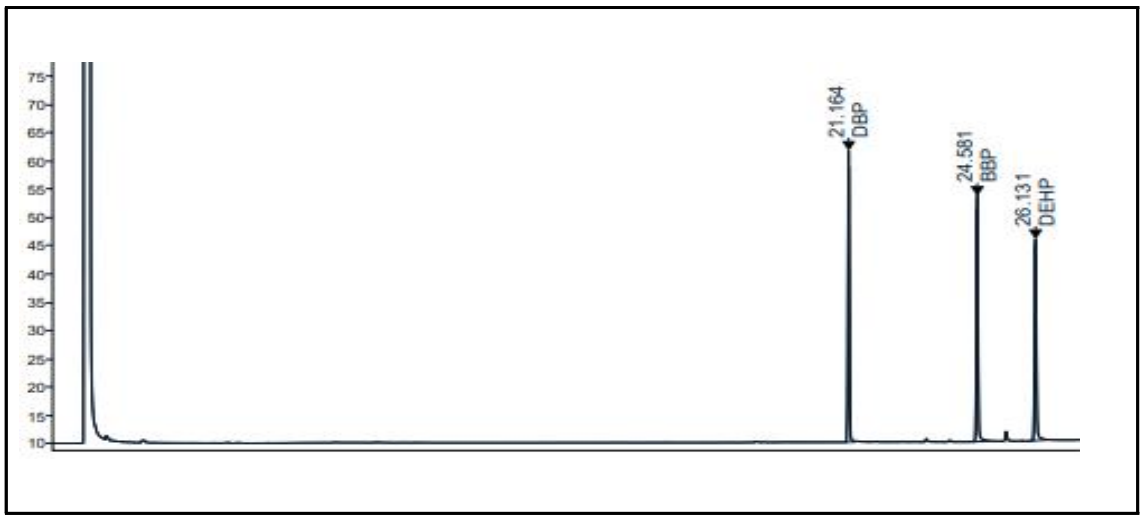



**그림 1. 프탈레이트류 크로마토그램(예시)**

**표 3. 부틸벤질 프탈레이트의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9999 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 98.0 | 98.8 |
| 정밀도(% RSD) | 3.1 | 0.4 |

[2010-1-609](유독물질), 284(중점관리물질)

# Nickel sulfate(황산니켈)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Nickel sulfate(CAS No : 7786-81-4)
- 수용해도 : 65 g/100 mL(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 10.74 mg/kg / 34.2 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 니켈(2010-1-609)을 함유한 황산니켈의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

[비 고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마 분광분석법 (ICP-OES

#### 3.1.1 분광계

검출 및 측정 방법에 따라 다색화분광기 또는 단색화 장치 모두 사용가능해야 하며 스펙트럼의 띠 통과 (band pass)는 0.05 nm 미만이어야 한다.

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

순도 99.99% 이상 고순도 가스상 또는 액체 아르곤을 사용해야 한다.

#### 3.1.2.3 유량조절기

속도 조절이 가능한 연동펌프 및 아르곤 및 플라즈마 기체의 유속 조절기를 사용해야 한다.

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

라디오고주파 (RF, radio frequency) 발생기는 출력범위 750 W ~ 1,200 W 이상의 것을 사용하며, 이때 사용하는 주파수는 27.12 MHz 또는 40.68 MHz를 사용한다.

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

### 4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질 생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용한다.

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

6.1.1 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 분석절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

6.1.2 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸

7.3 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 분석절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \ \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

**7.1.1.1** PFA 또는 TFM 재질의 마이크로파 분해용기에 잘 혼합된 시료를 약 0.2 g(시료의 재형에 따라 0.1 g ~ 0.3 g정도를 선택적으로 채취)을 1 mg 단위까지 정확히 달아 넣는다.

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

[비고] 염산과 과산화수소의 혼산을 선택적으로 첨가가능하며, 분해되지 않거나 시료에 실리카 또는 타이타늄이 함유되어 있을 경우 플루오르화수소산(HF)을 추가적으로 0.5 mL를 넣는다.

**7.1.1.3** 시료와 산류의 반응이 완료되면 밀폐형 분해용기의 뚜껑을 닫고 분해 장치를 조립한 후 마이크로파 분해 장치에 장착한다.

**7.1.1.4** 마이크로파 분해 장치를 사용하여 미리 제시된 온도프로그램에 따라 마이크로파 오븐을 조작하고 시료를 최대한 맑은 용액이 되도록 분해한다.

**7.1.1.5** 분해가 끝난 후 충분히 냉각시킨 후 용기 내에 남아 있는 산 가스를 제거한다.

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.02 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 유도결합플라즈마 분광분석법(ICP-OES)

플라즈마를 켜고 30분 ~ 60분간 불꽃을 안정화 시킨 후, 장비제조사에서 제공하는 매뉴얼에 따라 해당 표준물질을 사용하여 분석조건을 최적화한다.

**표 1. 유도결합플라즈마 분광분석법에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Ni | 231.604 | 221.648 |

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 각 금속의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 금속의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \quad \text{(식 1)}$$

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(2.64)

## 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 34.2 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 황산니켈의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9999 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 94.3 | 98.8 |
| 정밀도(% RSD) | 1.8 | 1.2 |

[2010-1-612](유독물질), 222(중점관리물질)

# Potassium perfluorooctanesulfonate
# (퍼플루오로옥탄술폰산 칼륨)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Potassium perfluorooctanesulfonate(CAS No : 2795-39-3)
- 수용해도 : 519 mg/L(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.3%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : LC-MS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 72.53 mg/kg / 231 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 퍼플루오로옥탄술폰산 칼륨의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 이온크로마토그래피/질량분석법으로 시료 중 퍼플루오로옥탄술폰산 칼륨을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 퍼플루오로옥탄술폰산 칼륨에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 액체크로마토그래프

액체 크로마토그래프는 일반적으로 500 psi ~ 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.

분석용 컬럼은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 컬럼($C_{18}$)을 사용하고, 길이 50 mm, 내경 2.1 mm, 충전제 크기 2.6 $\mu$m, 분석용 컬럼과 보호 컬럼이 사용된다. 보호 컬럼은 길이가 5 cm ~ 10 cm 정도로 분석용 컬럼의 수명을 연장시키고, 분석용 컬럼과 같은 종류의 충전제를 사용하며 분석용 컬럼앞에 설치한다.

### 3.2 질량분석기(MS)

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.

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 ℃, 블록 히터 온도는 200 ℃로 한다. 분석장비 및 분석조건에 따라 설정을 달리할 수 있다.

질량분석기는 사중극자형(quadrupole) 동등 이상의 성능을 가진 것을 사용한다.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(Methanol, $CH_3OH$, 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

포름산암모늄(Ammonium formate, $NHHCO_2$ , 63.06), 포름산(Formic acid, HCOOH, 46.03)은 고순도를 사용하여야 하며, 사용하기 전에 방해물질이 없음을 검사하여야 한다.

퍼플루오로옥탄술폰산 칼륨 표준원액 (100 mg/L)

표준원액은 퍼플루오로옥탄술폰산 칼륨 10 mg을 정확히 달아 100 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 100 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며, 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4. 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

### 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를

분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 0.2 g을 무게를 측정하여 1,000 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

[비고] 필요에 따라 전처리 과정 중 시료 및 메탄올의 양을 달리 할 수 있다.

### 7.2 검정곡선의 작성

퍼플루오로옥탄술폰산 칼륨 표준원액(100 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여

(0.02 ~ 1) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 퍼플루오로옥탄술폰산 칼륨의 농도를 가로축(x 축)에, 퍼플루오로옥탄술폰산 칼륨의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 펜부타틴 옥사이드 화합물의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 퍼플루오로옥탄술폰산 칼륨의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 대상물질의 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 대상물질의 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료 추출용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

9.1 식품 및 식품첨가물 공전(식품의약품안전처 고시(제2022-31호))

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 231 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 퍼플루오로옥탄술폰산 칼륨의 액체크로마토그래프/질량분석기 기기분석 조건(예시)**

| 파라미터 | 분석조건 | | |
|---|---|---|---|
| 컬럼 | Infinitylab Poroshell 120 EC-C18 (2.1 mm x 50 mm, 2.6 μm) | | |
| 이동상 | A : 5 mM Ammonium acetate in water<br>B : Methanol | | |
| 용매조건 | Time | A(%) | B(%) |
| | 0 | 100 | 0 |
| | 1 | 30 | 70 |
| | 3 | 0 | 100 |
| | 7.5 | 0 | 100 |
| | 7.51 | 100 | 0 |
| | 10 | 100 | 0 |
| 용매 유속 | 0.5 mL/min | | |
| 주입량 | 1 μL | | |
| 컬럼 온도 | 25 ℃ | | |
| 이온화 분석모드 | Negative | | |

**표 3. 액체크로마토그래프/질량분석기에 의한 퍼플루오로옥탄술폰산 칼륨의 측정질량(예시)**

| 분석물질 | Precursor Ion (m/z) |
|---|---|
| Potassium perfluorooctanesulfonate | 499 |

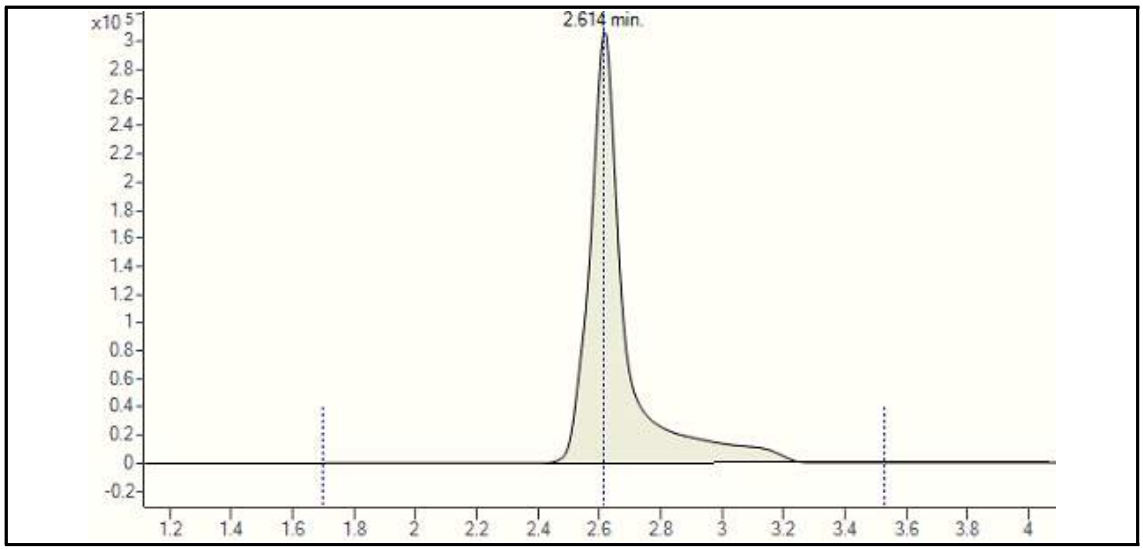



그림 1. 퍼플루오로옥탄술폰산 칼륨 크로마토그램(예시)

표 4. 퍼플루오로옥탄술폰산 칼륨의 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9998 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 99.6 | 103.5 |
| 정밀도(% RSD) | 5.6 | 2.0 |

[2012-1-639](유독물질), 91(중점관리물질)

# (2E)-1,4-Dichloro-2-butene((2E)-1,4-디클로로-2-부텐)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : (2E)-1,4-Dichloro-2-butene(CAS No : 110-57-6)
- 수용해도 : 0.85 g/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 25.9 mg/kg / 82.6 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 (2E)-1,4-디클로로-2-부텐의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 (2E)-1,4-디클로로-2-부텐을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 (2E)-1,4-디클로로-2-부텐에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 검출기 (FID)

불꽃이온화검출기는 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.

# 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

(2E)-1,4-디클로로-2-부텐 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 메탄올 20 mL를 넣고 (2E)-1,4-디클로로-2-부텐(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃ 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

(2E)-1,4-디클로로-2-부텐 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 1 ~ 50 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. (2E)-1,4-디클로로-2-부텐의 농도를 가로축(x 축)에, (2E)-1,4-디클로로-2-부텐의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의

머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 (2E)-1,4-디클로로-2-부텐의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 (2E)-1,4-디클로로-2-부텐 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 (2E)-1,4-디클로로-2-부텐 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌


**9.1.** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 규정(화학물질안전원고시 제2024-30호)

**9.2.** Aromatic and halogenated volatiles, EPA Method 8021B

**9.3.** Olivier, E.I, Toit, D.D, Hamman, I.H, “Development of an analytical method for the evaluation of N,N-dimethylformamide in dosage form design”, *Pharmazie*, 62(10), 2007, 735-738.

**9.4.** E유해화학물질공정시험기준, 국립환경과학원고시, 제2019-30호

**9.5.** ES 06601.1, 폐기물 공정시험기준, 국립환경과학원고시, 제2021-95호, (2021)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 82.6mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. (2E)-1,4-디클로로-2-부텐의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-624<br>(60 m × 0.32mm × 1.8 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | |
| 주입구 온도 | 250 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 270 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 2.0 | 15.0 | 250 | 5.0 |

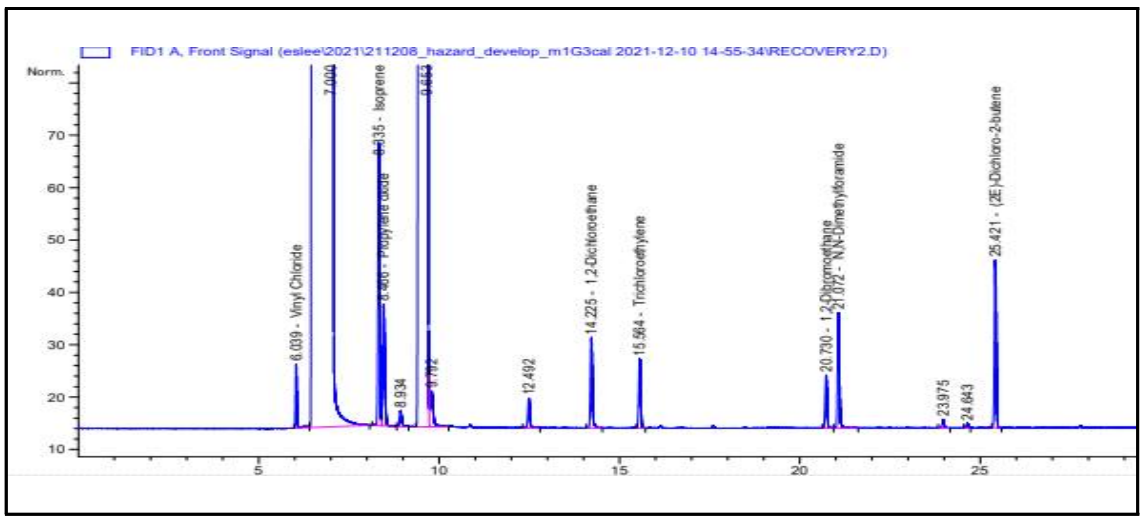



그림 1. (2E)-1,4-디클로로-2-부텐 크로마토그램(예시)

표 3. (2E)-1,4-디클로로-2-부텐의 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9997 | 0.9994 |
| 정확도(%) | 98.9 | 98.7 |
| 정밀도(% RSD) | 2.4 | 0.7 |

[2012-1-640](유독물질), 182(중점관리물질)

# Diboron trioxide(삼산화 이붕소)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Diboron trioxide(CAS No : 1303-86-2)
- 수용해도 : 3.3 g/100mL(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.3%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 27.41 mg/kg / 87.3 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 붕소(2012-1-640)를 함유한 삼산화 이붕소의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라스마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

[비 고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마 분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

검출 및 측정 방법에 따라 다색화분광기 또는 단색화 장치 모두 사용가능해야 하며 스펙트럼의 띠 통과 (band pass)는 0.05 nm 미만이어야 한다.

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

순도 99.99% 이상 고순도 가스상 또는 액체 아르곤을 사용해야 한다.

#### 3.1.2.3 유량조절기

속도 조절이 가능한 연동펌프 및 아르곤 및 플라스마 기체의 유속 조절기를 사용해야 한다.

### 3.1.3 유도결합플라스마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

라디오고주파 (RF, radio frequency) 발생기는 출력범위 750 W ~ 1,200 W 이상의 것을 사용하며, 이때 사용하는 주파수는 27.12 MHz 또는 40.68 MHz를 사용한다.

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질 생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용한다.

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

6.1.1 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 분석절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸7.3 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 분석절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\overline{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \overline{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

**7.1.1.1** PFA 또는 TFM 재질의 마이크로파 분해용기에 잘 혼합된 시료를 약 0.2 g(시료의 재형에 따라 0.1 g ~ 0.3 g정도를 선택적으로 채취)을 1 mg 단위까지 정확히 달아 넣는다.

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

[비고] 염산과 과산화수소의 혼산을 선택적으로 첨가가능하며, 분해되지 않거나 시료에 실리카 또는 타이타늄이 함유되어 있을 경우 플루오르화수소산(HF)을 추가적으로 0.5 mL를 넣는다.

**7.1.1.3** 시료와 산류의 반응이 완료되면 밀폐형 분해용기의 뚜껑을 닫고 분해 장치를 조립한 후 마이크로파 분해 장치에 장착한다.

**7.1.1.4** 마이크로파 분해 장치를 사용하여 미리 제시된 온도프로그램에 따라 마이크로파 오븐을 조작하고 시료를 최대한 맑은 용액이 되도록 분해한다.

**7.1.1.5** 분해가 끝난 후 충분히 냉각시킨 후 용기 내에 남아 있는 산 가스를 제거한다.

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.05 ~ 5) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 유도결합플라스마-원자발광분광기 분석방법

플라스마를 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) |
|---|---|---|
| B | 249.677 | 249.772 |

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 각 금속의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 금속의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

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(3.22)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 87.3 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 삼산화 이붕소의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9997 | 0.9996 |
| 정확도(%) | 95.2 | 97.5 |
| 정밀도(% RSD) | 1.6 | 3.3 |

[2013-1-660](유독물질), 152(중점관리물질)

# Glycidol(글리시돌)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Glycidol(CAS No : 556-52-5)
- 수용해도 : Miscible, 1,000 g/L(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 30.6 mg/kg / 97.6 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 글리시돌의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 글리시돌을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 글리시돌에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 검출기 (FID)

불꽃이온화검출기는 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.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

글리시돌 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 메탄올 20 mL를 넣고 글리시돌(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 8. 항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 20 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

글리시돌 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 1 ~ 50 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 글리시돌의 농도를 가로축(x 축)에, 글리시돌의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 글리시돌의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 글리시돌 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 글리시돌 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌


**9.1.** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

**9.2.** Ohno, H, Kawamura, Y, “Analysis of Acrylonitrile, 1,3-Butadiene, and Related Compounds in Acrylonitrile-Butadiene-Styrene Copolymers for Kitchen Utensils and Children’s Toys by Headspace GC/Mass Spectrometry”, *Journal of AOAC INTERNATIONAL*, Volume 93, Issue 6, 2010, 1965-1971

**9.3.** Aromatic and halogenated volatiles, EPA Method 8021B

**9.4.** ES 06601.1, 폐기물 공정시험기준, 국립환경과학원고시, 제2021-95호, (2021)


## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 97.6 |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 글리시돌의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-624<br>(60 m × 0.32mm × 1.8μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/10 | | | | |
| 주입구 온도 | 250 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 270 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 2.0 | 15.0 | 250 | 5.0 |

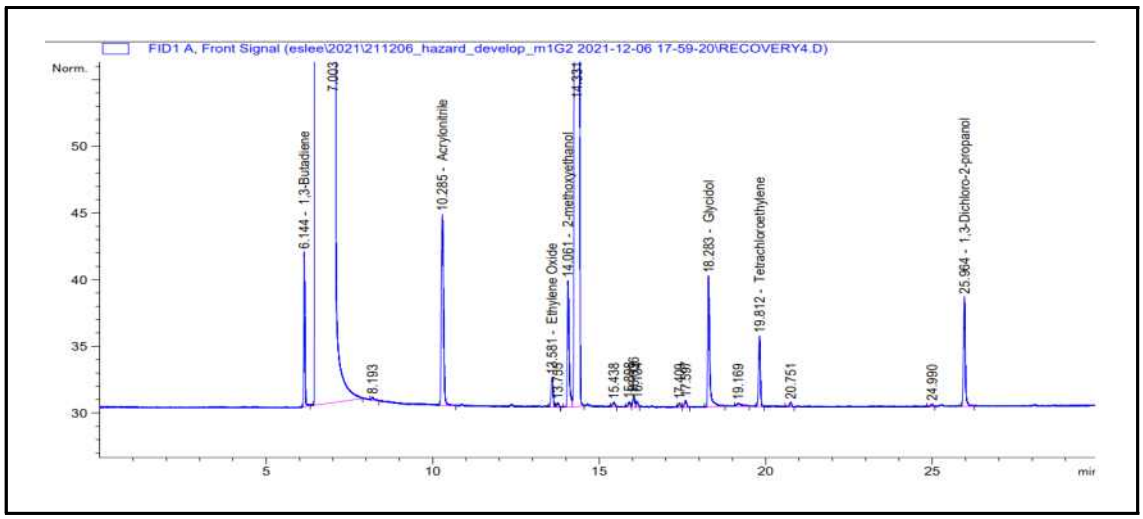



**그림 1. 글리시돌 크로마토그램(예시)**

**표 3. 글리시돌의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9988 | 0.9995 |
| 정확도(%) | 102.0 | 103.4 |
| 정밀도(% RSD) | 3.3 | 2.4 |

[2013-1-661](유독물질), 57(중점관리물질)

# 2-Nitrotoluene(2-니트로톨루엔)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : 2-Nitrotoluene(CAS No : 88-72-2)
- 수용해도 : 0.7g/L(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 16.8 mg/kg / 53.6 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 2-니트로톨루엔의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 2-니트로톨루엔을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 2-니트로톨루엔에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 검출기 (FID

불꽃이온화검출기는 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.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

2-니트로톨루엔 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 메탄올 20 mL를 넣고 2-니트로톨루엔(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x} \text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

2-니트로톨루엔 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 1 ~ 50 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 2-니트로톨루엔의 농도를 가로축(x 축)에, 2-니트로톨루엔의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의

머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 2-니트로톨루엔의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 2-니트로톨루엔 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 2-니트로톨루엔 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌


9.1. Determination of explosives and related compounds in drinking water by solid phase extraction and capillary column gas /mass spectrometery (GC/MS), EPA method 529

9.2. ES 08304, 유해화학물질공정시험기준


## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 53.6 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 2-니트로톨루엔의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-5<br>(30 m × 0.25mm × 0.25 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | |
| 주입구 온도 | 250 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 280 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 2.0 | 5.0 | 250 | 5.0 |

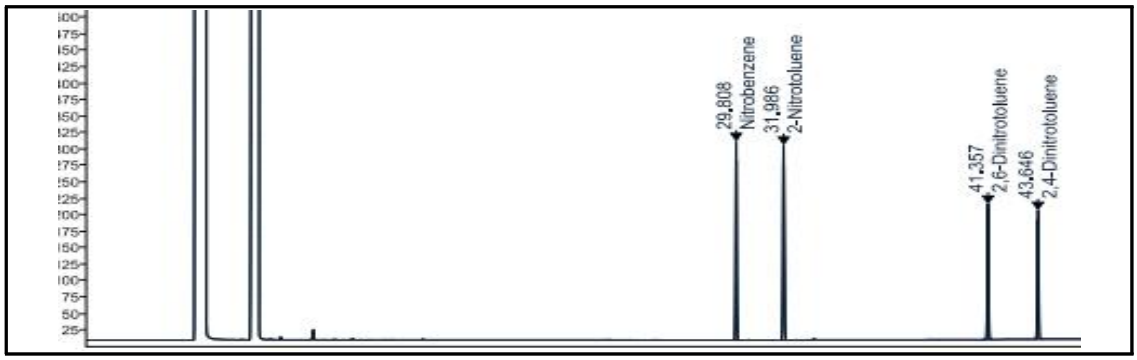



**그림 1. 2-니트로톨루엔 크로마토그램(예시)**

**표 3. 2-니트로톨루엔의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9997 | 0.9997 |
| 정확도(%) | 103.9 | 104.4 |
| 정밀도(% RSD) | 1.3 | 1.7 |

[2013-1-667](유독물질), 61(중점관리물질)

# Quinoline(퀴놀린)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Quinoline(CAS No : 91-22-5)
- 수용해도 : 6.1g/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 34.7 mg/kg / 110.4 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중  퀴놀린의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중  퀴놀린을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 퀴놀린에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 검출기 (FID

불꽃이온화검출기는 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.

