유해화학물질 함량 확인 방법에 관한 안내서(2026)

화학물질안전원

화학물질등록평가팀

목차

Ⅰ. 총 설 ·····1

Ⅱ. 관리 대상 화학물질과 혼합물 ·····9

Ⅲ. 혼합물 중 관리 대상 화학물질 함량 확인 ·····14

Ⅳ. 함량 확인 결과의 활용 ·····23

Ⅴ. 관리 대상 화학물질 목록 ·····26

Ⅵ. 혼합물 중 관리 대상 화학물질 함량 분석법 ·····33

Ⅶ. 찾아보기(해설서) ·····264

Ⅰ. 총 설

1. 안내서 의미

‘유해화학물질[1] 함량 확인 방법에 관한 안내서’(이하 ‘안내서’)는 화학물질이 함유된 혼합물인 제품[2]을 제조, 수입, 사용, 판매, 보관·저장 등 취급하는 자가 자신이 취급하는 물질이 기후에너지환경부 「화학물질의 등록 및 평가 등에 관한 법률」(이하 ‘화평법’)에서 지정한 인체등유해성물질 등 유해화학물질에 해당하는지 확인하는 절차와 방법을 안내하고자 작성되었다.

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

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

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

특히 2025.8.7.일부터 개정 화평법 시행에 따라 인체급성유해성물질, 인체만성유해성물질 및 생태유해성물질로 기존의 유독물질의 명칭이 변경되고, 같은 인체등유해성물질이라도 유해 특성별로 함량이 다르게 부여되고, 그 특성에 따라 화관법의 의무도 차별화됨에 따라 혼합물 중의 함량을 정확하게 확인하는 것이 산업체 입장에서도 매우 중요하게 되었다.

---

1) 유해화학물질 용어는 화평법에서 삭제되었지만 24,25년 안내서와 일치성을 위해 사용함

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

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

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

2. 해설서 제공 관련 안내

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

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

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

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

따라서 본 안내서에는 확인 시험방법이 상세하게 기술된 해설서의 위치(페이지)를 포함하고 있으므로 해당 목록과 찾아보기를 활용하는 것이 중요하다. 참고로 안내서와 해설서는 모두 화평

법이나 화관법상 규제 물질 별, 그리고 각 화학물질의 고유번호 순으로 작성하여 분석하고자 하는 유해화학물질의 시험방법을 쉽게 확인할 수 있도록 하였다. 아울러 온라인 제공 전까지는 CAS 번호로 해당 물질이 어떤 해설서에 포함되어 있는지를 알 수 있게 찾아보기 항목도 포함하였다.

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

3. 단계별 시험법 마련 및 갱신 절차

화평법과 화관법에서 규제하는 화학물질은 2,650[3]종이 넘는다. 수많은 화학물질에 대해서 일시에 확인 시험방법을 마련하는 것은 불가능하고, 때로는 불필요할 수도 있다. 사실 이 규제 화학물질 중에는 전혀 유통되지 않는 물질이나 유통량이 극히 미미한 물질, 동질성 확인이 곤란한 물질, 일부 농약 등 분석 방법이 있는 물질이 있고, 특히 중점관리물질 중에는 신규화학물질이 다수 포함되어 있다. 이러한 물질 분석 방법 마련은 시급성이 떨어질 것이다.

따라서 유통량이 많은 물질, 규제가 엄격한 물질, 지정 함량이 낮은 물질[4]을 우선 대상으로 하되, 예산, 표준물질 확보 가능성, 확인 시험방법 마련에 필요한 분석 정보 확보 가능성, 시험법 마련 외에 확인과 검증 등에 필요한 물리적 여건 등을 종합적으로 고려하여 확인 시험방법을 마련하게 되었다. 다만, 최근에 화평법에 따라 다량 유통되는 기존 화학물질의 등록이 완료되면서 많은 물질이 인체등유해성물질로 지정되고 있어 이러한 물질은 앞서 선정된 우선 시험방법 마련 대상 물질과 동일한 우선순위를 두고 시험방법을 마련할 계획이다.