# 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

퀴놀린 (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 메탄올 20 mL를 넣고 퀴놀린(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.4. 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1. 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x} \text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

퀴놀린 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 5 ~ 200 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 퀴놀린의 농도를 가로축(x 축)에, 퀴놀린의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의

머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 퀴놀린의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 퀴놀린 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 퀴놀린 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

**9.1.** Luongo, G. Iadaresta, F, Moccia, E, Östman, C. Crescenzi, C, "Determination of aniline and quinoline compounds in textiles", *Journal of Chromatography A*, Volume 1471, 2016, 11-18

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 110.4mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 퀴놀린의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | HP-5ms<br>(30 m × 0.25 mm × 0.25 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | |
| 주입구 온도 | 220 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 240 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 50.0 | 2.0 | 10.0 | 250 | 5 |

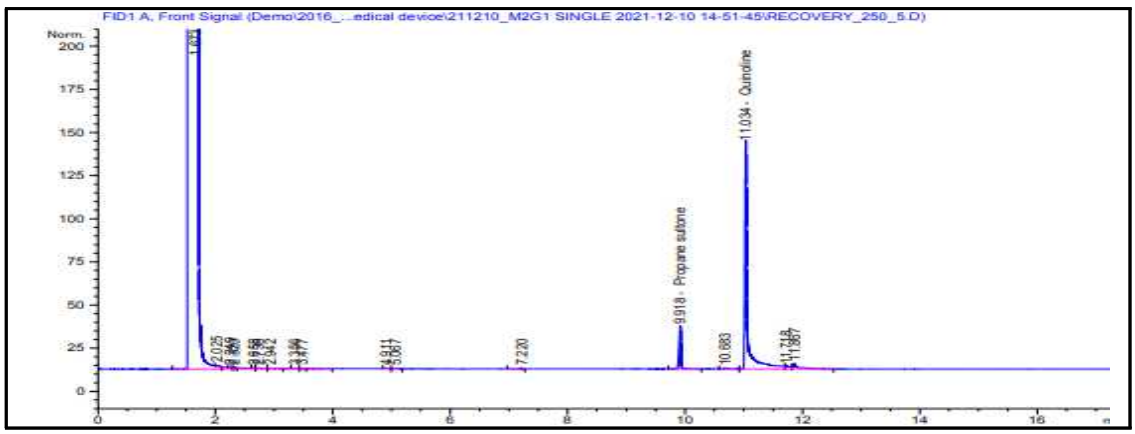



**그림 1. 퀴놀린 크로마토그램(예시)**

**표 3. 퀴놀린의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9997 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 96.7 | 103.5 |
| 정밀도(% RSD) | 3.2 | 0.1 |

[2013-1-668](유독물질), 177(중점관리물질)

# 1,2-Oxathiolane, 2,2-dioxide(1,2-옥사티올란, 2,2-디옥사이드)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : 1,2-Oxathiolane,2,2-dioxide(CAS No : 1120-71-4)
- 수용해도 : 100g/L(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 41.9 mg/kg / 133.4 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 1,2,-옥사티올란, 2,2,-디옥사이드의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 1,2,-옥사티올란, 2,2,-디옥사이드을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 1,2,-옥사티올란, 2,2,-디옥사이드에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2. 검출기 (FID)

불꽃이온화검출기는 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.

# 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

1,2,-옥사티올란, 2,2,-디옥사이드 (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 메탄올 20 mL를 넣고 1,2,-옥사티올란, 2,2,-디옥사이드(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.4. 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1. 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2. 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

1,2,-옥사티올란, 2,2,-디옥사이드 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 10 ~ 200 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 1,2,-옥사티올란, 2,2,-디옥사이드의 농도를 가로축(x 축)에, 1,2,-옥사티올란, 2,2,-디옥사이드의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 1,2,-옥사티올란, 2,2,-디옥사이드의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 1,2,-옥사티올란, 2,2,-디옥사이드 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 1,2,-옥사티올란, 2,2,-디옥사이드 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

**가.** Jeżewska, A, “Determination of Propane-1,3-sultone in Workplace Air for Occupational Exposure Assessment”, *Int. Journal of Environ. Res. Public Health*, 17, 2020. 1414- 1993

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 133.4mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 1,2,-옥사티올란, 2,2,-디옥사이드의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | HP-5ms<br>(30 m × 0.25 mm × 0.25 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | |
| 주입구 온도 | 220 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 240 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 50.0 | 2.0 | 10.0 | 250 | 5 |

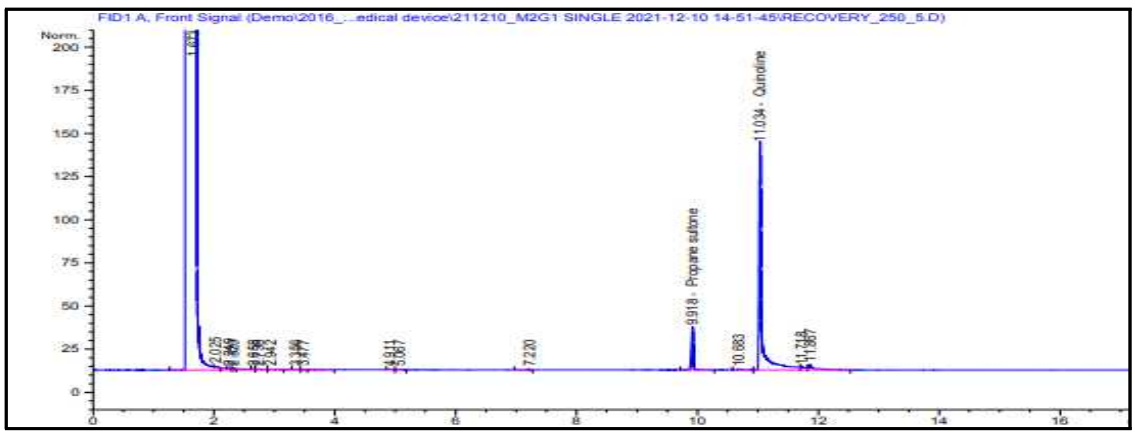



그림 1. 1,2,-옥사티올란, 2,2,-디옥사이드 크로마토그램(예시)

**표 3. 1,2,-옥사티올란, 2,2,-디옥사이드의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9999 | 0.9989 |
| 정확도(%) | 95.5 | 101.3 |
| 정밀도(% RSD) | 3.4 | 1.2 |

[2014-1-686](유독물질), 218(중점관리물질)

# Triglycidyl isocynurate;
# 1,3,5-Tris(oxiranylmethyl)-1,3,5,-triazine-2,4,6-(1H,3H,5H)-trione
# (트라이글리시딜 이소시아누레이트)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Triglycidyl isocyanurate(CAS No : 2451-62-9)
- 수용해도 : 10.5 g/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-MS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 32.6 mg/kg / 103.9 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 트라이글리시딜 이소시아누레이트의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매 테트라하이드로퓨란으로 추출하여 기체크로마토그래피/질량분석기로 시료 중 트라이글리시딜 이소시아누레이트을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 트라이글리시딜 이소시아누레이트에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다.

### 3.2. 질량분석기 (MS)

이온화방식은 전자충격법 (EI, electron impact)을 사용하며 이온화에너지는 35 eV ~ 70 eV을 사용한다. 질량분석기는 자기장형 (magnetic sector), 사중극자형 (quardrupole) 및 이온트랩형

(ion trap) 등의 성능을 가진 것을 사용한다. 정량분석에는 선택이온검출법 (SIM, Selected Ion Monitoring)을 이용하는 것이 바람직하다. 선택하는 이온들은 표 2의 이온을 사용할 수 있다.

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1. 테트라하이드로퓨란

HPLC급 이상의 용매를 이용하여야 하며 바탕시험 할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

### 4.2. 트라이글리시딜 이소시아누레이트 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 테트라하이드로퓨란 20 mL를 넣고 트라이글리시딜 이소시아누레이트(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 테트라하이드로퓨란으로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃ 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

### 4.3. 트라이글리시딜 이소시아누레이트 표준용액(100 mg/L)

50 mL 부피플라스크에 표준원액(1,000 mg/L) 5 mL를 정확히 취하여 넣고 테트라하이드로퓨란으로 표선을 채운다. 필요시 이 용액을 단계적으로 희석하여 사용한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1. 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2. 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다. 고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

### 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~

110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x} \text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

트라이글리시딜 이소시아누레이트 표준용액(100mg/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. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래피/질량분석기에 주입하여 분석한다. 트라이글리시딜 이소시아누레이트의 농도를 가로축(x 축)에, 트라이글리시딜 이소시아누레이트의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 트라이글리시딜 이소시아누레이트의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 트라이글리시딜 이소시아누레이트 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 트라이글리시딜 이소시아누레이트 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

$V$ : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

**9.1.** White J., “Determination of Triglycidyl Isocyanurate from Powder Coatings in Occupational Hygiene Samples by GC with Mass Spectrometric Detection”, *Annals of Occupational Hygiene*, Vol. 48, No. 6, 2004, 555-563.New York, 1962, 35-40.

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 103.9 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 트라이글리시딜 이소시아누레이트의 질량스펙트럼 특성 이온(예시)**

| 분석물질명 | 제1선택이온 (m/z) | 제2선택이온 (m/z) |
|---|---|---|
| 트라이글리시딜 이소시아누레이트 | 255 | 267 |

**표 3. 트라이글리시딜 이소시아누레이트의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-5 (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | |
| 주입구 온도 | 250 ℃ | | | | |
| 이송관 온도 | 300 ℃ | | | | |
| 이온소스 온도 | 230 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 60.0 | 1.0 | 20.0 | 300.0 | 3.0 |
| 이온화방법 | EI (Electron Impact), 70 eV, 35 amu ~ 500 amu | | | | |

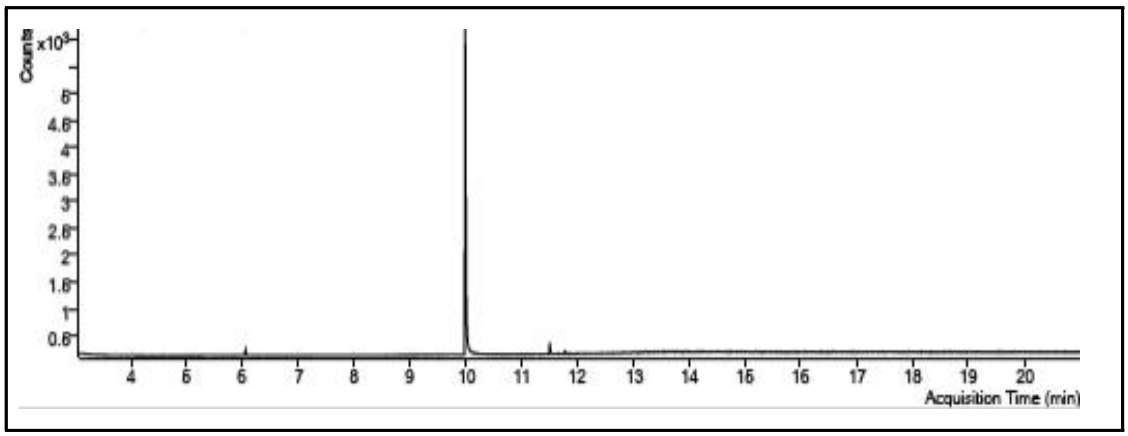



그림 1. 트라이글리시딜 이소시아누레이트 크로마토그램(예시)

표 4. 트라이글리시딜 이소시아누레이트의 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9992 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 104.9 | 104.9 |
| 정밀도(% RSD) | 1.6 | 2.9 |

[2014-1-693](유독물질)

# 1,3-Butadiene(1,3-부타디엔)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : 1,3-Butadiene(CAS No : 106-99-0)
- 수용해도 : 0.735 g/L(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 40.6 mg/kg / 129.2 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 1,3-부타디엔의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 1,3-부타디엔을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 1,3-부타디엔에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2. 검출기 (FID)

불꽃이온화검출기는 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.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순

물 피크가 없는 것을 사용한다.

1,3-부타디엔 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 메탄올 20 mL를 넣고 1,3-부타디엔(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.4. 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1. 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨

가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2. 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 20 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

1,3-부타디엔 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 1 ~ 50 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 1,3-부타디엔의 농도를 가로축(x 축)에, 1,3-부타디엔의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 1,3-부타디엔의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 1,3-부타디엔 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 1,3-부타디엔 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

$V$ : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌


**9.1.** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

**9.2.** Ohno, H, Kawamura, Y, “Analysis of Acrylonitrile, 1,3-Butadiene, and Related Compounds in Acrylonitrile-Butadiene-Styrene Copolymers for Kitchen Utensils and Children’s Toys by Headspace GC/Mass Spectrometry”, *Journal of AOAC INTERNATIONAL*, Volume 93, Issue 6, 2010, 1965-1971

**9.3.** Aromatic and halogenated volatiles, EPA Method 8021B

**9.4.** ES 06601.1, 폐기물 공정시험기준, 국립환경과학원고시, 제2021-95호, (2021)

# 10. 부록

## 표 1. 정도관리 목표 값

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 129.2mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

## 표 2. 1,3-부타디엔의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-624<br>(60 m × 0.32mm × 1.8 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/10 | | | | |
| 주입구 온도 | 250 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 270 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 2.0 | 15.0 | 250 | 5.0 |

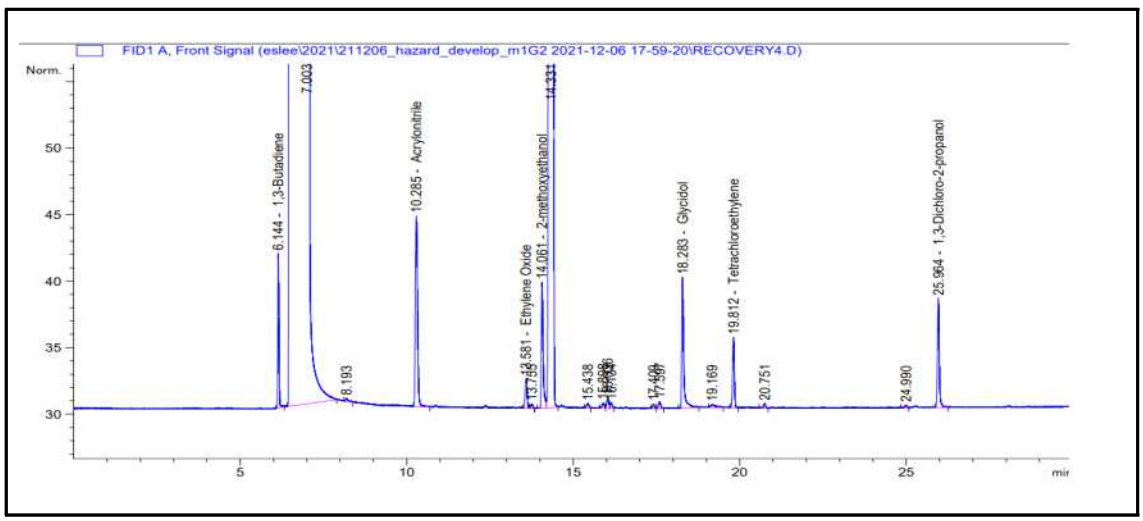



그림 1. 1,3-부타디엔 크로마토그램(예시)

**표 3. 1,3-부타디엔의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9948 | 0.9992 |
| 정확도(%) | 104.7 | 100.1 |
| 정밀도(% RSD) | 3.3 | 2.2 |

[2014-1-694](유독물질), 23(중점관리물질)

# *N,N*-Dimethylformamide(*N,N*-디메틸포름아미드)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : *N,N*-Dimethylformamide(CAS No : 68-12-2)
- 수용해도 : 1,000 g/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 24.2 mg/kg / 77.1 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 *N,N*-디메틸포름아미드의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 *N,N*-디메틸포름아미드을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 *N,N*-디메틸포름아미드에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2. 검출기 (FID)

불꽃이온화검출기는 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.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

*N,N*-디메틸포름아미드 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 메탄올 20 mL를 넣고 *N,N*-디메틸포름아미드(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.4. 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1. 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x} \text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

*N,N*-디메틸포름아미드 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 1 ~ 50 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. *N,N*-디메틸포름아미드의 농도를 가로축(x 축)에, *N,N*-디메틸포름아미드의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의

머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 *N,N*-디메틸포름아미드의 농도를 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*-디메틸포름아미드 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 *N,N*-디메틸포름아미드 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

**9.1.** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

**9.2.** Aromatic and halogenated volatiles, EPA Method 8021B

**9.3.** Olivier, E.I, Toit, D.D, Hamman, I.H, “Development of an analytical method for the evaluation of N,N-dimethylformamide in dosage form design”, *Pharmazie*, 62(10), 2007, 735-738.