2020년 화학물질안전원(당시에는 국립환경과학원)은 “유독물질 함량 확인 시험법 마련 중장기 계획” 을 수립하였고, 2022년에는 제한물질, 금지물질 등 유해화학물질과 중점관리물질을 포함하면서 사실상 사고대비물질을 비롯한 모든 관리 대상 물질을 함유하는 혼합물 함량 확인 방법으로 영역이 확대되었다. 따라서 함량 확인 시험 방법은 연차적으로, 그리고 더 장기적으로 추진하게 되었다. 참고로, 인체등유해성물질이 동시에 제한물질, 금지물질, 중점관리물질 또는 사고대비물질인 경우 각 관리대상 물질 분야에서도 확인할 수 있도록 해당 시험법을 중복하여 기술할 예정이다.

애초 화학물질안전원은 720여 종에 대한 5개년 시험방법 마련 계획을 수립하고, 2021년부터 관련 연구를 수행하였으며, 2022년 중점관리물질 등을 추가하며 이를 일부 수정하였다. 1차년도에 184종, 2차년도 171종, 3차년도 215종(중점관리물질 22종 포함), 4차년도에 235종(중점관리물질 20종, 앞서 미개발 물질 일부 포함), 그리고 마지막 5차년도(2025년)에 236종(1,2,3,4차 미개발 물질 61종 포함)물질을 대상으로 함량 시험방법을 연구하여 2024년 162종, 2025년 126종에 대해 검증, 적용성 평가를 마무리하였다. 본 안내서는 3차년부터 수행하여 완료한 155종에 대한 것이다.

참고로 안내서와 해설서의 경우 형식, 포함 내용과 기술 방법에 관해 향후 법령과의 관계, 고시 등의 형태로 하는 경우의 구성 체계를 추가로 검토할 필요가 있어 선행 연구에서 완성본을 발간하지 않았다. 이번 연구 사업에서 안내서는 가이드 기능을 하는 총설 등(본 안내서 Ⅰ～Ⅴ)을 추가하되,

---

3) 특히 인체등유해성물질의 경우는 염류나 화합물의 형태로 지정된 물질의 경우 고시에서는 확인되지 않으나 화학물질정보처리시스템에서는 규제 물질로 검색되는 물질, 신규 화학물질인 중점관리물질을 포함한 수치임

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

확인 시험방법은 분석법마다 압축 형태로 하고, 해설서는 분석 대상 물질의 특성과 분석 방법 개요를 고유번호 순으로 권, 호 등으로 구분하여 서로 연계하기로 함에 따라 본 안내서를 발간하는 것이다.

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

4. 안내서와 해설서 발간

연차별 확인 시험법 개발 계획에 따라 시험방법을 마련, 검증·적용성 평가 등이 완료되면 이에 대한 안내서와 해설서를 발간하게 된다. 개발이 가능한 유해화학물질의 확인 시험법이 어느 정도 마련되는 2026년까지는 안내서 또한 연차별로 발간할 계획이며, 아울러 그간 개발한 시험법을 모두 망라하는 안내서를 기본 틀(안)*에 따라 일종의 종합 안내서(통합 version) 형식으로 2026년 중에 발간할 예정이다.

※ 안내서 기본 틀(안) : 현재의 안내서 Ⅰ～Ⅴ + 모든 시험방법 마련 물질 목록 + 활용하는 화학물질 기기 분석법의 원리

다만 본 연구에서의 안내서에는 확인 시험방법의 대상물질과 혼합물, 함량을 확인하는 방법, 분석 결과의 해석, 155종의 고유번호 순 목록과 3차년부터 마련한 시험방법을 분석법별로 간단하게 기술하였다. 또한, 고유번호가 아닌 CAS No.로도 해당 물질의 정보에 접근할 수 있도록 별도로 CAS No. Index(찾아보기)를 전년도와 마찬가지로 추가하였다.