**9.4.** 유해화학물질공정시험기준, 국립환경과학원고시, 제2019-30호

**9.5.** ES 06601.1, 폐기물 공정시험기준, 국립환경과학원고시, 제2021-95호, (2021)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 77.1mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. *N,N*-디메틸포름아미드의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-624<br>(60 m × 0.32mm × 1.8 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | |
| 주입구 온도 | 250 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 270 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도<br>(℃)<br>40.0 | 초기시간<br>(min.)<br>2.0 | 승온속도<br>(℃/min.)<br>15.0 | 최종온도<br>(℃)<br>250 | 최종시간<br>(min.)<br>5.0 |

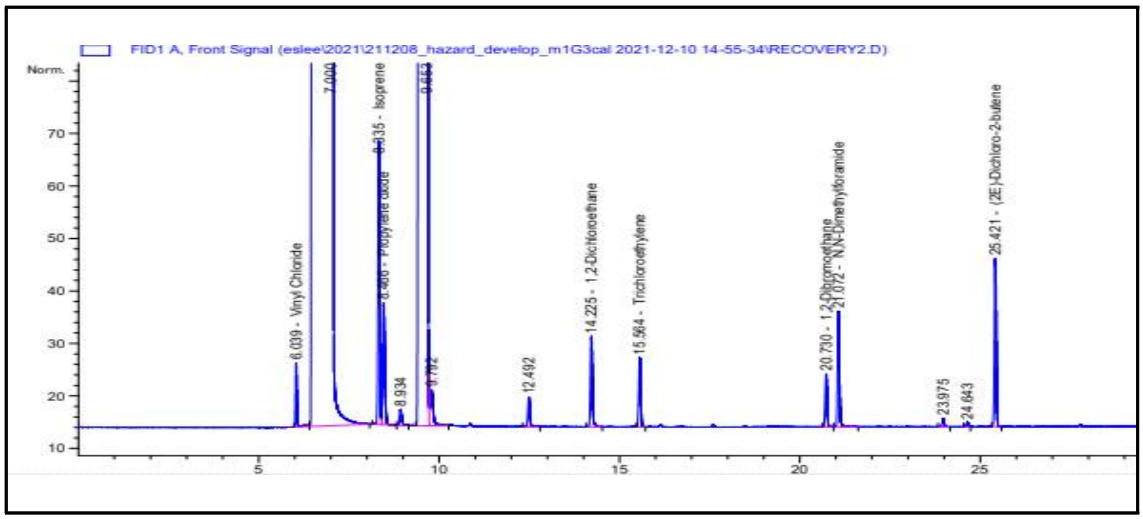



그림 1. *N,N*-디메틸포름아미드 크로마토그램(예시)

표 3. *N,N*-디메틸포름아미드의 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9996 | 0.9989 |
| 정확도(%) | 99.7 | 101.4 |
| 정밀도(% RSD) | 1.8 | 2.4 |

# 2014-1-695

< 유독물질 지정 내용 >

| 고유번호 | 화학물질의 명칭 |
|---|---|
| 2014-1-695 | 디니트로톨루엔[Dinitrotoluene; 25321-14-6, 121-14-2, 606-20-2, 610-39-9, 602-01-7, 619-15-8, 618-85-9] 및 이를 0.1% 이상 함유한 혼합물 |

< 분석 대상 물질 >

| 화학물질 명칭(영문) | CAS No | 분석법 | 페이지 |
|---|---|---|---|
| 2,4-디니트로톨루엔(2,4-Dinitrotoluene) | 121-14-2 | GC-FID | 1004 |
| 2,6-디니트로톨루엔(2,6-Dinitrotoluene) | 606-20-2 | GC-FID | 1017 |

[2014-1-695](유독물질), 105(중점관리물질)

# 2,4-Dinitrotoluene(2,4-디니트로톨루엔)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : 2,4-Dinitrotoluene(CAS No : 121-14-2)
- 수용해도 : 0.2g/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 15.0 mg/kg / 47.8 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 2,4-디니트로톨루엔의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 2,4-디니트로톨루엔을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 2,4-디니트로톨루엔에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2. 검출기 (FID)

불꽃이온화검출기는 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.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

2,4-디니트로톨루엔 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 메탄올 20 mL를 넣고 2,4-디니트로톨루엔(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.4. 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1. 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2. 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 ㎛ 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

2,4-디니트로톨루엔 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 2 ~ 100 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 ㎕를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 2,4-디니트로톨루엔의 농도를 가로축(x 축)에, 2,4-디니트로톨루엔의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 2,4-디니트로톨루엔의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 2,4-디니트로톨루엔 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 2,4-디니트로톨루엔 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

$V$ : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

**9.1.** Determination of explosives and related compounds in drinking water by solid phase extraction and capillary column gas /mass spectrometery (GC/MS), EPA method 529

**9.2.** ES 08304, 유해화학물질공정시험기준

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 47.8mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 2,4-디니트로톨루엔의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-5<br>(30 m × 0.25mm × 0.25 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | |
| 주입구 온도 | 250 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 280 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 2.0 | 5.0 | 250 | 5.0 |

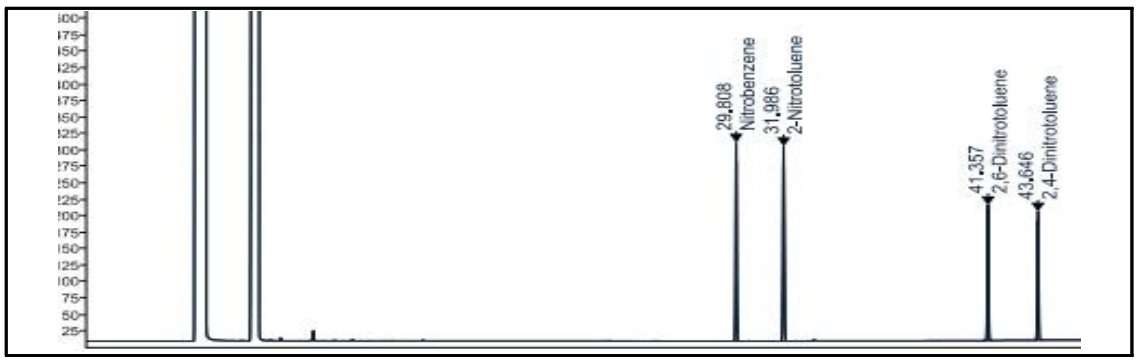



**그림 1. 2,4-디니트로톨루엔 크로마토그램(예시)**

**표 3. 2,4-디니트로톨루엔의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9998 | 0.9990 |
| 정확도(%) | 102.5 | 98.4 |
| 정밀도(% RSD) | 3.5 | 2.2 |

[2014-1-695](유독물질)

# 2,6-Dinitrotoluene(2,6-디니트로톨루엔)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : 2,6-Dinitrotoluene(CAS No : 606-20-2)
- 수용해도 : 0.2g/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 18.0 mg/kg / 57.5 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 2,6-디니트로톨루엔의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 2,6-디니트로톨루엔을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 2,6-디니트로톨루엔에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2 검출기 (FID

불꽃이온화검출기는 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.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순

물 피크가 없는 것을 사용한다.

2,6-디니트로톨루엔 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 메탄올 20 mL를 넣고 2,6-디니트로톨루엔(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.4. 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1. 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2. 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x} \text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

2,6-디니트로톨루엔 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 1 ~ 50 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 2,6-디니트로톨루엔의 농도를 가로축(x 축)에, 2,6-디니트로톨루엔의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로

마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 2,6-디니트로톨루엔의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 2,6-디니트로톨루엔 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 2,6-디니트로톨루엔 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

$V$ : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

**9.1.** Determination of explosives and related compounds in drinking water by solid phase extraction and capillary column gas /mass spectrometery (GC/MS), EPA method 529

**9.2.** ES 08304, 유해화학물질공정시험기준

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 57.5mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 2,6-디니트로톨루엔의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-5<br>(30 m × 0.25mm × 0.25 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | |
| 주입구 온도 | 250 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 280 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도<br>(℃) | 초기시간<br>(min.) | 승온속도<br>(℃/min.) | 최종온도<br>(℃) | 최종시간<br>(min.) |
| | 40.0 | 2.0 | 5.0 | 250 | 5.0 |

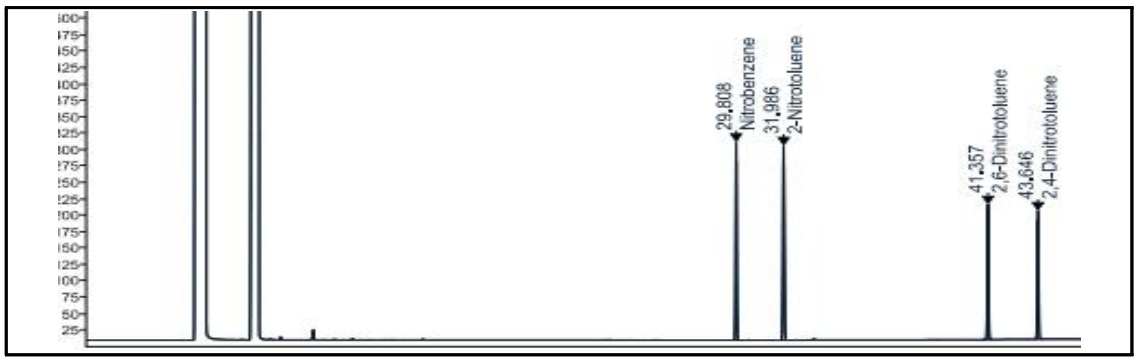



**그림 1. 2,6-디니트로톨루엔의 크로마토그램(예시)**

**표 3. 2,6-디니트로톨루엔의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9996 | 0.9998 |
| 정확도(%) | 104.4 | 104.4 |
| 정밀도(% RSD) | 1.4 | 1.7 |

[2014-1-696](유독물질), 93(중점관리물질)

# 2-Ethoxyethanol(2-에톡시에탄올)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : 2-Ethoxyethanol(CAS No : 110-80-5)
- 수용해도 : 1000 g/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.3%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 2.5 mg/kg / 8.0 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 2-에톡시에탄올의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 2-에톡시에탄올을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 2-에톡시에탄올에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2. 검출기 (FID)

불꽃이온화검출기는 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.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

2-에톡시에탄올 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 메탄올 20 mL를 넣고 2-에톡시에탄올(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.4. 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1. 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

2-에톡시에탄올 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 0.1 ~ 5 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 2-에톡시에탄올의 농도를 가로축(x 축)에, 2-에톡시에탄올의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 2-에톡시에탄올의 농도를 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)

## 9. 참고문헌

9.1. 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 규정(화학물질안전원 고시 제 2024-30호)

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 8.0mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 2-에톡시에탄올의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-624 (60 m × 0.32 mm × 1.8 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | |
| 주입구 온도 | 260 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 270 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 2.0 | 15.0 | 250 | 10.0 |

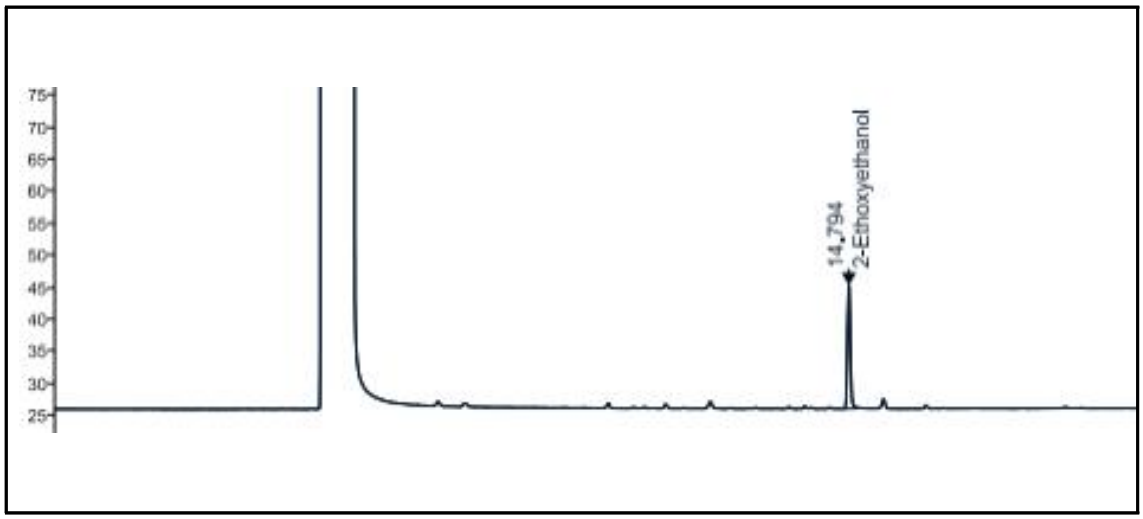



**그림 1. 2-에톡시에탄올 크로마토그램(예시)**

**표 3. 2-에톡시에탄올의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9999 | 0.9996 |
| 정확도(%) | 97.9 | 104.7 |
| 정밀도(% RSD) | 3.2 | 3.4 |

[2014-1-697](유독물질), 70(중점관리물질)

# 2-Imidazolidinethione(2-이미다졸리딘티온)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : 2-Imidazolidinethione(CAS No : 96-45-7)
- 수용해도 : 2 g/100mL(30℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.3%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : HPLC-UVD
- 방법검출한계 및 정량한계 : 8.16 mg/kg / 26.0 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 2-이미다졸리딘티온의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 고성능액체크로마토그래피법으로 시료 중 2-이미다졸리딘티온를 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 2-이미다졸리딘티온에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1. 고성능액체크로마토그래프

고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이이검출기, DAD) 또는 형광 검출기로 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 $\mu$L～100 $\mu$L의 범위 내의 것을 사용한다.

고성능액체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

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.

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.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

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.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.4. 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 라. 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1. 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2. 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 200 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

2-이미다졸리딘티온 표준용액(100 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (0.1 ~ 5) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 2-이미다졸리딘티온의 농도를 가로축(x 축)에, 2-이미다졸리딘티온의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주입한다. 액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 시료 중 2-이미다졸리딘티온의 농도를 계산한다.

$$\text{시료 중 분석물질의 농도(\%)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times 10^{-4} \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 2-이미다졸리딘티온 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 2-이미다졸리딘티온 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9.0 참고문헌

9.1 El Balkhi, S, Sandouk, P, Galliot-Guilley, M, “Determination of ethylene thiourea in urine by HPLC-DAD”, *Journal of Anal Toxicol*, Vol 2, Issue 4, 2005. 229-233

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 26.0 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

표 2. 2-이미다졸리딘티온의 고성능액체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)

| 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 ℃ |
| 파장 | 234 nm |

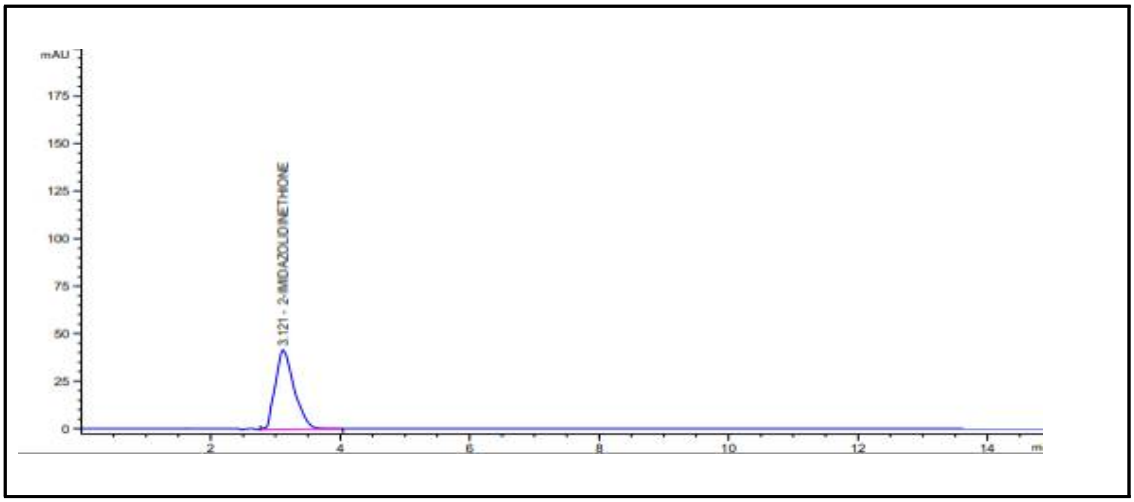



그림 1. 2-이미다졸리딘티온 크로마토그램(예시)

표 4. 2-이미다졸리딘티온 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9999 | 1.0000 |
| 정확도(%) | 97.2 | 100.3 |
| 정밀도(% RSD) | 1.3 | 1.2 |

[2014-1-698](유독물질), 89(중점관리물질)

# 2-Methoxyethanol(2-메톡시에탄올)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : 2-Methoxyethanol(CAS No : 109-86-4)
- 수용해도 : 1 000 g/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.3%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 7.5 mg/kg / 23.9 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 2-메톡시에탄올의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 2-메톡시에탄올을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 2-메톡시에탄올에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2. 검출기 (FID)

불꽃이온화검출기는 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.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

2-메톡시에탄올 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 메탄올 20 mL를 넣고 2-메톡시에탄올(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.4. 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1. 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2. 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 20 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

2-메톡시에탄올 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 0.5 ~ 20 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 2-메톡시에탄올의 농도를 가로축(x 축)에, 2-메톡시에탄올의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 2-메톡시에탄올의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 2-메톡시에탄올 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 2-메톡시에탄올 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

$V$ : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

**9.1.** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

**9.2.** Ohno, H, Kawamura, Y, “Analysis of Acrylonitrile, 1,3-Butadiene, and Related Compounds in Acrylonitrile-Butadiene-Styrene Copolymers for Kitchen Utensils and Children’s Toys by Headspace GC/Mass Spectrometry”, *Journal of AOAC INTERNATIONAL*, Volume 93, Issue 6, 2010, 1965-1971

**9.3.** Aromatic and halogenated volatiles, EPA Method 8021B

**9.4.** ES 06601.1, 폐기물 공정시험기준, 국립환경과학원고시, 제2021-95호, (2021)

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 23.9mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 2-메톡시에탄올의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-624<br>(60 m × 0.32mm × 1.8 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/10 | | | | |
| 주입구 온도 | 250 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 270 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 2.0 | 15.0 | 250 | 5.0 |

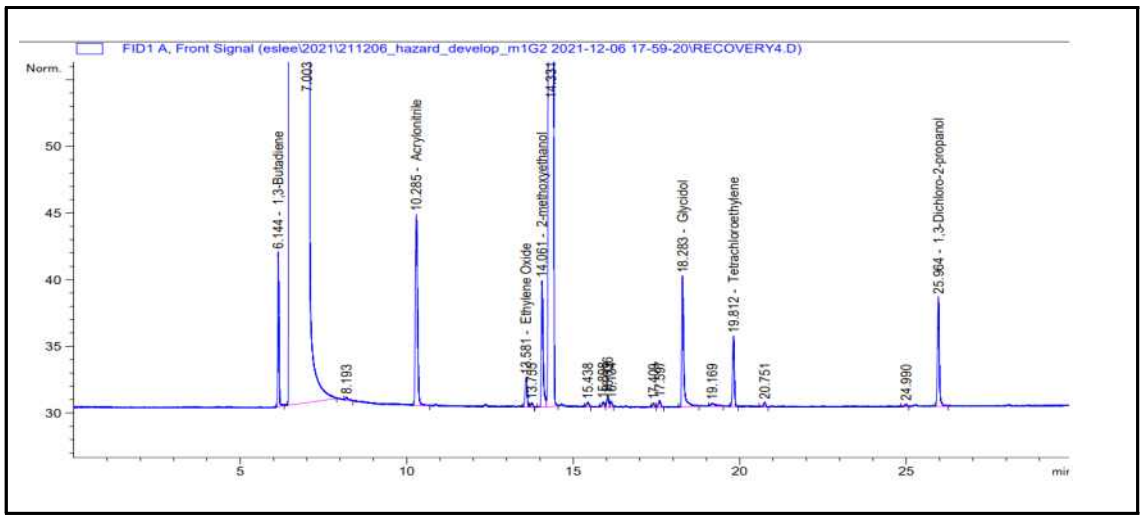



**그림 1. 2-메톡시에탄올 크로마토그램(예시)**

**표 4. 2-메톡시에탄올의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9991 | 0.9991 |
| 정확도(%) | 101.3 | 95.1 |
| 정밀도(% RSD) | 3.1 | 2.0 |

[2014-1-699](유독물질), 82(중점관리물질)

# 4,4 ‘-Methylenedianiline(4,4 ‘-메틸렌디아닐린)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : 4,4 ‘-Methylenedianiline(CAS No : 101-77-9)
- 수용해도 : 1 g/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-MS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 21.9 mg/kg / 69.9 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 아조염료에 해당하는 4,4’-메틸렌디아닐린, 4,4’-메틸렌비스(2-클로로아닐린), 4,4 ‘-옥시비스벤젠아민, 4-아미노비페닐, 벤지딘, 2-나프틸아민, p-아미노아조벤젠의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피/질량분석기로 시료 중 아조염료를 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 4,4’-메틸렌디아닐린에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 ㎛, 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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2. 질량분석기 (MS)

이온화방식은 전자충격법 (EI, electron impact)을 사용하며 이온화에너지는 35 eV ~ 70 eV을 사용한다. 질량분석기는 자기장형 (magnetic sector), 사중극자형 (quardrupole) 및 이온트랩형 (ion trap) 등의 성능을 가진 것을 사용한다. 정량분석에는 선택이온검출법 (SIM, Selected Ion Monitoring)을 이용하는 것이 바람직하다. 선택하는 이온들은 표 2의 이온을 사용할 수 있다.

## 4. 시약 및 표준용액

이 시험방법에 사용되는 시약들은 특별히 순도와 등급이 명시된 경우를 제외하고는 HPLC 또는 잔류농약급을 사용하여야 하며, 다른 시약의 경우는 특급 (GR 또는 ACS 등급) 이상을 사용한다.

**4.1.1** 메탄올 (methanol, $CH_3OH$)

**4.1.2** 클로로벤젠 (Chlorobenzene, $C_6H_5Cl$)

**4.1.3** 아세토니트릴 (Acetonitrile, $CH_3CN$)

**4.1.4** 메틸 t-부틸 에테르 (MTBE, methyl t-butyl ether, $C_5H_{12}O$)

**4.1.5** n-펜탄 (n-Pentane, $C_5H_{12}$)

**4.1.6** 차아황산나트륨(Sodium dithionite, $Na_2S_2O_4$) 용액 :

약 60 g의 차아황산나트륨($Na_2S_2O_4$)을 400 mL 정제수로 용해시킨다. 용해되지 않은 것은 초음파를 사용하여 완전히 용해시키며 이 용액은 시험 당일 제조한다.

**4.1.7** 0.06 M 구연산 완충 용액(pH 6) :

구연산($C_6H_8O_7$) 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.

**4.1.8** 4,4'-메틸렌디아닐린 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 메탄올 20 mL를 넣고 4,4'-메틸렌디아닐린(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃ 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1. 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2. 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

### 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록

동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \ \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 0.1 g을 무게를 측정하여 70 ℃로 예열된 구연산 완충 용액 15 mL를 가한다. 반응 용기를 밀폐하고 70 ℃에서 30분 동안 처리한다. 그 후 바로 실온으로 냉각시킨다. 3 mL의 차아황산나트륨 수용액을 아조 그룹의 환원 분해를 위해 반응 용기에 첨가한다. 그런 뒤 강하게 흔들어 섞고, 즉시 70 ℃에서 30분 동안 처리한다. 그리고 2분 이내에 실온인 (20 ~ 25) ℃로 냉각시킨다. 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.

### 7.2 검정곡선의 작성

4,4'-메틸렌디아닐린 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 0.1 ~ 5 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 4,4'-메틸렌디아닐린의 농도를 가로축(x 축)에, 4,4'-메틸렌디아닐린의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 4,4'-메틸렌디아닐린의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 4,4'-메틸렌디아닐린 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 4,4'-메틸렌디아닐린 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

$V$ : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

9.1. 어린이 용품 함유 아조염료 함량시험방법, 2012

9.2. 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 규정(화학물질안전원 고시 제 2024-30호)

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 69.9 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 4,4'-메틸렌디아닐린의 질량스펙트럼 특성 이온 (예시)**

| 화합물명 | 제1선택이온 (m/z) | 제2선택이온 (m/z) |
|---|---|---|
| 4,4'-메틸렌디아닐린 | 198 | 197, 182 |

**표 3. 4,4'-메틸렌디아닐린의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-35 (30 m × 0.25mm × 0.25 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | |
| 주입구 온도 | 260 ℃ | | | | |
| 이송관 온도 | 300 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 310 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 100.0 | 2.0 | 15.0 | 310 | 6.0 |
| 이온화방법 | EI (Electron Impact), 70 eV | | | | |

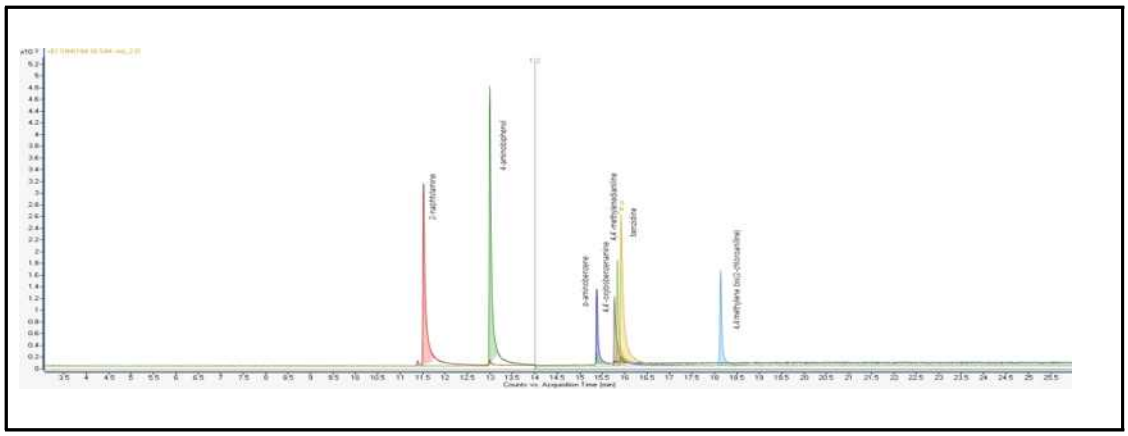


그림 1. 4,4'-메틸렌디아닐린 크로마토그램(예시)

표 4. 4,4'-메틸렌디아닐린의 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9944 | 0.9988 |
| 정확도(%) | 78.8 | 103.1 |
| 정밀도(% RSD) | 4.5 | 2.7 |

[2014-1-700](유독물질), 171(중점관리물질)

# 1-Methyl-2-pyrrolidinone(1-메틸-2-피롤리디논)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : 1-Methyl-2-pyrrolidinone(CAS No : 872-50-4)
- 수용해도 : >= 100g/L(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.3%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : LC-MS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 29.2 mg/kg / 93.0 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 1-메틸-2-피롤리디논의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래프-질량분석기로 시료 중 1-메틸-2-피롤리디논을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 1-메틸-2-피롤리디논에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 액체크로마토그래프

액체 크로마토그래프는 일반적으로 500 psi ~ 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.

분석용 컬럼은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 컬럼($C_{18}$)을 사용하고, 길이 50 mm, 내경 2.1 mm, 충전제 크기 2.6 $\mu$m, 분석용 컬럼과 보호 컬럼이 사용된다. 보호 컬럼은 길이가 5 cm ~ 10 cm 정도로 분석용 컬럼의 수명을 연장시키고, 분석용 컬럼과 같은 종류의 충전제를 사용하며 분석용 컬럼앞에 설치한다.

### 3.2 질량분석기(MS

액체 크로마토그래프로부터 용리 된 이온성 시료를 대기압하에서 고전압으로 증발시켜 모

세관에 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.

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 ℃, 블록 히터 온도는 200 ℃로 한다. 분석장비 및 분석조건에 따라 설정을 달리할 수 있다.

질량분석기는 사중극자형(quadrupole) 동등 이상의 성능을 가진 것을 사용한다.

# 4. 시약 및 표준용액

아세토나이트릴(Acetonitrile, $CH_3CN$, 분자량 : 41.05)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

1-메틸-2-피롤리디논 표준원액 (100 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 1-메틸-2-피롤리디논(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 ℃ 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시

료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1. 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2. 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

### 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x} \text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 20 mL 부피플라스크에 넣고 아세토나이트릴 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 아세토나이트릴 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

1-메틸-2-피롤리디논 표준용액(100mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 0.5 ~ 10 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래피/질량분석기에 주입하여 분석한다. 1-메틸-2-피롤리디논의 농도를 가로축(x 축)에, 1-메틸-2-피롤리디논의 면적값(Ax)을 세

로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 1-메틸-2-피롤리디논의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 1-메틸-2-피롤리디논의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 1-메틸-2-피롤리디논의 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 1-메틸-2-피롤리디논의 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료 추출용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌


9.1. U.S. Food and drug administration, Method of Anaylsis N-methyl-2-pyrrolidone, 2011

9.2. EU Reference Laboratory for Residues of pesticides requiring single residue methods (EURL-SRM)


## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 93.0mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 1-메틸-2-피롤리디논의 액체크로마토그래프/질량분석기 기기분석 조건(예시)**

<table>
<tr><th>항목</th><th>조 건</th></tr>
<tr><td>컬럼</td><td>Hilic(100mm× 2.1mm × 1.8 μm)</td></tr>
<tr><td>이동상</td><td>A : 0.1 % formic acid in water<br>B : 0.1 % formic acid in acetonitrile<br>
<table>
<tr><th>시간</th><th>A(%)</th><th>B(%)</th></tr>
<tr><td>0～3</td><td>10</td><td>90</td></tr>
<tr><td>7</td><td>90</td><td>10</td></tr>
<tr><td>8</td><td>90</td><td>10</td></tr>
<tr><td>10</td><td>10</td><td>90</td></tr>
<tr><td>15</td><td>10</td><td>90</td></tr>
</table></td></tr>
<tr><td>유속</td><td>0.3 mL/min</td></tr>
<tr><td>주입량</td><td>1 μL</td></tr>
<tr><td>컬럼 온도</td><td>25 ℃</td></tr>
<tr><td>이온화<br>분석모드</td><td>positive</td></tr>
</table>

**표 3. 액체크로마토그래프/질량분석기에 의한 1-메틸-2-피롤리디논의 측정질량(예시)**

| 분석물질명 | Precursor ion (m/z) | Product ion (m/z) |
|---|---|---|
| 1-메틸-2-피롤리디논 | 100.0 | 68.9, 82.0, 41.0 |

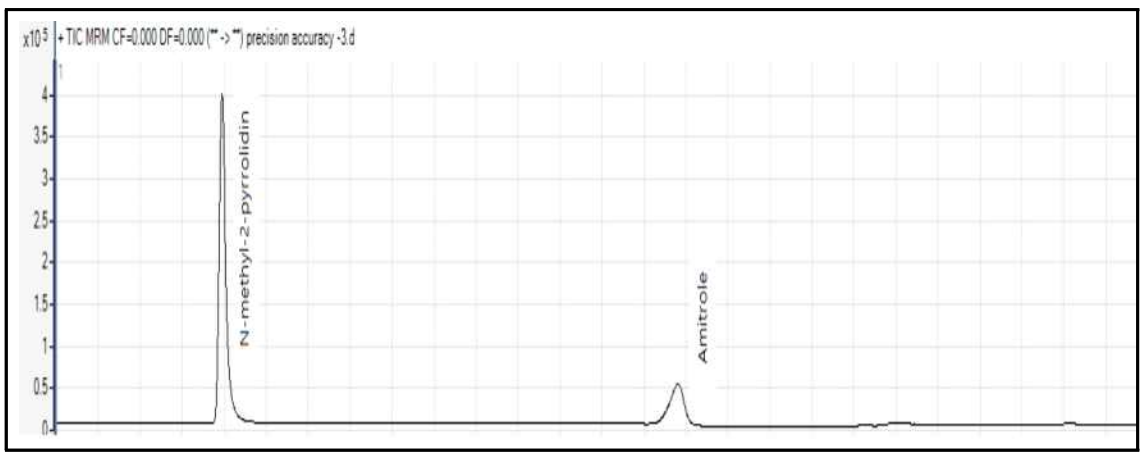



그림 1. 1-메틸-2-피롤리디논 크로마토그램(예시)

**표 4. 1-메틸-2-피롤리디논의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9951 | 0.9969 |
| 정확도(%) | 101.3 | 97.1 |
| 정밀도(% RSD) | 3.7 | 2.9 |

[2018-1-853](유독물질)

# Nickel diformate(니켈 디포메이트)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Nickel diformate(CAS No : 3349-06-2)
- 수용해도 : -
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : IC
- 방법검출한계 및 정량한계 : 302.7 mg/kg / 964.0 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 니켈 디포메이트의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 이온크로마토그래피법으로 시료 중 니켈 디포메이트을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 니켈 디포메이트에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 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.

#### 3.1.1 검출기

분석목적 및 성분에 따라 전기전도도 검출기, 전기화학적 검출기 및 광학적 검출기 등이 있으나 일반적으로 음이온 분석에는 전기전도도 검출기를 사용한다.

#### 3.1.2 분리컬럼

유리 또는 에폭시 수지로 만든 관에 이온교환체를 충전시킨 것으로 다음과 같은 것이 있다.

##### 3.1.2.1 억제기형

폴리스틸렌계 페리큐라형 음이온 교환수지(10 $\mu$m ~ 15 $\mu$m)를 컬럼에 충전시킨 것으로서 안지름 3 mm ~ 5 mm, 길이 5 mm ~ 30 mm이다.

##### 3.1.2.2 비억제기형

폴리스틸렌계 페리큐라형 음이온 교환수지(10 $\mu$m ~ 15 $\mu$m), 폴리아크릴계 표면다공성 음이온 교환수지(10 $\mu$m ~ 12.5 $\mu$m) 또는 실리카겔 전다공성형 음이온 교환수지(6 $\mu$m)를 컬럼에 충전시킨 것으로서 안지름 4 mm ~ 6 mm, 길이 5 cm ~ 10 cm 이다.

#### 3.1.3 시료 주입부

일반적으로 미량의 시료를 사용하기 때문에 루프-밸브에 의한 주입방식이 많이 이용되며 시료주입량은 보통 10 $\mu$L ~ 100 $\mu$L이다.

#### 3.1.4 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.

#### 3.1.5 펌프

분리 컬럼 중의 이온교환체의 입자는 약 10 $\mu$m 이하의 매우 작은 입자로서 용리액 및 시료를 고압 하에서 전개시키지 않으면 요구되는 유속을 얻기가 어렵다. 따라서 펌프는 150 kg/cm$^2$ ~ 350 kg/cm$^2$ 압력에서 사용될 수 있어야 하며 시간차에 따른 압력차가 크게 발생하여서는 안 된다.

## 4. 시약 및 표준용액

### 4.1 시약

#### 4.1.1 억제기용 재생액(0.05 M $H_2SO_4$)

황산 (sulfuric acid, H2SO4, 분자량 : 98.08) 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.

#### 4.1.2 용리액

#### 4.1.2.1 억제기형 (0.003 M $NaHCO_3$ ~ 0.0024 M $Na_2CO_3$)

탄산수소나트륨 (sodium bicarbonate, NaHCO3, 분자량 : 84.01) 1.008 g과 탄산나트륨 (sodium carbonate, $Na_2CO_3$, 분자량 : 105.99) 1.0175 g을 정제수에 녹여 4 L로 한다.

#### 4.1.2.2 비억제기형(0.0013 M 글루콘산 ~ 0.0013 M $Na_2B_4O_7$)

글루콘산 (gluconic acid, $C_6H_{12}O_7$, 분자량 : 196.2) 1.02 g과 붕산나트륨 (sodium boric acid, Na2B4O7, 분자량 : 201.37) 1.0466 g을 정제수에 녹여 4 L로 한다.

### 4.2 표준용액

#### 4.2.1 표준원액(1,000 mg/L)

각 음이온 표준원액은 단일 음이온 및 혼합 음이온 용액은 적절한 사양으로 시판되는 용

액을 사용할 수 있다. 이러한 용액은 수개월간 안정적이다.

#### 4.2.2 표준용액

각 이온의 표준원액을 정제수로 희석하여 사용하며 기기의 분석감도에 따라 적당한 농도로 혼합 조제한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.4. 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1. 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 8. 항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 표 4 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2. 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7.0항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 8. 항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

**7.1.1** 시료 약 0.1 g을 정밀하게 달아 100 mL 부피플라스크에 넣고 0.3 % 과산화수소로 표선까지 채운 후 섞이도록 한다. 필요시 시료량을 조정할 수 있다.

**7.1.2** 시료용액을 0.45 ㎛ 멤브레인 필터 등 으로 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 ㎛ 멤브레인 필터로 여과하여 100 mL 부피플라스크에 모은 후 정제수로 표선을 채워 이를 시험용액으로 한다.

### 7.2 측정법

**7.2.1** 이온크로마토그래프의 전체 시스템을 작동시켜 유속을 1 mL/min ~ 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.

**7.2.2** 펌프의 압력이 일정하게 유지되고 용리액의 전도도 및 기록계의 기준선이 안정화되면 표준용액 및 시료를 각각 주입하여 크로마토그램을 작성하고 각 음이온의 유지시간을 확인한다.

### 7.3 검정곡선의 작성

**7.3.1** 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.

**7.3.2** 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 달라 질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

[주 2] 억제기형의 경우 시료 중에 저급 유기산이 존재하면 음이온의 정량분석을 방해할 수 있다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 음이온의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질 중 음이온의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 음이온의 함량(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 검정곡선에서 얻어진 분석시료의 음이온 농도(mg/L)

$C_0$ : 검정곡선에서 얻어진 방법바탕시료의 음이온 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(1.65)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** 환경부, 수질오염공정시험기준, ES 04350.1b 음이온류-이온크로마토그래피

**9.2** KS I ISO 10304-1 ; 2007, 수질 - 이온 크로마토그래피를 이용한 용존 음이온의 측정 - 제1부 : 브롬이온, 염소이온, 불소이온, 질산성 이온, 아질산성 이온, 인산이온, 황산이온의 측정

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 964..0 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 니켈 디포메이트의 이온크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| | |
|---|---|
| Model | Thermo Aqion RF IC system(Thermo) |
| Column | 분석컬럼 : AS18 4 × 250 mm<br>가드컬럼 : AG18 4 × 50 mm |
| Suppressor | ADRS 600, 4 mm |
| Supressor current | 57 mA |
| Eluent | 23 mM Hydroxide |

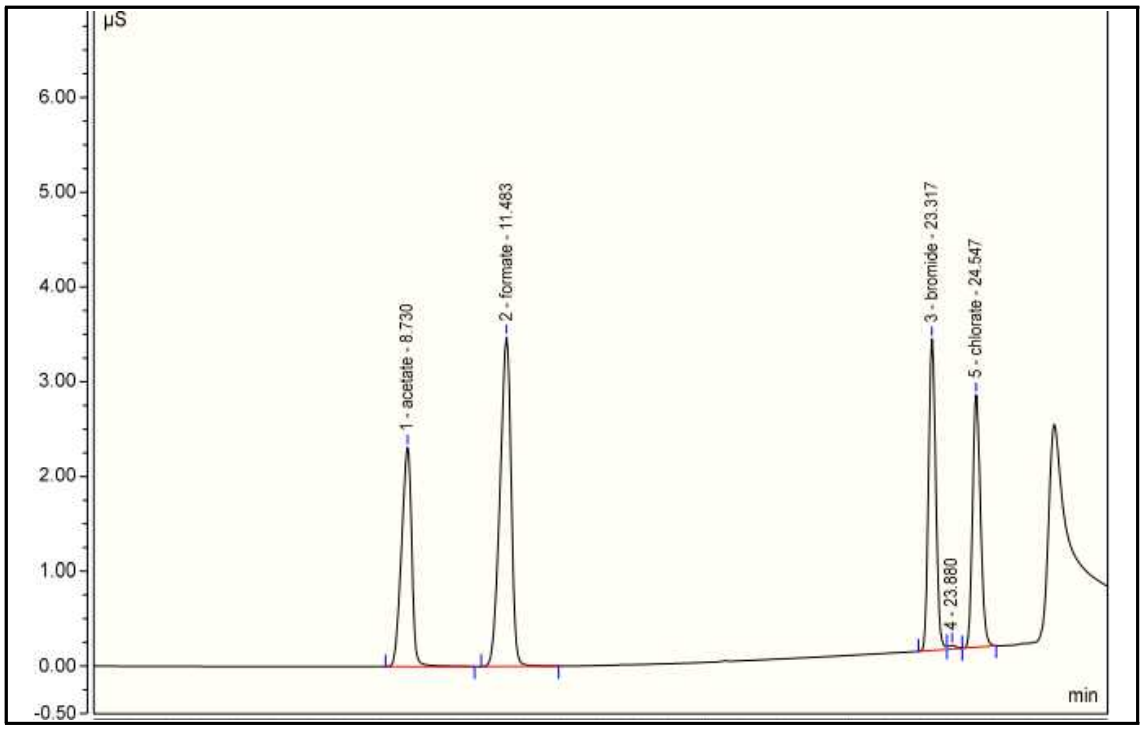



그림 1. 니켈 디포메이트 크로마토그램(예시)

표 3. 니켈 디포메이트의 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9991 | 0.9994 |
| 정확도(%) | 101.7 | 96.1 |
| 정밀도(% RSD) | 4.4 | 3.5 |

[2019-1-880](유독물질)

# 2-Benzyl-2-dimethylamino-1-(4-morpholino-phenyl)-1-butanone (2-벤질-2-디메틸아미노-1-(4-모폴리노-페닐)-1-부타논)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : 2-Benzyl-2-dimethylamino-1-(4-morpholino-phenyl)-1-butanone (CAS No : 119313-12-1)
- 수용해도 : 0.0059 g/L(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.3%
- 분석방법 : HPLC-UVD
- 방법검출한계 및 정량한계 : 6.1 mg/kg / 19.5 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 2-벤질-2-디메틸아미노-1-(4-모폴리노-페닐)-1-부타논의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래프-자외선검출기로 시료 중 2-벤질-2-디메틸아미노-1-(4-모폴리노-페닐)-1-부타논을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 2-벤질-2-디메틸아미노-1-(4-모폴리노-페닐)-1-부타논에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 액체크로마토그래프

액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 자외선검출기로 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 10 $\mu$L～100 $\mu$L의 범위 내의 것을 사용한다.

## 4. 시약 및 표준용액

아세토니트릴(acetonitrile, $CH_3CN$, 분자량 : 41.05)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

2-벤질-2-디메틸아미노-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.

25 mL 부피플라스크에 아세토니트릴 20 mL를 넣고 2-벤질-2-디메틸아미노-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.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1. 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측

정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 200 mL 부피플라스크에 넣고 아세토니트릴을 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 메탄올로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

2-벤질-2-디메틸아미노-1-(4-모폴리노-페닐)-1-부타논 표준용액(100 mg/L)을 3개 농도 이상으로 아세토니트릴을 이용하여 단계적으로 희석하여 5 ~ 100 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 2-벤질-2-디메틸아미노-1-(4-모폴리노-페닐)-1-부타논의 농도를 가로축(x 축)에, 2-벤질-2-디메틸아미노-1-(4-모폴리노-페닐)-1-부타논의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주입한다. 액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 2-벤질-2-디메틸아미노-1-(4-모폴리노-페닐)-1-부타논의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 2-벤질-2-디메틸아미노-1-(4-모폴리노-페닐)-1-부타논 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 2-벤질-2-디메틸아미노-1-(4-모폴리노-페닐)-1-부타논 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

# 9. 참고문헌

**9.1.** Lord A.W., Berry C., Hutchings J., Obhrai S., Callan N., Sullivan D., “Screening tests for visible and non-visible set off, Fianl report”, Project number A030692009, 2012.