참고로 2026년에 마련할 전체 물질에 대한 안내서에는 시험방법별 개요를 소개하지 않고 앞서 기술한 안내서 기본 틀(안)에 따라 기술할 계획이다. 모든 분석 가능 유해화학물질에 대하여 해당 물질의 시험방법이 해설서 어디에 기술되었는지에 대한 상세 목차를 제공할 것이다.

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

해설서에는 분석 대상 물질에 대한 일반 정보와 함량 분석 방법을 포함하게 될 것이며, 특히 표준물질 정보 외에도 시료 채취와 관리 절차, QA/QC 절차, 시험방법 및 함량 계산식을 기술하였다. 일단 이러한 해설서는 확인 시험방법이 마련되고, 검증·확인되는 물질에 대해 2026년에 155종에 대해서 발간하고, 그 이후에는 전체를 묶어 공개할 예정이다.

함량 확인 시험방법을 부분 부분 마련하지만, 해설서는 그 완성 시기와 상관없이 고유 번호순으로 작성하였으며, 동일 고유 번호 내에 복수의 물질이 있는 경우는 해당 고유 번호 맨 앞 페이지에 별도로 목차를 두어 이용자의 편의를 제고하였다.

2026년에는 또한 그간 작성한 함량 확인 시험방법을 모아서 인체등유해성물질을 1권으로, 나머지 허가물질, 제한 및 금지물질, 중점관리물질, 사고대비물질을 2권으로 묶고, 권별로 구분하여 '호'를 부여하여, 권(호)로 표기하여 분석하고자 하는 물질이 어디에 기술되어 있는지 알기 쉽게 할 예정이다. 그리고 이러한 권(호) 및 페이지는 안내서의 전체 관리 대상물질 목록에도 표기하여 안내서와 해설서가 상호 활용되도록 할 것이다.

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

5. 발간 자료 온라인 제공

안내서는 모든 분석 대상 물질에 대한 간결한 접근 방법을 안내(guide)하도록 한 권으로 발행하고, 3차년 155종도 별도로 발간하였다.

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

따라서 앞서 개발한 1차 물질 162종, 2차 물질 126종과 마찬가지로, 3차 년도 155종에 대한 해설서는 인쇄물로 발간하되, 검증·확인되는 물질이 증가하는 경우 온라인 방식 등으로 전환이 필요할 것이다. 물론 이를 위해서는 현재의 화학물질정보처리시스템의 활용 등을 연구하고, 새로운 설계도 필요할 것이다.

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

화학물질안전원은 향후 함량 확인 시험방법에 대한 정보제공 방법을 종합적으로 검토할 예정이다.

6. 약어

약어	원어	한글
ICP-OES	Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry(Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry)	유도결합플라즈마 원자방출분광법 ※ spectrometer, chromatograph 등은 분석 기기를 의미함
CV-AAS	Cold Vapor Atomic Absorption Spectrometry	냉증기-원자흡수분광광도법
IC	Ion Chromatography	이온 크로마토그래프법
GC	Gas Chromatography	가스 크로마토그래프법
FID	Flame Ionization Detector	불꽃 이온 검출기법
HPLC	High Performance Liquid Chromatography	고속 액체 크로마토그래프법
DAD	Diode Array Detector	다이오드 어레이 검출기
MS	Mass spectrometry	질량분석기법
ODS	Octadecylsilane	옥타데실실란
RSD	Relative Standard Deviation	상대표준편차
CMR	Carcinogenic/Mutagenic/Reproductive toxicity	발암성·유전독성·생식독성
PBT	Persistent, Bioaccumulative and Toxic substances	잔류성·생물농축성·독성물질
vPvB	very Persistent, very Bioaccumulative	고잔류성·고생물농축성
EDCs	Endocrine-Disrupting Chemicals	내분비계 장애물질
SVHC	Substances of very high concern	고위험성우려물질
AOAC	Association of Official Agricultural Chemists	공정농업화학협의회

ASTM	American Society for Testing and Materials	미국 재료시험학회
IEC	International Electrotechnical Commission	국제전기기술위원회
ISO	International Organization for Standardization	국제표준기구
CEN	European Committee for Standardization	유럽표준화기구
TFM	Modified PTFE	
PTFE	Polytetrafluoroethylene	
LDPE	Low density polyethylene	

Ⅱ. 관리 대상 화학물질과 혼합물

1. 관리 대상 화학물질

화평법의 주요 규제 대상물질은 인체등유해성물질(인체급성유해성물질, 인체만성유해성물질, 생태유해성물질), 허가물질, 제한물질, 금지물질, 중점관리물질이며 화관법에서는 사고대비물질(이하 총칭 '관리 대상 화학물질')이다. 중점관리물질은 화평법에 따라 일정 수량 이상이 되는 경우 명칭, 함량 및 유해성 정보, 노출 정보, 제품에 함유된 중점관리물질의 용도에 대해 신고하여야 하며, 나머지 물질은 화관법에 따른 유해화학물질 영업허가, 인체등유해성물질 수입신고 등 관련 규정을 준수해야 한다. 이렇게 규제되는 화학물질은 대부분 해당 물질을 함유하는 혼합물도 지정된 함량 범위 이상인 경우 동일한 규제를 받고, 관련 규정을 준수해야 하므로 산업체는 함량을 확인하는 것이 매우 중요하다.

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

혼합물은 두 가지 이상의 물질로 구성된 물질 또는 용액(화평법 제2조제2호)을 말하며, 단일 물질이 아닌 모든 물질을 말한다. 합금은 기계적 수단으로 쉽게 분리할 수 없는 2종 이상의 원소로 구성된 거시적 규모로 균질한 금속 물질로서 혼합물로 간주한다. 또한 화평법이나 화관법에서 유해화학물질은 의도적인 성분 첨가와 관계없이 불순물 또는 기타 부산물이 규제 대상 물질인 경우도 그 물질은 구성 성분으로 본다.

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

2. 인체등유해성물질과 혼합물

인체등유해성물질을 함유하는 혼합물은 가장 대표적인 분석 대상이다. 현재 모든 인체등유해성물질은 이를 함유하는 혼합물도 인체등유해성물질로 함께 지정되어 있다.

“인체등유해성물질”은 유해성이 있는 화학물질로서 대통령령으로 정하는 기준(화평법 시행령 제3조 별표 1)에 따라 기후에너지환경부장관이 지정(화학물질안전원장에 위임)하여 고시한 것이다(참고로 화관법에서도 시행령 제2조에 지정 기준을 갖고 있으나 화평법을 원용함. 화평법에 따라 지정 고시된 인체등유해성물질은 화관법에 의한 인체등유해성물질이 됨). 인체등유해성물질 지정기준은 급성독성(경구, 경피 및 흡입, 1회 노출에 의한 표적장기독성), 피부 부식성, 반복투여독성, CMR 등 인체등유해성물질의 경우 해당 화학물질뿐만 아니라, 유해성 유형이나 심각성 정도에 따라 0.1%(발암성, 변이원성 물질), 0.3%(생식독성), 1%(급성독성 구분 1, 2), 5%(피부부식성 구분1A), 10%(피부부식성 구분1B, 1C, 특정표적 장기-1회 노출, 반복노출) 및 25%(급성독성 구분 3)을 각각 함량 한계로 한다. 기타 생태유해성의 경우 수생태에 대한 급, 만성독성 정도와 환경에서의 분해 정도에 따라 해당 생태유해성 물질 외에도 이를 1%~25% 함유하는 혼합물을 포함한다. 즉 화평법과 화관법에서 관리되는 인체등유해성물질에는 수 많은 혼합물이 포함되며, 실제 유통량을 고려할 때 이들이 차지하는 비중이 매우 크다. 참고로 2026년 현재까지 고시된 인체등유해성물질(화학물질안전원고시 제2026-6호,「인체급성유해성물질, 인체만성유해성물질 및 생태유해성물질 지정고시」) 1,333종[5](고유번호 기준)의 혼합물 함량 기준은 25% > 1% > 0.1% 순으로 많으며, 기타 0.005%, 0.025%, 0.3%, 2.5%, 6% 및 17% 등 다양하다.