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 19.5mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 2-벤질-2-디메틸아미노-1-(4-모폴리노-페닐)-1-부타논의 액체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 |
|---|---|
| 컬럼 | $C_{18}$ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) |
| 이동상 | A : Water<br>B : Acetonitrile |
| 유속 | 1 mL/min |
| 주입량 | 10 μL |
| 컬럼 온도 | 25 ℃ |
| 파장 | 320 nm |

| 시간 | A(%) | B(%) |
|---|---|---|
| 0~3 | 95 | 5 |
| 5 | 5 | 95 |
| 12 | 5 | 95 |
| 15 | 95 | 5 |
| 20 | 95 | 5 |

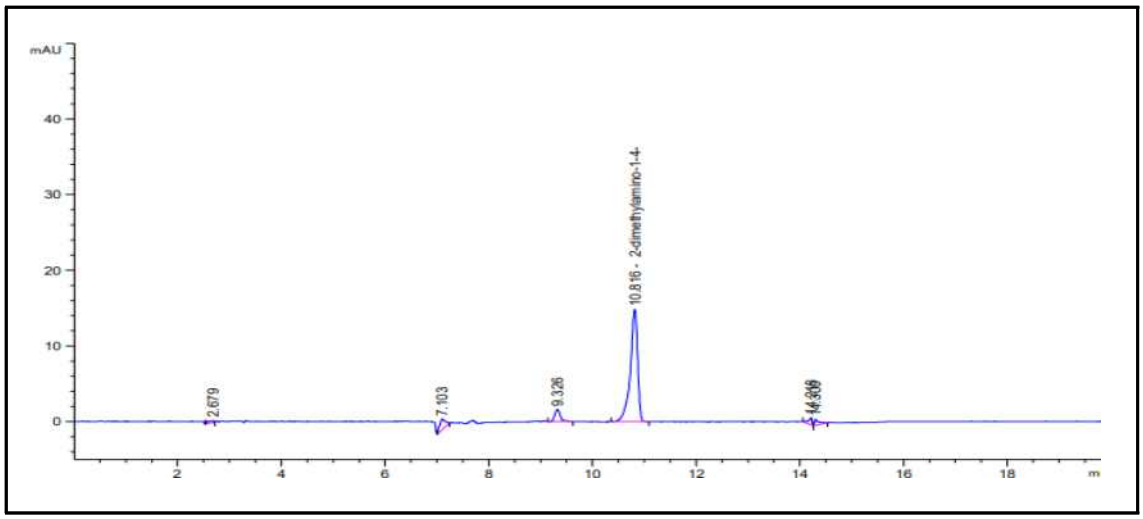



그림 1. 2-벤질-2-디메틸아미노-1-(4-모폴리노-페닐)-1-부타논 크로마토그램(예시)

표 3. 2-벤질-2-디메틸아미노-1-(4-모폴리노-페닐)-1-부타논의 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9997 | 0.9999 |
| 방법검출한계(mg/kg) | 6.1 | 4.3 |
| 정밀도(% RSD) | 3.2 | 1.3 |

[2019-1-931](유독물질), 30(중점관리물질)

# Methylene chloride(염화 메틸렌)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Methylene chloride(CAS No : 75-09-2)
- 수용해도 : 17.5 g/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 226.2 mg/kg / 720.5 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 염화 메틸렌의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 염화 메틸렌을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 염화 메틸렌에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2. 검출기 (FID)

불꽃이온화검출기는 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.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

염화 메틸렌 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 메탄올 20 mL를 넣고 염화 메틸렌(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1. 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2. 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 ㎛ 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

염화 메틸렌 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 5 ~ 200 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 ㎕를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 염화 메틸렌의 농도를 가로축(x 축)에, 염화 메틸렌의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 염화 메틸렌의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 염화 메틸렌 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 염화 메틸렌 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌


9.1. ES 06601.1, 폐기물 공정시험기준, 국립환경과학원고시, 제2021-95호, (2021)

9.2. 어린이 용품 함유 유기용제류 전이량 시험방법(흡입 노출), (2011)


## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 720.5mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 염화 메틸렌의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-624<br>(60 m × 0.32 mm × 1.8 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | |
| 주입구 온도 | 250 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 300 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 2.0 | 10.0 | 250 | 5 |

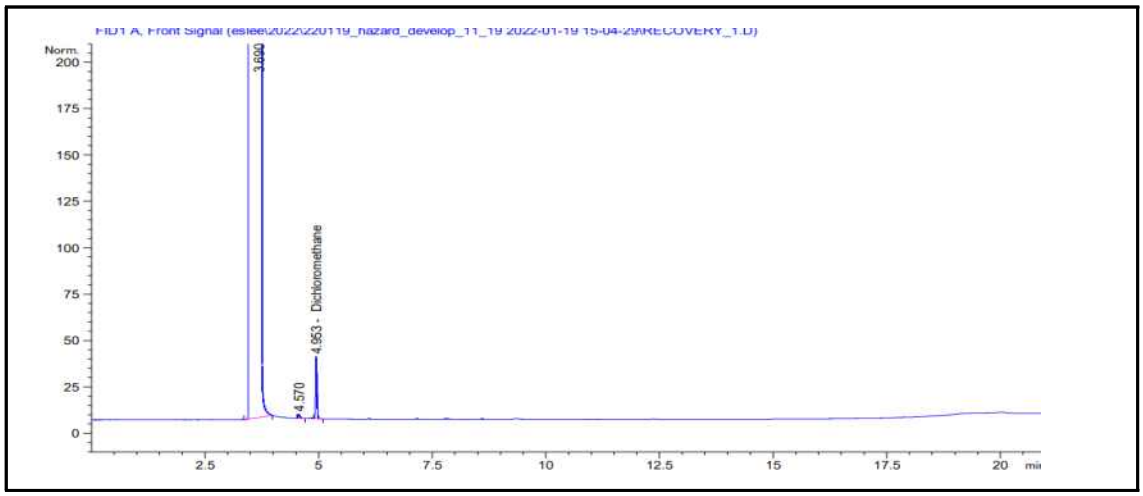



**그림 1. 염화 메틸렌 크로마토그램(예시)**

**표 4. 염화 메틸렌의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9994 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 102.9 | 98.2 |
| 정밀도(% RSD) | 2.1 | 0.9 |

[2019-1-932](유독물질), 38(중점관리물질), 78(사고대비물질)

# Isoprene(이소프렌)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Isoprene(CAS No : 78-79-5)
- 수용해도 : 0.642 g/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 사고대비물질 혼합물 함량 한계 : 25%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 9.5 mg/kg / 30.4 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 이소프렌의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 이소프렌을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 이소프렌에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2. 검출기 (FID)

불꽃이온화검출기는 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.

# 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

이소프렌 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 메탄올 20 mL를 넣고 이소프렌(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1. 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

이소프렌 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 1 ~ 50 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 이소프렌의 농도를 가로축(x 축)에, 이소프렌의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 이소프렌의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 이소프렌 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 이소프렌 농도(mg/L

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

$V$ : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌


**9.1.** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

**9.2.** Aromatic and halogenated volatiles, EPA Method 8021B

**9.3.** Olivier, E.I, Toit, D.D, Hamman, I.H, “Development of an analytical method for the evaluation of N,N-dimethylformamide in dosage form design”, *Pharmazie*, 62(10), 2007, 735-738.

**9.4.** E유해화학물질공정시험기준, 국립환경과학원고시, 제2019-30호

**9.5.** ES 06601.1, 폐기물 공정시험기준, 국립환경과학원고시, 제2021-95호, (2021)


## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 30.4mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 이소프렌의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-624<br>(60 m × 0.32mm × 1.8 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | |
| 주입구 온도 | 250 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 270 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 2.0 | 15.0 | 250 | 5.0 |

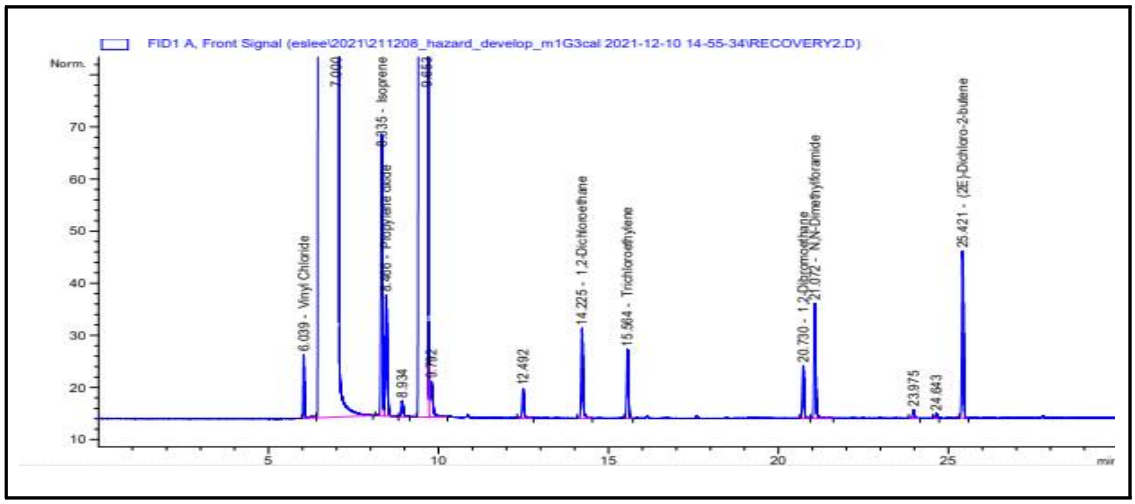



**그림 1. 이소프렌 크로마토그램(예시)**

**표 4. 이소프렌의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9983 | 0.9996 |
| 정확도(%) | 96.6 | 96.3 |
| 정밀도(% RSD) | 3.5 | 1.4 |

[2019-1-933](유독물질), 44(중점관리물질)

# 4,4'-(1-Methylethylidene)bis[2,6-dibromophenol];
# Tetrabromobisphenol A
# (4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-디브로모페놀]

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : 4,4'-(1-Methylethylidene)bis[2,6-dibromophenol](CAS No : 79-94-7)
- 수용해도 : 0.72 mg/L(15℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : LC-MS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 2.92 mg/kg / 9.3 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-디브로모페놀]의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 이온크로마토그래피/질량분석법으로 시료 중 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-디브로모페놀]을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-디브로모페놀]에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1. 액체크로마토그래프

액체 크로마토그래프는 일반적으로 500 psi ~ 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.

분석용 컬럼은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 컬럼($C_{18}$)을 사용하고, 길이 50 mm, 내경 2.1 mm, 충전제 크기 2.6 $\mu$m, 분석용 컬럼과 보호 컬럼이 사용된다. 보호 컬럼은 길이가 5 cm ~ 10 cm 정도로 분석용 컬럼의 수명을 연장시키고, 분석용 컬럼과 같은 종류의 충전제를 사용하며 분석용 컬럼앞에 설치한다.

### 3.2 질량분석기(MS)

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.

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 ℃, 블록 히터 온도는 200 ℃로 한다. 분석장비 및 분석조건에 따라 설정을 달리할 수 있다.

질량분석기는 사중극자형(quadrupole) 동등 이상의 성능을 가진 것을 사용한다.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(Methanol, $CH_3OH$, 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

포름산암모늄(Ammonium formate, $NHHCO_2$ , 63.06), 포름산(Formic acid, HCOOH, 46.03)은 고순도를 사용하여야 하며, 사용하기 전에 방해물질이 없음을 검사하여야 한다.

4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-디브로모페놀]표준원액 (1,000 mg/L)

표준원액은 25 mL 부피플라스크에 메탄올 20 mL를 넣고 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-디브로모페놀(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-디브로모페놀]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.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4. 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1. 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2. 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

### 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 1,0 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 적당량 가

하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 메탄올 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-디브로모페놀]표준용액(100 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (0.02 ~ 1) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-디브로모페놀의 농도를 가로축(x 축)에, 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-디브로모페놀의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 시료 중 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-디브로모페놀의 농도를 계산한다.

$$\text{시료 중 분석물질의 농도(\%)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times 10^{-4} \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-디브로모페놀]농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-디브로모페놀]농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

$V$ : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** Tollbäck, J, Crescenzi, C, Dyremark, E, "Determination of the flame retardant tetrabromobisphenol A in air samples by LC-mass spectrometry", *Journal of Chromatography A*, Volume 1104, Issues 1-2, 2006, 106-112

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 9.3 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-디브로모페놀]의 액체크로마토그래프/질량분석기 기기분석 조건(예시)**

| 파라미터 | 분석조건 | | |
|---|---|---|---|
| 컬럼 | Infinitylab Poroshell 120 EC-C18 (2.1 mm x 50 mm, 2.6 μm) | | |
| 이동상 | A : 10 mM Ammonium acetate in water<br>B : Methanol | | |
| 용매조건 | Time | A(%) | B(%) |
| | 0 | 95 | 5 |
| | 2.5 | 95 | 5 |
| | 7 | 10 | 90 |
| | 11 | 10 | 90 |
| | 13 | 95 | 5 |
| | 17 | 95 | 5 |
| 용매 유속 | 0.3 mL/min | | |
| 주입량 | 1 μL | | |
| 컬럼 온도 | 40 ℃ | | |
| 이온화 분석모드 | Negative | | |

**표 3. 액체크로마토그래프/질량분석기에 의한 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-디브로모페놀]의 측정질량(예시)**

| 분석물질 | Precursor Ion (m/z) |
|---|---|
| 4,4'-(1-Methylethylidene)bis[2,6-dibromophenol] | 542.6 |

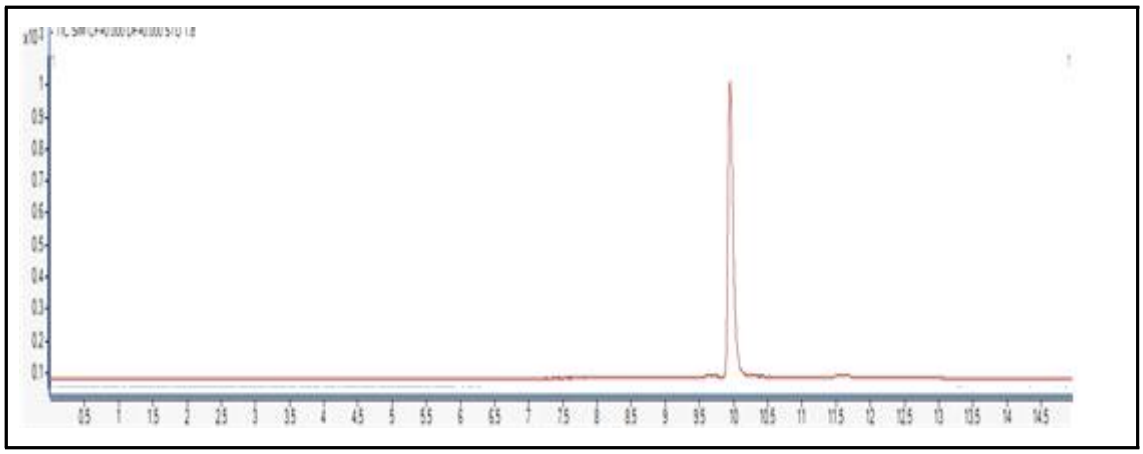


그림 1. 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-디브로모페놀]크로마토그램(예시)

표 4. 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스[2,6-디브로모페놀]의 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9978 | 0.9988 |
| 정확도(%) | 98.2 | 102.63 |
| 정밀도(% RSD) | 3.6 | 2.52 |

[2019-1-934](유독물질), 45(중점관리물질)

# 4,4'-(1-Methylethylidene)bisphenol; Bisphenol A
# (4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스페놀)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : 4,4'-(1-Methylethylidene)bisphenol; Bisphenol A(CAS No : 80-05-7)
- 수용해도 : 0.3 g/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.3%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : HPLC-UVD
- 방법검출한계 및 정량한계 : 5.02 mg/kg / 16.0 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스페놀의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 고성능액체크로마토그래피법으로 시료 중 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스페놀을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스페놀에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1. 고성능액체크로마토그래프

고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이이검출기, DAD) 또는 형광 검출기로 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 ㎕의 범위 내의 것을 사용한다.

고성능액체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스페놀 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 메탄올 20 mL를 넣고 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스페놀(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스페놀 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.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4. 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1. 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2. 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스페놀 표준용액(100 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (0.1 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스페놀의 농도를 가로축(x 축)에, 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스페놀의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주

입한다. 액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 시료 중 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스페놀의 농도를 계산한다.

$$\text{시료 중 분석물질의 농도(\%)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times 10^{-4} \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스페놀 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스페놀 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

9.1 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 규정(화학물질안전원 고시 제 2024-30호)

9.2 HPLC Analysis of Bisphenol A, Dimethylbisphenol A and Nonylphenol on Ascentis Express RP-Amide(UV Detection), Merck application report

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 16.0 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스페놀의 고성능액체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 |
|---|---|
| 컬럼 | $C_{18}$ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) |
| 이동상 | 정제수 : 아세토니트릴 (40 : 60) |
| 유속 | 1 mL/min |
| 주입량 | 20 μL |
| 컬럼 온도 | 25 ℃ |
| 파장 | 270 nm |

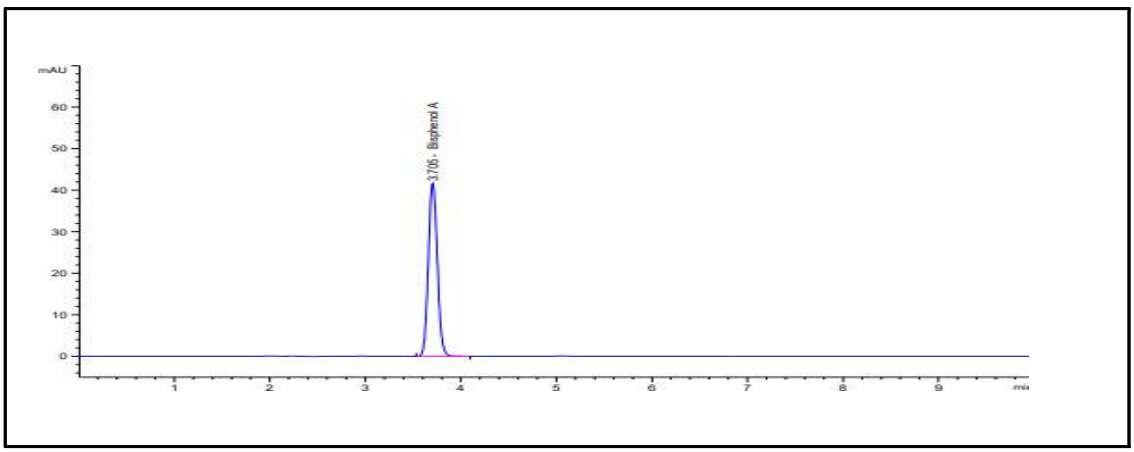



**그림 1. 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스페놀 크로마토그램(예시)**

**표 4. 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스페놀 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9999 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 95.4 | 99.2 |
| 정밀도(% RSD) | 3.2 | 1.2 |

[2019-1-935](유독물질), 83(중점관리물질)

# 4,4'-Oxybisbenzenamine; 4,4'-Oxydianiline(4,4 '-옥시비스벤젠아민)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : 4,4'-Oxybisbenzenamine; 4,4'-Oxydianiline(CAS No : 101-80-4)
- 수용해도 : Insoluble
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-MS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 27.5 mg/kg / 87.5 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 아조염료에 해당하는 4,4'-메틸렌디아닐린, 4,4'-메틸렌비스(2-클로로아닐린), 4,4 '-옥시비스벤젠아민, 4-아미노비페닐, 벤지딘, 2-나프틸아민, p-아미노아조벤젠의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피/질량분석기로 시료 중 아조염료를 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 4,4 '-옥시비스벤젠아민에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2. 질량분석기 (MS)

이온화방식은 전자충격법 (EI, electron impact)을 사용하며 이온화에너지는 35 eV ~ 70 eV을 사용한다. 질량분석기는 자기장형 (magnetic sector), 사중극자형 (quardrupole) 및 이온트랩형 (ion trap) 등의 성능을 가진 것을 사용한다. 정량분석에는 선택이온검출법 (SIM, Selected Ion Monitoring)을 이용하는 것이 바람직하다. 선택하는 이온들은 표 2의 이온을 사용할 수 있다.

## 4. 시약 및 표준용액

이 시험방법에 사용되는 시약들은 특별히 순도와 등급이 명시된 경우를 제외하고는 HPLC 또는 잔류농약급을 사용하여야 하며, 다른 시약의 경우는 특급 (GR 또는 ACS 등급) 이상을 사용한다.

**4.1.1** 메탄올 (methanol, $CH_3OH$)

**4.1.2** 클로로벤젠 (Chlorobenzene, $C_6H_5Cl$)

**4.1.3** 아세토니트릴 (Acetonitrile, $CH_3CN$)

**4.1.4** 메틸 t-부틸 에테르 (MTBE, methyl t-butyl ether, $C_5H_{12}O$)

**4.1.5** n-펜탄 (n-Pentane, $C_5H_{12}$)

**4.1.6** 차아황산나트륨(Sodium dithionite, $Na_2S_2O_4$) 용액 :

약 60 g의 차아황산나트륨($Na_2S_2O_4$)을 400 mL 정제수로 용해시킨다. 용해되지 않은 것은 초음파를 사용하여 완전히 용해시키며 이 용액은 시험 당일 제조한다.

**4.1.7** 0.06 M 구연산 완충 용액(pH 6) :

구연산($C_6H_8O_7$) 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.

**4.1.8** 4,4 '-옥시비스벤젠아민 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 메탄올 20 mL를 넣고 4,4 '-옥시비스벤젠아민(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃ 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1. 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2. 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

### 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록

동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 0.1 g을 무게를 측정하여 70 ℃로 예열된 구연산 완충 용액 15 mL를 가한다. 반응용기를 밀폐하고 70 ℃에서 30분 동안 처리한다. 그 후 바로 실온으로 냉각시킨다. 3 mL의 차아황산나트륨 수용액을 아조 그룹의 환원 분해를 위해 반응 용기에 첨가한다. 그런 뒤

강하게 흔들어 섞고, 즉시 70 ℃에서 30분 동안 처리한다. 그리고 2분 이내에 실온인 (20 ~ 25) ℃로 냉각시킨다. 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 ㎛ 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다. 필요시 희석하여 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

4,4 '-옥시비스벤젠아민 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 0.1 ~ 5 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 ㎕를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 4,4 '-옥시비스벤젠아민의 농도를 가로축(x 축)에, 4,4 '-옥시비스벤젠아민의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 4,4 '-옥시비스벤젠아민의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 4,4 '-옥시비스벤젠아민 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 4,4 '-옥시비스벤젠아민 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

9.1. 어린이 용품 함유 아조염료 함량시험방법, 2012

9.2. 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 규정(화학물질안전원 고시 제 2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 87.5 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 4,4'-옥시비스벤젠아민의 질량스펙트럼 특성 이온(예시)**

| 화합물명 | 제1선택이온 (m/z) | 제2선택이온 (m/z) |
|---|---|---|
| 4,4'-옥시비스벤젠아민 | 200 | 201, 171 |

**표 3. 4,4'-옥시비스벤젠아민의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-35 (30 m × 0.25mm × 0.25 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | |
| 주입구 온도 | 260 ℃ | | | | |
| 이송관 온도 | 300 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 310 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 100.0 | 2.0 | 15.0 | 310 | 6.0 |
| 이온화방법 | EI (Electron Impact), 70 eV | | | | |

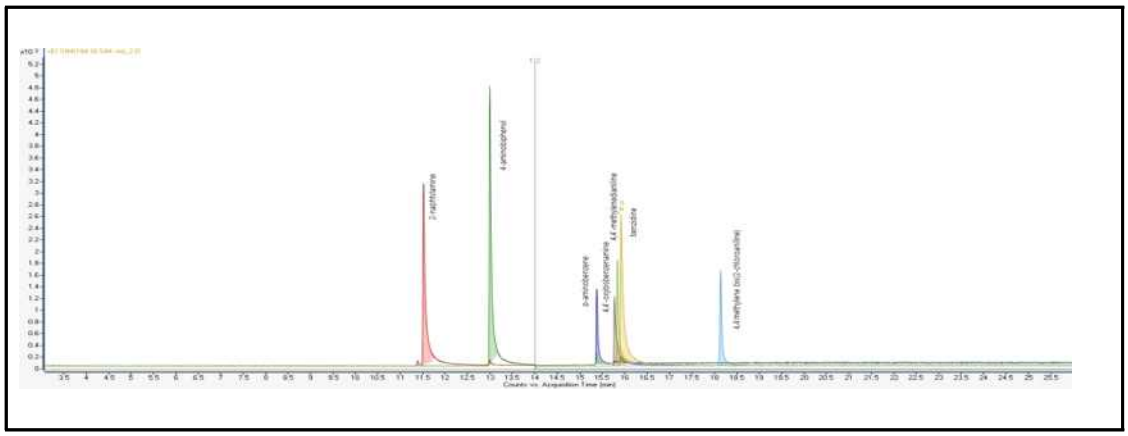


그림 1. 4,4 '-옥시비스벤젠아민 크로마토그램(예시)

표 4. 4,4 '-옥시비스벤젠아민의 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9962 | 0.9987 |
| 정확도(%) | 70.2 | 103.1 |
| 정밀도(% RSD) | 4.2 | 3.0 |

[2019-1-937](유독물질)

# N-Methylformamide(N-메틸포름아미드)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : N-Methylformamide (CAS No: 123-39-7)
- 수용해도 : 1000g/L(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.3%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 9.5 mg/kg / 30.2 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 N-메틸포름아미드의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 N-메틸포름아미드을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 N-메틸포름아미드에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2. 검출기 (FID)

불꽃이온화검출기는 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.