2025년 후반기부터는 유독물질의 명칭이 인체급성유해성(급성독성, 피부부식성, 특정표적장기 1회 노출) 물질, 인체만성유해성(반복투여독성, CMR) 및 생태유해성(급성, 만성독성) 물질로 변경되었고, 해당 인체등유해성물질이 이 중 어떤 유해 특성을 갖느냐에 따라 각각의 함량 기준을 가진다. 즉 어떤 물질은 인체만성유해성물질로만 분류되어 혼합물의 함량 기준이 0.3%만 부여되는가 하면, 어떤 물질은 3가지 유해 특성을 모두 가지고 함량도 달리하여 각각의 혼합물에 대한 함량 기준이 25%, 0.1% 및 2.5%가 될 수도 있다.

특히 일부 화합물이나 염류 등 복수의 물질이 포함되도록 지정된 물질은 여러 함량 조합이 있을 수 있어 현재와 달리 물질별 기준 함량이 다를 수 있다(표 1 참고). 예를 들어 무기 시안 화합물(inorganic cyanides)은 함량 기준이 현재 1%이지만 앞으로는 물질에 따라 1%, 10% 등 다양하게 변경되었다.

표 1. 개편에 따라 혼합물에 새롭게 부여된 유해 특성별 함량 부여(예시)

고유번호	소번호	화학물질 명칭	CAS No.	혼합물 중 함량(%)		
		영문명		급성 유해성	만성 유해성	생태 유해성
97-1-90	1	Inorganic cyanides(excluding ferric ferrocyanide(14038-43-8), ferrocyanide salts, ferricynide salts), with the	-	1	-	25

5) 2026년 9월 기준 지정 고시된 고유 번호는 2026-1-1354까지이지만 이 중 21종(종전 삭제 2종 포함)은 삭제되어 총 1,333종임

		exception of those specified elsewhere in this notice.				
	2	Silver cyanide	506-64-9	1	-	2.5
		Copper cyanide	544-92-3			
	3	Sodium cyanide	143-33-9	1	10	25
		Potassium cyanide	151-50-8			
97-1-91	1	Inorganic zinc salts(excluding zinc carbonate(3486-35-9), zinc fulminate), with the exception of those specified elsewhere in this notice.	-	-	-	25
	2	Zinc borate	1332-07-6, 12767-90-7	-	0.3	25
	3	Zinc chloride	7646-85-7	25	-	25

3. 허가물질, 제한물질 및 금지물질과 혼합물

“허가물질”이란 위해성(危害性)이 있다고 우려되는 화학물질로서 기후에너지환경부장관의 허가를 받아 제조, 수입, 사용하도록 관계 중앙행정기관의 장과의 협의와 화평법 제7조에 따른 화학물질평가위원회의 심의를 거쳐 고시한 것을 말한다(화평법 제2조 제7호). 2026년 현재 허가물질로 지정된 물질은 없다.

“제한물질”이란 특정 용도로 사용되는 경우 위해성이 크다고 인정되는 화학물질로서 그 용도로의 제조, 수입, 판매, 보관 · 저장, 운반 또는 사용을 금지하기 위하여 기후에너지환경부장관이 관계 중앙행정기관의 장과의 협의와 화평법 제7조에 따른 화학물질평가위원회의 심의를 거쳐 고시한 것을 말한다(화평법 제2조 제8호). 현재 기준(기후에너지환경부고시 제2025-28호,「제한물질·금지물질 지정」) 모두 15종(고유번호 기준)이 고시되어 있고, 혼합물 함량기준은 0.009, 0.1, 1%이며, 인체등유해성물질과 중복되는 물질의 경우 보통 인체등유해성물질에 대한 함량과 다르다.