## 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물

피크가 없는 것을 사용한다.

N-메틸포름아미드 (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 메탄올 20 mL를 넣고 N-메틸포름아미드(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃ 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1. 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한

시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2. 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

상대표준편차(%)= $\frac{s}{\bar{x}} \times 100$ ($s$=표준편차, $\bar{x}$ =평균)

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 ㎛ 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

N-메틸포름아미드 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 1 ~ 20 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 ㎕를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. N-메틸포름아미드의 농도를 가로축(x 축)에, N-메틸포름아미드의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 N-메틸포름아

미드의 농도를 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)

## 9. 참고문헌

**9.1.** Xu, Z, Huan, Z, Luo, Jinhui, Xie, D. "Simultaneous Determination of Eight Pesticide Residues in Cowpeas by GC-ECD", *Journal of Chromatographic Science*, Volume 55, Issue 1, 1 January 2017, 1-6

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 30.2mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. N-메틸포름아미드의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-624 (60 m × 0.32 mm × 1.8 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | |
| 주입구 온도 | 250 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 300 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 2.0 | 10.0 | 250.0 | 5.0 |

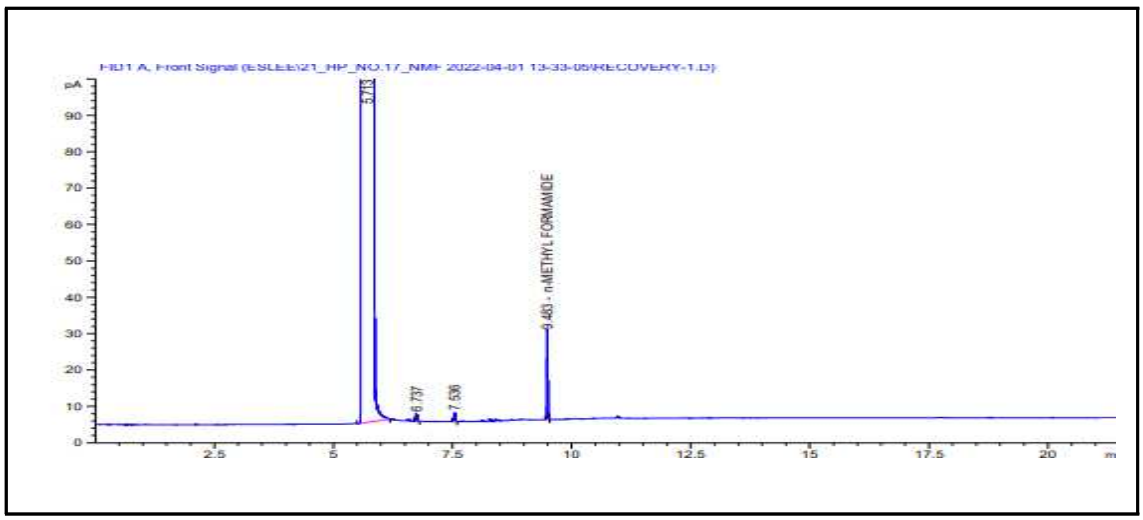



그림 1. N-메틸포름아미드 크로마토그램(예시)

**표 3. N-메틸포름아미드의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9996 | 0.9994 |
| 정확도(%) | 95.3 | 97.8 |
| 정밀도(% RSD) | 0.3 | 1.5 |

[2019-1-938](유독물질), 111(중점관리물질)

# N,N-Dimethylacetamide(N,N-디메틸아세트아미드)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : N,N-Dimethylacetamide(CAS No : 127-19-5)
- 수용해도 : 1000g/L(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.3%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-FID
- 방법검출한계 및 정량한계 : 13.1 mg/kg / 41.8 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 N,N-디메틸아세트아미드의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래피법으로 시료 중 N,N-디메틸아세트아미드를 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 N,N-디메틸아세트아미드에 적용할 수 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프

컬럼은 안지름 0.20 ~ 0.35 mm, 필름두께 0.1 ~ 0.5 $\mu$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. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.5 ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ~ 250 ℃, 컬럼온도는 30 ~ 250 ℃로 사용한다. 기체크로마토그래프 분석은 표 2와 같이 수행할 수 있다.

### 3.2. 검출기 (FID)

불꽃이온화검출기는 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.

# 4. 시약 및 표준용액

메탄올(methanol, $CH_3OH$, 분자량 : 32.04)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

N,N-디메틸아세트아미드 (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 메탄올 20 mL를 넣고 N,N-디메틸아세트아미드(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃ 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

## 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

# 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1. 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2. 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 약 1 g을 무게를 측정하여 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. 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

### 7.2 검정곡선의 작성

N,N-디메틸아세트아미드 표준원액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 1 ~ 20 mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 1 $\mu$L를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. N,N-디메틸아세트아미드의 농도를 가로축(x 축)에, N,N-디메틸아세트아미드의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 N,N-디메틸아세트아미드의 농도를 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)

## 9. 참고문헌

**가.** Bao, Q., Fu K., Ren Q., Zhong Y., Qian D., “Accuracy profiles for analyzing residual solvents in texiles by GC-MS” *Journal of chromatographic science*, 2017, 1-9.

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 41.8mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. N,N-디메틸아세트아미드의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-624 (60 m × 0.32 mm × 1.8 μm) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | 1/5 | | | | |
| 주입구 온도 | 250 ℃ | | | | |
| 검출기 온도 | 300 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40.0 | 2.0 | 10.0 | 250.0 | 5.0 |

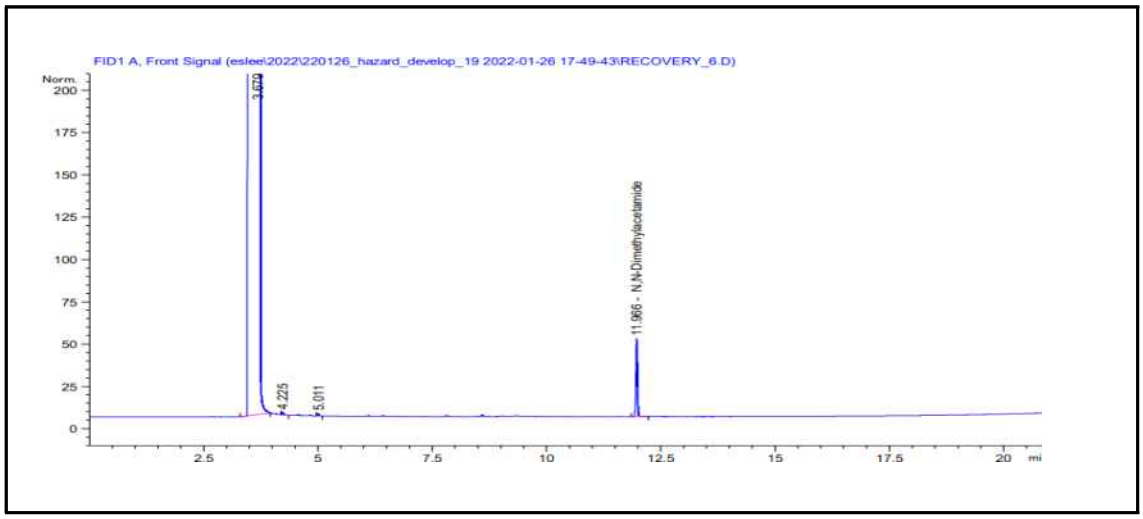



그림 1. N,N-디메틸아세트아미드 크로마토그램(예시)

**표 4. N,N-디메틸아세트아미드의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9999 | 0.9997 |
| 정확도(%) | 103.7 | 98.7 |
| 정밀도(% RSD) | 2.2 | 2.0 |

[2019-1-939](유독물질), 166(중점관리물질)

# Dibutyltin dichloride(이염화 이부틸주석)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Dibutyltin dichloride(CAS No : 683-18-1)
- 수용해도 : 0.32 g/L(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.3%
- 중점관리물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-MS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 136.6 mg/kg / 435 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유해화학물질 중에 함유되어 있는 이염화 이부틸주석 (Dibutyltin dichloride, CAS No: 683-18-1)의 정량 분석에 적용한다. 이 시험방법은 유해화학물질 중에 함유되어 있는 이염화 이부틸주석($C_8H_{18}Cl_2Sn$)의 분석방법으로 소듐테트라에틸보레이트($NaB(C_2H_5)_4$)으로 유도체화(알킬화)한 후 헥산으로 추출하여 기체크로마토그래프/질량분석기로 정량한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프

컬럼은 안지름 250 mm, 필름두께 0.25 $\mu$m, 길이 15 m ~ 60 m의 DB-5MS의 모세관이나 동등한 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.2 mL/min ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 250 ℃ ~ 300 ℃, 컬럼온도는 40 ℃ ~ 310 ℃로 승온 조작하여 사용한다.

### 3.2. 질량분석기 (MS)

이온화방식은 전자충격법 (EI, electron impact)을 사용하며 이온화에너지는 35 eV ~ 70 eV을 사용한다. 질량분석기는 자기장형 (magnetic sector), 사중극자형 (quardrupole) 및 이온트랩형 (ion trap) 등의 성능을 가진 것을 사용한다. 정량분석에는 선택이온검출법 (SIM, Selected Ion Monitoring)을 이용하는 것이 바람직하다. 선택하는 이온들은 표 2의 이온을 사용할 수 있다.

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1. 노말헥산(n-Hexane, $C_6H_{14}$, 86.18)

HPLC급 이상의 용매를 이용하여야 하며 바탕시험 할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

## 4.2. 에탄올(Ethanol, $C_2H_5OH$,46.07)

HPLC급 이상의 용매를 이용하여야 하며 바탕시험 할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

## 4.3. 메탄올(Methanol, $CH_3OH$, 32.04)

HPLC급 이상의 용매를 이용하여야 하며 바탕시험 할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

## 4.4. 무수아세트산나트륨/아세트산 완충 용액

무수아세트산나트륨(Anhydrous sodium acetate, $C_2H_3O_2Na$, 82.03) 82 g을 500 mL 증류수에 녹인 후 아세트산(glacial acetic acid, $CH_3COOH$, 60.05)으로 pH를 4.5로 조정한후 1 L로 맞춘다.

## 4.5. 4 % 소듐테트라에틸보레이트(Sodium tetraethyl borate, $NaB(C_2H_5)_4$, 150.05)

소듐테트라에틸보레이트 1.0 g을 취하여 25 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올을 녹여 표시선 까지 채운다.

[비고] 이 용액은 불안정하므로 만든 즉시 사용한다.

## 4.6. 무수 황산나트륨(Anhydrous Sodium sulfate, $Na_2SO_4$ , 142.04)

고순도를 사용하여야 하며, 사용하기 전에 방해물질이 없음을 검사하여야 한다.

## 4.7. 이염화 이부틸주석 표준원액 (1,000 mg/L)

표준원액은 이염화 이부틸주석 100 mg 을 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.

### 4.8. 내부표준원액(1,000 mg/L)

내부표준원액은 트리프로필틴클로라이드 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.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1. 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2. 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 8. 항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \ \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 0.1 g을 0.0001 g까지 정확히 무게를 재어 유리바이알에 취한 후 메탄올 20 mL를 넣고 마개를 닫은 후 초음파 추출기로 70 ℃에서 1시간 동안 추출 후 실온으로 냉각한다. 추출이 끝나면 실온에서 냉각시키고 추출액을 60 mL 바이알에 옮긴다. 1) 내부표준원액(1,000 mg/L) 1 mL와 아세트산나트륨/아세트산 완충용액 10 mL를 가하고, 4 % 테트라에틸보레이트 용액 0.2 mL를 넣는다. 2) 유도체화가 잘 이루어지도록 30초 동안 교반한다. 3) 헥산 15 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 달리 할 수 있다

### 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 메탄올 20 mL를 취하여 60 mL 유리바이알에 넣은 후 이염화이부틸주석 표준원액(1,000 mg/L)을 0.075 mL ~ 1.5 mL 까지 단계적으로 취하여 제조하며 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 검정곡선 작성용 표준용액을 1) ~ 3)의 전처리 과정을 따른다. 표준용액의 농도 (C*x*)를 가로축 (x 축)에, 각 표준용액에 해당하는 피크 면적 (*Ax*)과 내부표준물질의 피크면적 (*Ai*)과의 비 (*Ax*/*Ai*)를 세로축 (*y* 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 이염화 이부틸주석의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 이염화 이부틸주석 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 이염화 이부틸주석 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

9.1. KS M 0737 : 2019, “섬유제품의 유기주석화합물 함유량 시험방법”

9.2. 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(국립환경과학원 고시 제2022-26호)

9.3. 환경유해인자공정시험기준(국립환경과학원 고시 제2022-6호) ES 12318.1 어린이 용품 함유 유기주석화합물 - 기체크로마토그래피, 질량분석법(함량)

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 435 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 이염화 이부틸주석의 질량스펙트럼 특성 이온(예시)**

| 분석물질명 | 제1선택이온 (m/z) | 제2선택이온 (m/z) |
|---|---|---|
| 디부틸디에틸틴 | 263/261 | 179/177, 235/233 |
| 트리프로필에틸틴 (내부표준물질) | 249/247 | 235/233, 193,191 |

**표 3. 이염화 이부틸주석의 기체크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 컬럼 | DB-5MS(cross-linked 5 % phenylmethylsilicon, 30 m 길이 × 0.25 mm 안지름 × 0.25 μm 필름두께) | | | | |
| 운반기체(유속) | 헬륨(3.0 mL/min) | | | | |
| 분할비 | Splitless | | | | |
| 주입구 온도 | 220 ℃ | | | | |
| 이송관 온도 | 260 ℃ | | | | |
| 이온소스 온도 | 230 ℃ | | | | |
| 오븐 온도 | 초기온도 (℃) | 초기시간 (min.) | 승온속도 (℃/min.) | 최종온도 (℃) | 최종시간 (min.) |
| | 40 | 5 | 15.0 | 300 | 2 |
| 이온화방법 | EI (Electron Impact), 70 eV | | | | |

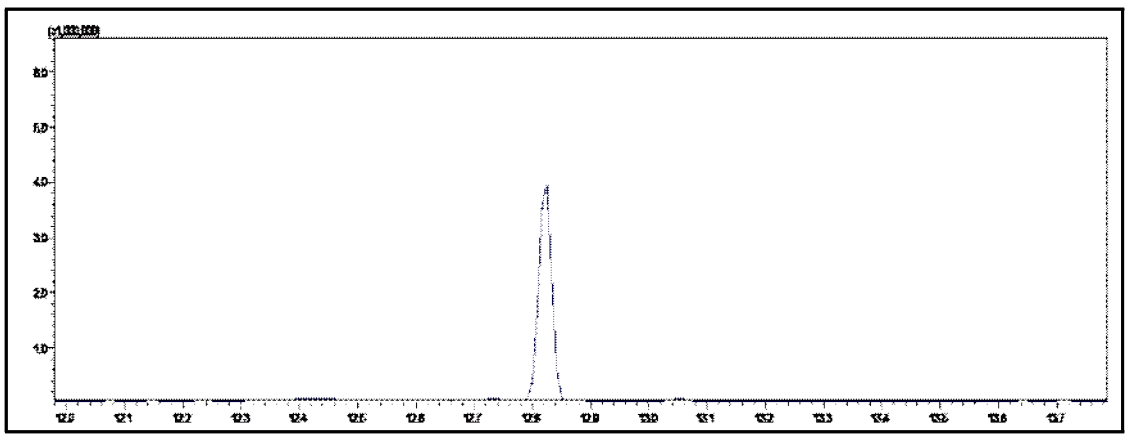


**그림 1. 디부틸디에틸틴 크로마토그램(예시)**

**표 4. 이염화 이부틸주석의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9992 | 0.9995 |
| 정확도(%) | 95.6 | 99.2 |
| 정밀도(% RSD) | 8.0 | 0.2 |

[2019-1-943](유독물질)

# Nickel dihydroxide;Nickel hydroxide(수산화 니켈)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Nickel dihydroxide(CAS No : 12054-48-7)
- 수용해도 : 0.13 g/L(20℃C)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 6.44 mg/kg / 20.5 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 니켈(2019-1-943)을 함유한 수산화 니켈의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

[비 고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마-분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

검출 및 측정 방법에 따라 다색화분광기 또는 단색화 장치 모두 사용가능해야 하며 스펙트럼의 띠 통과 (band pass)는 0.05 nm 미만이어야 한다.

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

순도 99.99% 이상 고순도 가스상 또는 액체 아르곤을 사용해야 한다.

#### 3.1.2.3 유량조절기

속도 조절이 가능한 연동펌프 및 아르곤 및 플라즈마 기체의 유속 조절기를 사용해야 한다.

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

라디오고주파 (RF, radio frequency) 발생기는 출력범위 750 W ~ 1,200 W 이상의 것을 사용하며, 이때 사용하는 주파수는 27.12 MHz 또는 40.68 MHz를 사용한다.

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질 생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용한다.

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

6.1.1 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를

준비하고 7항의 분석절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 분석절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

**7.1.1.1** PFA 또는 TFM 재질의 마이크로파 분해용기에 잘 혼합된 시료를 약 0.2 g(시료의 재형에 따라 0.1 g ~ 0.3 g정도를 선택적으로 채취)을 1 mg 단위까지 정확히 달아 넣는다.

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

[비고] 염산과 과산화수소의 혼산을 선택적으로 첨가가능하며, 분해되지 않거나 시료에 실리카 또는 타이타늄이 함유되어 있을 경우 플루오르화수소산(HF)을 추가적으로 0.5 mL를 넣는다.

**7.1.1.3** 시료와 산류의 반응이 완료되면 밀폐형 분해용기의 뚜껑을 닫고 분해 장치를 조립한 후 마이크로파 분해 장치에 장착한다.

**7.1.1.4** 마이크로파 분해 장치를 사용하여 미리 제시된 온도프로그램에 따라 마이크로파 오븐을 조작하고 시료를 최대한 맑은 용액이 되도록 분해한다.

**7.1.1.5** 분해가 끝난 후 충분히 냉각시킨 후 용기 내에 남아 있는 산 가스를 제거한다.

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.02 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 유도결합플라즈마 분광분석법(ICP-OES)

플라즈마를 켜고 30분 ~ 60분간 불꽃을 안정화 시킨 후, 장비제조사에서 제공하는 매뉴얼에 따라 해당 표준물질을 사용하여 분석조건을 최적화한다.

표 1. 유도결합플라즈마 분광분석법에 의한 금속원소별 선택파장

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Ni | 231.604 | 221.648 |

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 각 금속의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 금속의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \quad \text{(식 1)}$$

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(1.58)

## 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

9.1 US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 20.5 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 수산화니켈의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9999 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 94.3 | 98.8 |
| 정밀도(% RSD) | 1.8 | 1.2 |

[2019-1-944](유독물질)

# Nickel bis(sulfamidate);Nickel sulfamate(술팜산 니켈)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Nickel bis(sulfamidate); Nickel sulfamate (CAS No : 13770-89-3)
- 수용해도 : -
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 22.36 mg/kg / 71.2 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 니켈(2019-1-944)을 함유한 술팜산 니켈의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

[비 고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마 분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

검출 및 측정 방법에 따라 다색화분광기 또는 단색화 장치 모두 사용가능해야 하며 스펙트럼의 띠 통과 (band pass)는 0.05 nm 미만이어야 한다.

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

순도 99.99% 이상 고순도 가스상 또는 액체 아르곤을 사용해야 한다.

#### 3.1.2.3 유량조절기

속도 조절이 가능한 연동펌프 및 아르곤 및 플라즈마 기체의 유속 조절기를 사용해야 한다.

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

라디오고주파 (RF, radio frequency) 발생기는 출력범위 750 W ~ 1,200 W 이상의 것을 사용하며, 이때 사용하는 주파수는 27.12 MHz 또는 40.68 MHz를 사용한다.

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질 생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용한다.

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

6.1.1 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 분석절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 분석절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

**7.1.1.1** PFA 또는 TFM 재질의 마이크로파 분해용기에 잘 혼합된 시료를 약 0.2 g(시료의 재형에 따라 0.1 g ~ 0.3 g정도를 선택적으로 채취)을 1 mg 단위까지 정확히 달아 넣는다.

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

[비고] 염산과 과산화수소의 혼산을 선택적으로 첨가가능하며, 분해되지 않거나 시료에 실리카 또는 타이타늄이 함유되어 있을 경우 플루오르화수소산(HF)을 추가적으로 0.5 mL를 넣는다.