“금지물질”이란 위해성이 크다고 인정되는 화학물질로서 모든 용도로의 제조, 수입, 판매, 보관 · 저장, 운반 또는 사용을 금지하기 위하여 기후에너지환경부장관이 관계 중앙행정기관의 장과의 협의와 화평법 제7조에 따른 화학물질평가위원회의 심의를 거쳐 고시한 것을 말한다(화평법 제2조 제9호). 현재 기준(기후에너지환경부고시 제2025-28호,「제한물질·금지물질 지정」) 모두 60종이 지정되어 있으며, 혼합물 함량 기준은 대부분 0.1 또는 1%이며, 기타 0.005, 1.5, 6, 25, 50% 등의 함량도 있다. 특히 금지물질인 1,2-Dibromoethane(06-4-55)은 혼합물 함량기준이 50%이지만, 인체등유해성물질(97-1-418) 지정 고시에서의 함량 기준은 25%(인체급성유해성), 0.1%(인체만성유해성)이다. 따라서 이 물질의 경우 혼합물 중 함량이 0.1% 미만이면 관리 대상이 아니지만, 0.1~25%이면 인체급성유해성물질, 25~50%이면 인체급성 및 인체만성유해성 물질, 50% 이상이면 인체급성 및 인체만성유해성물질이면서 금지물질이 된다.

이와 같이 제한물질이나 금지물질도 인체등유해성물질과 같이 해당 물질을 함유하는 혼합물을 규제 대상으로 하기 때문에 혼합물 중 함량을 확인하는 것이 중요하다. 많은 산업체에서 자신의 제품은 제한물질 등 규제 물질을 함유하고 있으나 함량이 지정 함량 미만이라서 규제 대상이 아니라고 판단하는 경우가 있는데 이 경우 확실한 근거를 확보하는 것이 중요하다. 특히 그 함량 기준이 인체등유해성물질에 대한 함량 기준보다 낮은 경우는 유의하여야 한다.

4. 중점관리물질과 혼합물

“중점관리물질”이란 화평법 시행령 제3조의 2 별표의 제1호 내지 제4호의 기준에 해당되는 물질로 기후에너지환경부 장관이 고시한 물질을 말한다. 중점관리물질은 2026년 현재(기후에너지환경부 고시 제2025-125호, 「중점관리물질의 지정」) 699개 물질(고유번호 기준)이 고시되어 있으며, 물질별로 CMR 물질, PBT(Persistent, Bioaccumulative and Toxic, 잔류성·생물농축성·독성) 물질, vPvB(very Persistent, very Bioaccumulative, 高잔류성·高생물농축성) 물질, STOT(Specific Target Organ Toxicity, 특정표적장기독성) 물질, EDCs(Endocrine Disrupting Chemicals, 내분비계 장애물질) 등의 지정 근거가 함께 기술되어 있다.

중점관리물질이 들어있는 제품[6]을 생산하거나 수입하는 자는 해당 제품에 들어있는 중점관리물질의 함량이 0.1%를 초과하고, 전체 제품에 들어 있는 총량이 1톤을 초과하는 경우 그 명칭, 함량 및 유해성정보, 노출정보, 제품에 들어있는 중점관리물질의 용도에 대하여 생산 또는 수입 전에 기후에너지환경부장관에게 신고하여야 한다.

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

5. 사고대비물질과 혼합물

“사고대비물질”이란 화학물질 중에서 급성독성(急性毒性)·폭발성 등이 강하여 화학사고의 발생 가능성이 높거나 화학사고가 발생하면 그 피해 규모가 클 것으로 우려되는 화학물질로서 화학사고

6) 중점관리물질 신고와 관련된 제품은 소비자 기본법에 따른 소비자가 사용하는 물품 또는 부속품으로 정의상으로는 완제품(article)을 포함한다. 물론 화평법 제32조제2항에 따라 많은 완제품은 제외될 수 있다.