**7.1.1.3** 시료와 산류의 반응이 완료되면 밀폐형 분해용기의 뚜껑을 닫고 분해 장치를 조립한 후 마이크로파 분해 장치에 장착한다.

**7.1.1.4** 마이크로파 분해 장치를 사용하여 미리 제시된 온도프로그램에 따라 마이크로파 오븐을 조작하고 시료를 최대한 맑은 용액이 되도록 분해한다.

**7.1.1.5** 분해가 끝난 후 충분히 냉각시킨 후 용기 내에 남아 있는 산 가스를 제거한다.

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.02 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 유도결합플라즈마 분광분석법(ICP-OES)

플라즈마를 켜고 30분 ~ 60분간 불꽃을 안정화 시킨 후, 장비제조사에서 제공하는 매뉴얼에 따라 해당 표준물질을 사용하여 분석조건을 최적화한다.

**표 1. 유도결합플라즈마 분광분석법에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Ni | 231.604 | 221.648 |

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 각 금속의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 금속의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

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(5.5)

### 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

9.1 US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 71.2 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 술팜산 니켈의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9999 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 94.3 | 98.8 |
| 정밀도(% RSD) | 1.8 | 1.2 |

# 2019-1-945

< 유독물질 지정 내용 >

| 고유번호 | 화학물질의 명칭 |
|---|---|
| 2019-1-945 | 염화니켈[Nickel chloride; 7718-54-9, 37211-05-5] 및 이를 0.1% 이상 함유한 혼합물 |

< 분석 대상 물질 >

| 화학물질 명칭(영문) | CAS No | 분석법 | 페이지 |
|---|---|---|---|
| 염화니켈 육수화물(Nickel chloride (NiCl2), hexahydrate) | 7791-20-0 | ICP-OES | 1137 |
| 염화니켈(Nickel chloride) | 7718-54-9 | ICP-OES | 1144 |

[2019-1-945](유독물질)

# Nickel chloride (NiCl2), hexahydrate(염화니켈 육수화물)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Nickel chloride (NiCl2), hexahydrate(CAS No : 7791-20-0)
- 수용해도 : 2,540 g/L(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 16.49 mg/kg / 52.5 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 니켈(2019-1-945)을 함유한 염화니켈, 염화니켈 육수화물 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

[비 고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마 분광분석법 (ICP-OES

#### 3.1.1 분광계

검출 및 측정 방법에 따라 다색화분광기 또는 단색화 장치 모두 사용가능해야 하며 스펙트럼의 띠 통과 (band pass)는 0.05 nm 미만이어야 한다.

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

순도 99.99% 이상 고순도 가스상 또는 액체 아르곤을 사용해야 한다.

#### 3.1.2.3 유량조절기

속도 조절이 가능한 연동펌프 및 아르곤 및 플라즈마 기체의 유속 조절기를 사용해야 한다.

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

라디오고주파 (RF, radio frequency) 발생기는 출력범위 750 W ~ 1,200 W 이상의 것을 사용하며, 이때 사용하는 주파수는 27.12 MHz 또는 40.68 MHz를 사용한다.

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질 생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용한다.

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

6.1.1 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 분석절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 분석절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x} \text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

**7.1.1.1** PFA 또는 TFM 재질의 마이크로파 분해용기에 잘 혼합된 시료를 약 0.2 g(시료의 재형에 따라 0.1 g ~ 0.3 g정도를 선택적으로 채취)을 1 mg 단위까지 정확히 달아 넣는다.

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

[비고] 염산과 과산화수소의 혼산을 선택적으로 첨가가능하며, 분해되지 않거나 시료에 실리카 또는 타이타늄이 함유되어 있을 경우 플루오르화수소산(HF)을 추가적으로 0.5 mL를 넣는다.

**7.1.1.3** 시료와 산류의 반응이 완료되면 밀폐형 분해용기의 뚜껑을 닫고 분해 장치를 조립한 후 마이크로파 분해 장치에 장착한다.

**7.1.1.4** 마이크로파 분해 장치를 사용하여 미리 제시된 온도프로그램에 따라 마이크로파 오븐을 조작하고 시료를 최대한 맑은 용액이 되도록 분해한다.

**7.1.1.5** 분해가 끝난 후 충분히 냉각시킨 후 용기 내에 남아 있는 산 가스를 제거한다.

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.02 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 유도결합플라즈마 분광분석법(ICP-OES)

플라즈마를 켜고 30분 ~ 60분간 불꽃을 안정화 시킨 후, 장비제조사에서 제공하는 매뉴얼에 따라 해당 표준물질을 사용하여 분석조건을 최적화한다.

**표 1. 유도결합플라즈마 분광분석법에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Ni | 231.604 | 221.648 |

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 각 금속의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 금속의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

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(4.05)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 52.5 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 염화니켈 육수화물의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9999 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 94.3 | 98.8 |
| 정밀도(% RSD) | 1.8 | 1.2 |

[2019-1-945](유독물질)

# Nickel chloride(염화니켈)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Nickel chloride(CAS No : 7718-54-9)
- 수용해도 : 67.5 g/100 mL(25℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 8.98 mg/kg / 28.6 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 니켈(2019-1-945)을 함유한 염화니켈, 염화니켈 육수화물 등의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

[비 고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마 분광분석법 (ICP-OES

#### 3.1.1 분광계

검출 및 측정 방법에 따라 다색화분광기 또는 단색화 장치 모두 사용가능해야 하며 스펙트럼의 띠 통과 (band pass)는 0.05 nm 미만이어야 한다.

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

순도 99.99% 이상 고순도 가스상 또는 액체 아르곤을 사용해야 한다.

#### 3.1.2.3 유량조절기

속도 조절이 가능한 연동펌프 및 아르곤 및 플라즈마 기체의 유속 조절기를 사용해야 한다.

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

라디오고주파 (RF, radio frequency) 발생기는 출력범위 750 W ~ 1,200 W 이상의 것을 사용하며, 이때 사용하는 주파수는 27.12 MHz 또는 40.68 MHz를 사용한다.

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

### 4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질 생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용한다.

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

6.1.1 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 분석절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 분석절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

**7.1.1.1** PFA 또는 TFM 재질의 마이크로파 분해용기에 잘 혼합된 시료를 약 0.2 g(시료의 재형에 따라 0.1 g ~ 0.3 g정도를 선택적으로 채취)을 1 mg 단위까지 정확히 달아 넣는다.

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

[비고] 염산과 과산화수소의 혼산을 선택적으로 첨가가능하며, 분해되지 않거나 시료에 실리카 또는 타이타늄이 함유되어 있을 경우 플루오르화수소산(HF)을 추가적으로 0.5 mL를 넣는다.

**7.1.1.3** 시료와 산류의 반응이 완료되면 밀폐형 분해용기의 뚜껑을 닫고 분해 장치를 조립한 후 마이크로파 분해 장치에 장착한다.

**7.1.1.4** 마이크로파 분해 장치를 사용하여 미리 제시된 온도프로그램에 따라 마이크로파 오븐을 조작하고 시료를 최대한 맑은 용액이 되도록 분해한다.

**7.1.1.5** 분해가 끝난 후 충분히 냉각시킨 후 용기 내에 남아 있는 산 가스를 제거한다.

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.02 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 유도결합플라즈마 분광분석법(ICP-OES)

플라즈마를 켜고 30분 ~ 60분간 불꽃을 안정화 시킨 후, 장비제조사에서 제공하는 매뉴얼에 따라 해당 표준물질을 사용하여 분석조건을 최적화한다.

**표 1. 유도결합플라즈마 분광분석법에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Ni | 231.604 | 221.648 |

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 각 금속의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 금속의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

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(2.21)

## 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 28.6 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 염화니켈의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9999 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 94.3 | 98.8 |
| 정밀도(% RSD) | 1.8 | 1.2 |

[2019-1-946](유독물질)

# Nitric acid, nickel(2+) salt, hexahydrate(질산니켈 육수화물)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Nitric acid, nickel(2+) salt,hexahydrate(CAS No : 13478-00-7)
- 수용해도 : 238.5 g/100mL(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 20.13 mg/kg / 64.1 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 니켈(2019-1-946)을 함유한 질산니켈 육수화물의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

[비 고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마 분광분석법 (ICP-OES)

#### 3.1.1 분광계

검출 및 측정 방법에 따라 다색화분광기 또는 단색화 장치 모두 사용가능해야 하며 스펙트럼의 띠 통과 (band pass)는 0.05 nm 미만이어야 한다.

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

순도 99.99% 이상 고순도 가스상 또는 액체 아르곤을 사용해야 한다.

#### 3.1.2.3 유량조절기

속도 조절이 가능한 연동펌프 및 아르곤 및 플라즈마 기체의 유속 조절기를 사용해야 한다.

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

라디오고주파 (RF, radio frequency) 발생기는 출력범위 750 W ~ 1,200 W 이상의 것을 사용하며, 이때 사용하는 주파수는 27.12 MHz 또는 40.68 MHz를 사용한다.

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

### 4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질 생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용한다.

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

6.1.1 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 분석절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 분석절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

### 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

**7.1.1.1** PFA 또는 TFM 재질의 마이크로파 분해용기에 잘 혼합된 시료를 약 0.2 g(시료의 재형에 따라 0.1 g ~ 0.3 g정도를 선택적으로 채취)을 1 mg 단위까지 정확히 달아 넣는다.

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

[비고] 염산과 과산화수소의 혼산을 선택적으로 첨가가능하며, 분해되지 않거나 시료에 실리카 또는 타이타늄이 함유되어 있을 경우 플루오르화수소산(HF)을 추가적으로 0.5 mL를 넣는다.

**7.1.1.3** 시료와 산류의 반응이 완료되면 밀폐형 분해용기의 뚜껑을 닫고 분해 장치를 조립한 후 마이크로파 분해 장치에 장착한다.

**7.1.1.4** 마이크로파 분해 장치를 사용하여 미리 제시된 온도프로그램에 따라 마이크로파 오븐을 조작하고 시료를 최대한 맑은 용액이 되도록 분해한다.

**7.1.1.5** 분해가 끝난 후 충분히 냉각시킨 후 용기 내에 남아 있는 산 가스를 제거한다.

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.02 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 유도결합플라즈마 분광분석법(ICP-OES)

플라즈마를 켜고 30분 ~ 60분간 불꽃을 안정화 시킨 후, 장비제조사에서 제공하는 매뉴얼에 따라 해당 표준물질을 사용하여 분석조건을 최적화한다.

**표 1. 유도결합플라즈마 분광분석법에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Ni | 231.604 | 221.648 |

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 각 금속의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 금속의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

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(4.95)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 64.1 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 질산니켈 육수화물의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9999 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 94.3 | 98.8 |
| 정밀도(% RSD) | 1.8 | 1.2 |

[2019-1-947](유독물질)

# Nickel fluoride(플루오르화 니켈)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Nickel fluoride(CAS No : 10028-18-9)
- 수용해도 : 2.6 g/100mL(20℃)
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 6.72 mg/kg / 21.4 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 니켈(2019-1-947)을 함유한 플루오르화 니켈의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

[비 고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마 분광분석법 (ICP-OES

#### 3.1.1 분광계

검출 및 측정 방법에 따라 다색화분광기 또는 단색화 장치 모두 사용가능해야 하며 스펙트럼의 띠 통과 (band pass)는 0.05 nm 미만이어야 한다.

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

순도 99.99% 이상 고순도 가스상 또는 액체 아르곤을 사용해야 한다.

#### 3.1.2.3 유량조절기

속도 조절이 가능한 연동펌프 및 아르곤 및 플라즈마 기체의 유속 조절기를 사용해야 한다.

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

라디오고주파 (RF, radio frequency) 발생기는 출력범위 750 W ~ 1,200 W 이상의 것을 사용하며, 이때 사용하는 주파수는 27.12 MHz 또는 40.68 MHz를 사용한다.

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

### 4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

### 4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질 생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용한다.

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

6.1.1 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를 준비하고 7항의 분석절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 분석절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

**7.1.1.1** PFA 또는 TFM 재질의 마이크로파 분해용기에 잘 혼합된 시료를 약 0.2 g(시료의 재형에 따라 0.1 g ~ 0.3 g정도를 선택적으로 채취)을 1 mg 단위까지 정확히 달아 넣는다.

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

[비고] 염산과 과산화수소의 혼산을 선택적으로 첨가가능하며, 분해되지 않거나 시료에 실리카 또는 타이타늄이 함유되어 있을 경우 플루오르화수소산(HF)을 추가적으로 0.5 mL를 넣는다.

**7.1.1.3** 시료와 산류의 반응이 완료되면 밀폐형 분해용기의 뚜껑을 닫고 분해 장치를 조립한 후 마이크로파 분해 장치에 장착한다.

**7.1.1.4** 마이크로파 분해 장치를 사용하여 미리 제시된 온도프로그램에 따라 마이크로파 오븐을 조작하고 시료를 최대한 맑은 용액이 되도록 분해한다.

**7.1.1.5** 분해가 끝난 후 충분히 냉각시킨 후 용기 내에 남아 있는 산 가스를 제거한다.

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.02 ~ 2) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 유도결합플라즈마 분광분석법(ICP-OES)

플라즈마를 켜고 30분 ~ 60분간 불꽃을 안정화 시킨 후, 장비제조사에서 제공하는 매뉴얼에 따라 해당 표준물질을 사용하여 분석조건을 최적화한다.

**표 1. 유도결합플라즈마 분광분석법에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Ni | 231.604 | 221.648 |

# 8. 결과보고

## 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 각 금속의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 금속의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

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(1.65)

## 8.2 결과보고

8.2.1 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

# 9. 참고문헌

9.1 US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

9.2 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 21.4 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 플루오르화 니켈의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9999 | 0.9999 |
| 정확도(%) | 94.3 | 98.8 |
| 정밀도(% RSD) | 1.8 | 1.2 |

[2023-1-1137](유독물질), 84(사고대비물질)

# Titanium tetrachloride(사염화 티타늄)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Titanium tetrachloride(CAS No : 7550-45-0)
- 수용해도 : -
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 사고대비물질 혼합물 함량 한계 : 1%
- 분석방법 : ICP-OES
- 방법검출한계 및 정량한계 : 24.11 mg/kg / 76.78 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유독화학물질 중 티타늄을 함유한 사염화 티타늄의 금속화합물을 산분해한 후 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6,000 K ~ 8,000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 정성 및 정량분석 하여 금속화합물의 스크리닝에 사용한다.

[비 고] 본 방법은 시료를 산분해하여 금속이온을 분석함으로 금속화합물을 스크리닝하는 방법으로 산출된 금속이온의 최종 결과 값으로 각각의 금속화합물의 추정치를 산출한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라즈마 분광분석법 (ICP-OES

#### 3.1.1 분광계

검출 및 측정 방법에 따라 다색화분광기 또는 단색화 장치 모두 사용가능해야 하며 스펙트럼의 띠 통과 (band pass)는 0.05 nm 미만이어야 한다.

#### 3.1.2 시료 주입 장치

##### 3.1.2.1 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.

#### 3.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

순도 99.99% 이상 고순도 가스상 또는 액체 아르곤을 사용해야 한다.

#### 3.1.2.3 유량조절기

속도 조절이 가능한 연동펌프 및 아르곤 및 플라즈마 기체의 유속 조절기를 사용해야 한다.

### 3.1.3 유도결합플라즈마 발생기

#### 3.1.3.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

라디오고주파 (RF, radio frequency) 발생기는 출력범위 750 W ~ 1,200 W 이상의 것을 사용하며, 이때 사용하는 주파수는 27.12 MHz 또는 40.68 MHz를 사용한다.

#### 3.1.3.2 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.

## 3.2 부피플라스크

50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

## 3.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

## 3.4 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 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.

### 4.1.1 질산 (Nitric acid, HNO3, (69 ~ 71) %)

4.1.2 플루오린화수소산 (Hydrofluoric acid, HF, (48.5 ~ 52) %)

4.1.3 염산 (Hydrochloric acid, HCl, (36.5 ~ 38) %)

4.1.4 황산 (Sulfuric acid, H2SO4, (96 ~ 98) %)

4.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H2O2, 30 %)

### 4.2 표준용액

금속류 분석에 사용되는 표준용액은 표준물질 생산기관에서 제조되어 시판되는 표준용액을 구입하여 사용한다.

4.2.1 혼합표준용액 1 (ICP Quality Control Standard #1, 100 mg/L)

4.2.2 혼합표준용액 2 (ICP Quality Control Standard #2, 100 mg/L)

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법정량한계

6.1.1 방법검출한계(method detection limit) 및 정량한계(limit of quantification)는 정제수 또는 적절한 용매에 표준용액을 정량한계 부근의 농도가 되도록 첨가한 7개의 첨가시료를

준비하고 7항의 분석절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸 7.3 측정한 정량한계는 표 3에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법 바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료(method blank)를 분석한다. 방법바탕시료는 7항의 분석절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

7.2항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 일정한 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 7개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고. 이는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율}(\%) = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

**6.4.3** 정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차}(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

# 7. 분석절차

## 7.1 전처리

### 7.1.1 마이크로파분해

**7.1.1.1** PFA 또는 TFM 재질의 마이크로파 분해용기에 잘 혼합된 시료를 약 0.2 g(시료의 재형에 따라 0.1 g ~ 0.3 g정도를 선택적으로 채취)을 1 mg 단위까지 정확히 달아 넣는다.

**7.1.1.2** 질산 10 mL와 과산화수소 0.1 mL ~ 0.5 mL를 기벽을 따라 첨가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 흄후드 내에서 방치한다.

[비고] 염산과 과산화수소의 혼산을 선택적으로 첨가가능하며, 분해되지 않거나 시료에 실리카 또는 타이타늄이 함유되어 있을 경우 플루오르화수소산(HF)을 추가적으로 0.5 mL를 넣는다.

**7.1.1.3** 시료와 산류의 반응이 완료되면 밀폐형 분해용기의 뚜껑을 닫고 분해 장치를 조립한 후 마이크로파 분해 장치에 장착한다.

**7.1.1.4** 마이크로파 분해 장치를 사용하여 미리 제시된 온도프로그램에 따라 마이크로파 오븐을 조작하고 시료를 최대한 맑은 용액이 되도록 분해한다.

**7.1.1.5** 분해가 끝난 후 충분히 냉각시킨 후 용기 내에 남아 있는 산 가스를 제거한다.

**7.1.1.6** 냉각이 완료된 시료를 거름종이로 여과하여 부피플라스크에 옮기고 정제수로 분해용기 내부와 거름종이를 세척하여 최종액량을 50 mL로 한다.

**7.1.1.7** 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.

## 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 각 금속의 혼합표준용액(100 mg/L)을 단계별로 희석하여 (0.02 ~ 5) mg/L 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 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.

## 7.3 유도결합플라즈마 분광분석법(ICP-OES)

플라즈마를 켜고 30분 ~ 60분간 불꽃을 안정화 시킨 후, 장비제조사에서 제공하는 매뉴얼에 따라 해당 표준물질을 사용하여 분석조건을 최적화한다.

**표 1. 유도결합플라즈마 분광분석법에 의한 금속원소별 선택파장**

| 금속 | 1차 선택파장(nm) | 2차 선택파장(nm) |
|---|---|---|
| Ti | 334.940 | 336.121 |

## 8. 결과보고

### 8.1 계산

검정곡선에서 얻어진 각 금속의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 금속의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

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(3.96)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

**9.1** US SW-846 Test EPA Method 3051A: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. (2007.2)

**9.2** 안전확인대상생활화학제품 시험 검사 기준 및 방법 등에 관한 규정(화학물질안전원 고시 제2024-30호)

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 76.78 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 사염화 티타늄의 정도관리 결과(예시)**

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9998 | 1.000 0 |
| 정확도(%) | 96.6 | 95.0 |
| 정밀도(% RSD) | 1.4 | 0.4 |

81(사고대비물질)

# Pentacarbonyliron(펜타카보닐철)

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Pentacarbonyliron (CAS No : 13463-40-6)
- 수용해도 : -
- 사고대비물질 혼합물 함량 한계 : 0.1%
- 분석방법 : GC-MS
- 방법검출한계 및 정량한계 : 33.0 mg/kg / 105.0 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험방법은 유해화학물질 중에 함유되어 있는 펜타카보닐철($Fe(CO)_5$)의 측정방법으로 시료 적당량을 메탄올로 추출하여 직접 기체크로마토그래프/질량분석기에 주입하여 펜타카보닐철을 분석하는 방법이다. 이 시험방법은 유해화학물질 중에 함유되어 있는 펜타카보닐철의 정량 분석에 적용한다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 기체크로마토그래프 (GC)

컬럼은 안지름 0.25 mm, 필름두께 1.40 $\mu$m, 길이 30 m의 DB-624의 모세관이나 동등한 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다. 운반기체는 부피백분율 99.999 % 이상의 헬륨으로서(또는 질소) 유량은 0.2 mL/min ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 250 ℃ ~ 300 ℃, 컬럼온도는 40 ℃ ~ 250 ℃로 승온 조작하여 사용한다.

### 3.2 질량분석기 (MS)

이온화방식은 전자충격법 (EI, electron impact)을 사용하며 이온화에너지는 35 eV ~ 70 eV을 사용한다. 질량분석기는 자기장형 (magnetic sector), 사중극자형 (quardrupole) 및 이온트랩형 (ion trap) 등의 성능을 가진 것을 사용한다. 정량분석에는 선택이온검출법 (SIM, Selected Ion Monitoring)을 이용하는 것이 바람직하다. 선택하는 이온들은 표 2의 이온을 사용할 수 있다.

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 시약

### 4.1.1 메탄올(Methanol, $CH_3OH$, 32.04)

HPLC급 이상의 용매를 이용하여야 하며 바탕시험 할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

### 4.1.2 무수 황산나트륨(Anhydrous Sodium sulfate, $Na_2SO_4$ , 142.04)

고순도를 사용하여야 하며, 사용하기 전에 방해물질이 없음을 검사하여야 한다.

### 4.1.3 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 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

### 4.1.4 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 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다.

# 5. 시료채취 및 관리

## 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

## 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

### 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

### 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

### 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

### 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 8. 항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한

시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

$$\text{상대표준편차(\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (s\text{=표준편차}, \quad \bar{x}\text{=평균})$$

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

시료 1.0 g을 0.0001 g까지 정확히 무게를 재어 유리바이알에 취한 후 메탄올 20 mL를 넣고 마개를 닫은 후 초음파 추출기로 1시간 동안 추출한다. 추출이 끝나면 실온에서 냉각시키고 추출액을 무수황산나트륨을 이용하여 수분을 제거한 뒤 시험액으로 한다. 이후 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과하여 시험용액으로 사용한다.

[비고] 필요에 따라 전처리 과정 중 시료 및 메탄올의 양을 달리 할 수 있다.

### 7.2 검정곡선의 작성

검정곡선 작성용 표준용액은 10 mL 부피플라스크에 펜타카보닐철 표준용액(100 mg/L)을 단계적으로 취하여 0.1 ~ 5 mg/L 농도가 되도록 제조하며 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액의 농도 (C*x*)를 가로축 (x 축)에, 각 표준용액에 해당하는 피크 면적 (*Ax*)를 세로축 (*y* 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

### 7.3 측정

시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 1 uL ~ 2 uL를 기체크로마토그래프에 주입한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 펜타카보닐철의 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 분석물질의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 펜타카보닐철 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 펜타카보닐철 농도(mg/L)

$f$ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

$W_d$ : 제품시료의 무게(g)

## 9. 참고문헌

9.1 NIST Mass Spectrometry Data

# 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 105.0 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 펜타카보닐철의 질량스펙트럼 특성 이온(예시)**

| 분석물질명 | 제1선택이온 (m/z) | 제2선택이온 (m/z) |
|---|---|---|
| 펜타카보닐철 | 84 | 56, 112 |

**표 3. 펜타카보닐철의 GC 기기분석 조건(예시)**

| 항목 | 조 건 |
|---|---|
| 컬럼 | DB-624(30 m 길이 × 0.25 mm 안지름 × 1.40 ㎛ 필름두께) |
| 운반기체(유속) | 헬륨(1 mL/min) |
| 분할비 | Splitless |
| 주입구 온도 | 250 ℃ |
| 이송관 온도 | 250 ℃ |
| 이온소스 온도 | 230 ℃ |
| 오븐 온도 | 40 ℃(5 min) → 4 ℃/min → 60 ℃ → 20 ℃/min → 140 ℃(1 min) |
| 이온화방법 | EI (Electron Impact), 70 eV, 선택이온방식(SIM) |

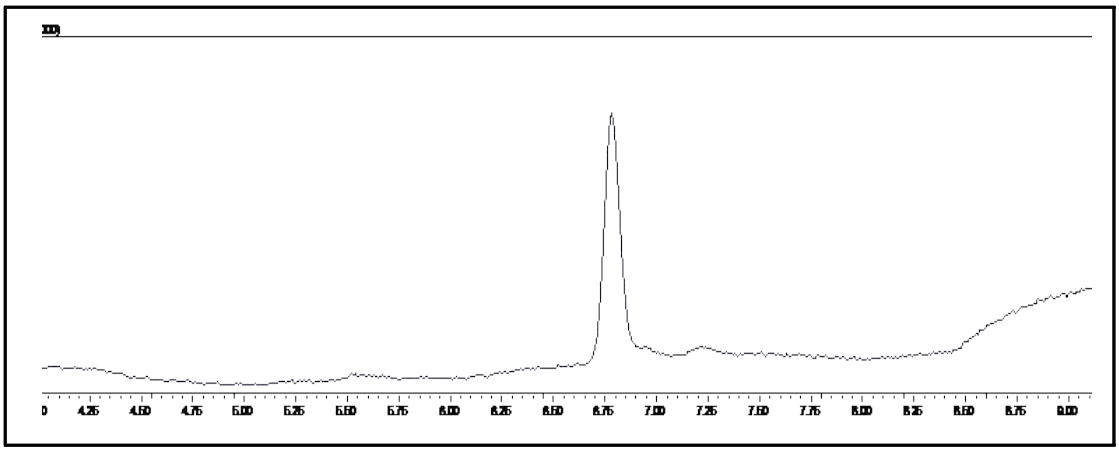


그림 1. 펜타카보닐철 크로마토그램(예시)

표 4. 펜타카보닐철의 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선($R^2$) | 0.9997 | 0.9993 |
| 정확도(%) | 98.1 | 104.1 |
| 정밀도(% RSD) | 8.8 | 1.9 |

# 2017-1-766

## < 유독물질 지정 내용 >

| 고유번호 | 화학물질의 명칭 |
|---|---|
| 2017-1-766 | 아세트산 팔라듐(Ⅱ)[Palladium(Ⅱ) acetate; 3375-31-3] 및 이를 1.0% 이상 함유한 혼합물 |

## < 분석 대상 물질 >

| 화학물질 명칭(영문) | CAS No | 분석법 | 페이지 |
|---|---|---|---|
| 아세트산 팔라듐(Ⅱ)<br>(Palladium(Ⅱ) acetate) | 3375-31-3 | IC | 1180 |

[2017-1-766](유독물질)

# Palladium(Ⅱ) acetate(아세트산 팔라듐(Ⅱ))

## 1. 일반 현황

- 화학물질명 : Palladium(Ⅱ) acetate(CAS No : 3375-31-3)
- 수용해도 : -
- 유독물질 혼합물 함량 한계 : 1.0 %
- 분석방법 : IC
- 방법검출한계 및 정량한계 : 509 mg/kg / 1,616 mg/kg

## 2. 분석 개요

이 시험기준은 유해화학물질 중 아세트산 팔라듐(Ⅱ)의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 이온크로마토그래프법으로 시료 중 아세트산 팔라듐(Ⅱ)을 분석하는 방법이다. 이 시험기준은 유해화학물질 중의 아세트산 팔라듐(Ⅱ)에 적용할 수 있으며 필요한 경우, ICP-OES를 활용, 팔라듐(Pd)를 분석하여 아세트산 팔라듐(Ⅱ)에 분석에 활용할 수도 있다.

## 3. 분석기기 및 기구

### 3.1 이온크로마토그래프 (IC)

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.

#### 3.1.1 검출기

분석목적 및 성분에 따라 전기전도도 검출기, 전기화학적 검출기 및 광학적 검출기 등이 있으나 일반적으로 음이온 분석에는 전기전도도 검출기를 사용한다.

#### 3.1.2 분리컬럼

유리 또는 에폭시 수지로 만든 관에 이온교환체를 충전시킨 것으로 다음과 같은 것이 있다.

##### 3.1.2.1 억제기형

폴리스틸렌계 페리큐라형 음이온 교환수지(10 $\mu$m ~ 15 $\mu$m)를 컬럼에 충전시킨 것으로서 안지름 3 mm ~ 5 mm, 길이 5 mm ~ 30 mm이다.

#### 3.1.2.2 비억제기형

폴리스틸렌계 페리큐라형 음이온 교환수지(10 $\mu$m ~ 15 $\mu$m), 폴리아크릴계 표면다공성 음이온 교환수지(10 $\mu$m ~ 12.5 $\mu$m) 또는 실리카겔 전다공성형 음이온 교환수지(6 $\mu$m)를 컬럼에 충전시킨 것으로서 안지름 4 mm ~ 6 mm, 길이 5 cm ~ 10 cm 이다.

### 3.1.3 시료 주입부

일반적으로 미량의 시료를 사용하기 때문에 루프-밸브에 의한 주입방식이 많이 이용되며 시료주입량은 보통 10 $\mu$L ~ 100 $\mu$L이다.

### 3.1.4 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.

### 3.1.5 펌프

분리 컬럼 중의 이온교환체의 입자는 약 10 $\mu$m 이하의 매우 작은 입자로서 용리액 및 시료를 고압 하에서 전개시키지 않으면 요구되는 유속을 얻기가 어렵다. 따라서 펌프는 150 kg/cm$^2$ ~ 350 kg/cm$^2$ 압력에서 사용될 수 있어야 하며 시간차에 따른 압력차가 크게 발생하여서는 안 된다.

# 4. 시약 및 표준용액

## 4.1 시약

### 4.1.1 억제기용 재생액(0.05 M $H_2SO_4$)

황산 (sulfuric acid, H2SO4, 분자량 : 98.08) 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.

### 4.1.2 용리액

#### 4.1.2.1 억제기형 (0.003 M $NaHCO_3$ ~ 0.0024 M $Na_2CO_3$)

탄산수소나트륨 (sodium bicarbonate, NaHCO3, 분자량 : 84.01) 1.008 g과 탄산나트륨 (sodium carbonate, $Na_2CO_3$, 분자량 : 105.99) 1.0175 g을 정제수에 녹여 4 L로 한다.

#### 4.1.2.2 비억제기형(0.0013 M 글루콘산 ~ 0.0013 M $Na_2B_4O_7$)

글루콘산 (gluconic acid, $C_6H_{12}O_7$, 분자량 : 196.2) 1.02 g과 붕산나트륨 (sodium boric acid, Na2B4O7, 분자량 : 201.37) 1.0466 g을 정제수에 녹여 4 L로 한다.

### 4.2 표준용액

#### 4.2.1 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.

#### 4.2.2 표준용액

각 이온의 표준원액을 정제수로 희석하여 사용하며 기기의 분석감도에 따라 적당한 농도로 혼합 조제한다.

## 5. 시료채취 및 관리

### 5.1 일반적 요령

시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 제품 특성상 성상별 또는 제형별 등 물리적으로 분리가 가능한 제품에 대해서는 각각 시료를 채취하여 시험하고, 물리적으로 분리가 불가능하거나 제품 내 혼재되어 있을 경우 성상별로 시료를 채취하여 혼합 후 시험한다. 또한 희석하여 사용하는 제품에 대해서는 원액에 대해서 시료를 채취하여 시험한다.

### 5.2 액체류

액체류의 경우 시료를 잘 혼합한 다음 적당한 채취 도구를 사용하여 한 번에 일정량씩 채취하여야 한다.

### 5.3 고체류

고체류의 경우 전체의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여 한다. 따라서 다섯 지점에서 시료를 채취한 한 다음 잘 혼합하여 일정량을 시료로 사용한다.

### 5.4 스프레이류

스프레이류의 경우 잘 혼합하여 용기에 분사 한 후 바로 시료를 채취한다.

## 6. 정도보증/정도관리(QA/QC)

## 6.1 방법검출한계 및 정량한계

방법정량한계는 정제수 또는 적절한 용매에 정량한계 부근의 농도가 되도록 표준물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7항 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 이 표준 시험절차에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수 또는 적절한 용매를 사용하여 7항 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

고농도의 시료 분석 후 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검하는 것이 바람직하다.

## 6.3 검정곡선 작성 및 검증

검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3 개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수($R^2$)가 0.98 이상 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 정제수에 정량한계 농도의 10배가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여, 7항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

정확도는 인증시료를 확보할 수 있는 경우 인증표준물질을 분석한 결과값 ($C_M$)과 인증값 ($C_C$)과의 회수율로 나타내고, 인증시료를 확보할 수 없는 경우 이를 정확한 농도로 첨가한 시료로 대체한다. 이 때 정확도는 첨가시료를 분석한 농도 ($C_{AM}$)와 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도 ($C_S$)와의 차이에 대한 첨가농도 ($C_A$)의 회수율로서 나타내며 그 값이 90 % ~ 110 % 이내이어야 한다.

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_M}{C_C} \times 100 = \frac{C_{AM} - C_S}{C_A} \times 100$$

여기서, $C_M$ : 인증표준물질을 분석한 농도

$C_C$ : 인증 농도

$C_{AM}$ : 첨가시료를 분석한 농도

$C_S$ : 첨가하지 않은 시료를 분석한 농도

$C_A$ : 첨가농도

정밀도는 측정값의 상대표준편차(%, RSD)를 계산하며 상대표준편차가 10 % 이내이어야 한다.

상대표준편차(%)= $\frac{s}{\bar{x}} \times 100$ ($s$=표준편차, $\bar{x}$ =평균)

### 6.5 내부정도관리 주기 및 목표

방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

검정곡선 검증 및 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 방법바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 부록 표 1과 같다.

## 7. 분석절차

### 7.1 전처리

**7.1.1** 시료 약 0.1 g을 정밀하게 달아 100 mL 부피플라스크에 넣고 정제수로 표선까지 채운 후 섞이도록 한다. 필요시 시료량을 조정할 수 있다.

**7.1.2** 시료용액을 0.45 $\mu$m 멤브레인 필터 등 으로 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 $\mu$m 멤브레인 필터로 여과하여 100 mL 부피플라스크에 모은 후 정제수로 표선을 채워 이를 시험용액으로 한다.

### 7.2 측정법

**7.2.1** 이온크로마토그래프의 전체 시스템을 작동시켜 유속을 1 mL/min ~ 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.

**7.2.2** 펌프의 압력이 일정하게 유지되고 용리액의 전도도 및 기록계의 기준선이 안정화되면 표준용액 및 시료를 각각 주입하여 크로마토그램을 작성하고 각 음이온의 유지시간을

확인한다.

### 7.3 검정곡선의 작성

**7.3.1** 음이온 표준물질을 4개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (2.5 ~ 25) 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.

**7.3.2** 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 달라 질 수 있으므로 사용기기에 대한 설명서를 참조한다.

[주 2] 억제기형의 경우 시료 중에 저급 유기산이 존재하면 음이온의 정량분석을 방해할 수 있다.

## 8. 결과보고

검정곡선에서 얻어진 아세트산이온의 농도(mg/L)를 사용하여 다음의 식으로부터 제품 중 아세트산팔라듐의 함량(mg/kg)을 계산한다.

$$\text{제품 중 아세트산팔라듐의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times f \times V \times \text{환산계수} \qquad \text{(식 1)}$$

여기서, $C_1$ : 분석시료의 아세트산이온 농도(mg/L)

$C_0$ : 방법바탕시료의 아세트산이온 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(1.87)

### 8.2 결과보고

**8.2.1** 모든 농도결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 필요시 정량한계 값을 같이 제시한다.

## 9. 참고문헌

9.1 환경부, 수질오염공정시험기준, ES 04350.1b 음이온류-이온크로마토그래피

9.2 KS I ISO 10304-1 ; 2007, 수질 - 이온 크로마토그래피를 이용한 용존 음이온의 측정 - 제1부 : 브롬이온, 염소이온, 불소이온, 질산성 이온, 아질산성 이온, 인산이온, 황산이온의 측정

## 10. 부록

**표 1. 정도관리 목표 값**

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표 |
|---|---|
| 정량한계 | 1,616 mg/kg |
| 검정곡선 | 결정계수($R^2$) > 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 25 % |
| 정밀도 | 상대표준편차가 10 % 이내 |
| 정확도 | 90 % ~ 110 % |

**표 2. 아세트산 팔라듐(Ⅱ)의 이온크로마토그래프 기기분석 조건(예시)**

| | |
|---|---|
| Model | Thermo Aqion RF Ion Chromatography system(Thermo) |
| Column | 분석컬럼 : AS18 4 × 250 mm<br>가드컬럼 : AG18 4× 50 mm |
| Suppressor | ADRS 600, 4 mm |
| Supressor current | 57 mA |
| Eluent | 23 mM Hydroxide |

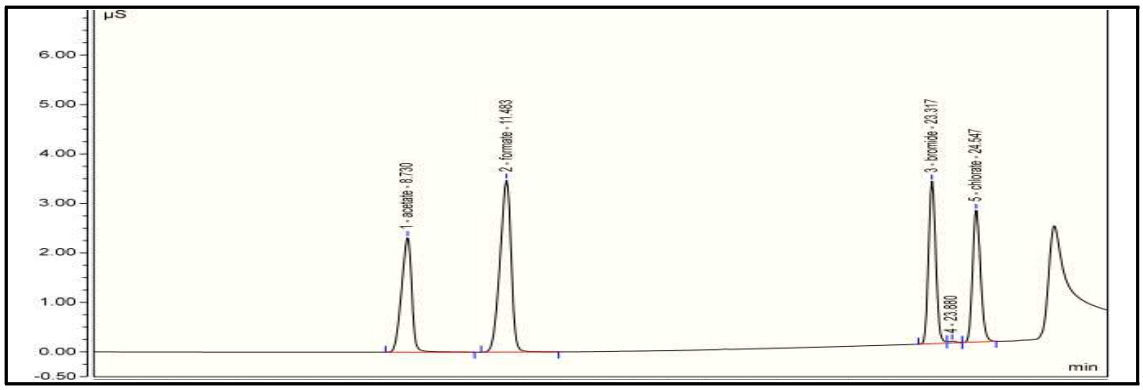



그림 1. 아세트산 팔라듐(Ⅱ) 크로마토그램(예시)

표 3. 아세트산 팔라듐(Ⅱ)의 정도관리 결과(예시)

| 정도관리 항목 | 정도관리 결과 | 시험실 간 시험 결과 |
|---|---|---|
| 검정곡선 | 0.9939 | 0.9986 |
| 정확도(%) | 107.1 | 101.5 |
| 정밀도(% RSD) | 2.1 | 3.1 |

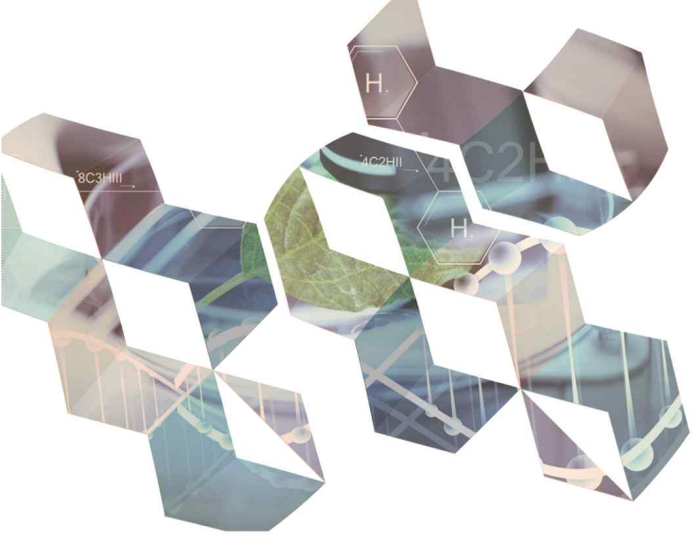
# Ⅳ. 찾아보기


| CAS No | 권(호) | 페이지 | CAS No | 권(호) | 페이지 |
|---|---|---|---|---|---|
| 54-11-5 | | 22 | 101-80-4 | | 1095 |
| 56-35-9 | | 368 | 104-40-5 | | 868 / 875 |
| 60-09-3 | | 815 | 106-93-4 | | 787 |
| 64-67-5 | | 735 | 106-99-0 | | 996 |
| 65-31-6 | | 29 | 107-06-2 | | 882 |
| 66-81-9 | | 462 | 107-13-1 | | 489 |
| 68-12-2 | | 1003 | 109-86-4 | | 1035 |
| 74-88-4 | | 602 | 110-57-6 | | 950 |
| 75-01-4 | | 889 | 110-80-5 | | 1023 |
| 75-09-2 | | 1070 | 117-81-7 | | 918 |
| 75-15-0 | | 608 | 121-14-2 | | 1011 |
| 75-21-8 | | 896 | 123-39-7 | | 1102 |
| 75-56-9 | | 247 | 127-18-4 | | 714 |
| 75-59-2 | | 903 | 127-19-5 | | 1108 |
| 78-79-5 | | 1076 | 143-33-9 | | 66 |
| 79-01-6 | | 721 | 151-50-8 | | 82 |
| 79-06-1 | | 496 | 302-01-2 | | 749 |
| 79-94-7 | | 1082 | 309-00-2 | | 559 |
| 80-05-7 | | 1089 | 485-31-4 | | 169 |
| 81-81-2 | | 595 | 506-61-6 | | 106 |
| 84-74-2 | | 924 | 506-64-9 | | 114 |
| 85-68-7 | | 930 | 506-65-0 | | 122 |
| 88-72-2 | | 970 | 544-92-3 | | 130 |
| 91-22-5 | | 976 | 556-52-5 | | 964 |
| 91-59-8 | | 780 | 557-21-1 | | 58 |
| 92-67-1 | | 808 | 563-68-8 | | 475 |
| 92-87-5 | | 146 | 569-64-2 | | 911 |
| 96-09-3 | | 836 | 592-85-8 | | 434 |
| 96-12-8 | | 794 | 606-20-2 | | 1017 |
| 96-23-1 | | 801 | 683-18-1 | | 1114 |
| 96-45-7 | | 1029 | 688-73-3 | | 376 |
| 98-95-3 | | 35 | 872-50-4 | | 1048 |
| 101-14-4 | | 829 | 1120-71-4 | | 982 |
| 101-77-9 | | 1041 | 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 | | 957 | 7782-49-2 | | 346 |
| 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 | | 936 |
| 2425-06-1 | | 635 | 7788-98-9 | | 706 |
| 2451-62-9 | | 989 | 7789-00-6 | | 642 |
| 2795-39-3 | | 943 | 7789-06-2 | | 650 |
| 3349-06-2 | | 1055 | 7789-09-5 | | 844 |
| 3375-31-3 | | 1180 | 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 | | 1137 |
| 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 | | 1158 |
| 7446-32-4 | | 517 | 10034-82-9 | | 690 |
| 7487-94-7 | | 448 | 10035-10-6 | | 161 |
| 7550-45-0 | | 1165 | 10039-54-0 | | 772 |
| 7647-18-9 | | 510 | 10048-95-0 | | 232 |
| 7718-54-9 | | 1144 | 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 | | 1122 | 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 | | 1172 | 25895-60-7 | | 98 |
| 13478-00-7 | | 1151 | 26970-82-1 | | 360 |
| 13530-65-9 | | 682 | 41083-11-8 | | 482 |
| 13765-19-0 | | 666 | 51594-55-9 | | 566 |
| 13770-89-3 | | 1129 | 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 | | 1063 |

※ 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