대비가 필요하다고 인정하여 화관법 제39조에 따라 화학물질안전원장이 지정 · 고시한 화학물질을 말한다(화관법 제2조 제6호).

화관법 제2조제6호에 따른 사고대비물질은 현재 기준(화학물질안전원 고시 제2026-2호, 「사고대비물질의 지정」) 100종이 지정되어 있다. 사고대비물질 또한 해당 물질을 함유하는 혼합물을 규제 대상으로 하고 있으며 혼합물의 함량 기준은 0.1, 1, 5, 10, 25, 33, 35, 85 및 98% 등으로 다양하다.

사고대비물질이면서 인체등유해성물질 등 다른 관리 대상 화학물질에 해당하면 그 함량 기준과 규제 내용을 반드시 확인하여야 한다.

Ⅲ. 혼합물 중 관리 대상 화학물질 함량 확인

1. 필요성

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

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

그러나 다음과 같은 경우는 복잡하고, 불안할 수 있다.

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

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

셋째, 인체등유해성물질의 경우 유해 특성별로 함량이 달리 규정될 수 있는데, 실제로 특성별 함량이 다른 경우다. 특히 유해 특성별 함량 범위가 클 경우 더 상세한 함량 정보를 확인할 필요가 있으며(예, 인체급성 1%, 생태 2.5%라면 함량이 1~2.5%인지, 2.5%를 초과하는지 정보 필요), 함량이 범위인 경우, 불확실한 경우는 사실상 유해 특성별 함량과 정확한 비교가 어려울 수도 있다. 이러한 판단을 하는 경우로 정확한 함량 정보를 확보할 수 없다면 분석이 필요할 것이다.

1991년 「유해화학물질관리법」 시행 전부터 존재하던 (구)유독물질에 대하여 함량을 확인하는 공식적인 분석법은 매우 제한적으로 활용되었다(과거 살서제 등 특정 제제, 「유해화학물질 공정시험기준」(국립환경과학원고시 제2019-39호)이 규정된 물질). 그러나 특히 GHS 도입 이후 함량이 다양하게 부여되고, CMR 물질에 대하여 0.1~0.3%의 낮은 함량 기준이 규정됨에 따라 혼합물의 관리 대상, 특히 (구)유독물질 여부를 판단하는 것이 매우 중요하게 되었다. 또한 일부 제한물질의 경우 매우 낮은 함량(0.009%)으로 지정되어 있음에도 이를 확인할 수 있는 공식적인 시험방법이 규정된 것이 없는 실정이다.

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

2. 함량 확인 방법

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

1) 성분명세서

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

표 2. 화관법 제9조 화학물질확인 규정

제9조(화학물질확인) ① 화학물질을 제조하거나 수입하려는 자(수입을 수입 대행자에게 위탁한 경우에는 그 위탁한 자를 말한다. 이하 같다)는 기후에너지환경부령으로 정하는 바에 따라 해당 화학물질이나 그 성분이 다음 각 호의 어느 하나에 해당하는지를 확인(이하 “화학물질확인”이라 한다)하고, 그 내용을 기후에너지환경부장관에게 제출하여야 한다. 1. 「화학물질의 등록 및 평가 등에 관한 법률」 제2조제3호에 따른 기존화학물질 2. 「화학물질의 등록 및 평가 등에 관한 법률」 제2조제4호에 따른 신규화학물질

3. 인체급성유해성 물질
3의2. 인체만성유해성물질
3의3. 생태유해성물질
4. 허가물질
5. 제한물질
6. 금지물질
7. 사고대비물질
② 제1항에도 불구하고 특정한 고체 형태로 일정한 기능을 발휘하는 제품에 들어있어 그 사용 과정에서 유출되지 아니하는 등 기후에너지환경부장관이 정하여 고시하는 기준에 해당하는 경우에는 그러하지 아니하다. <개정 2020. 5. 26.>
③ 제1항에 따라 화학물질을 제조하거나 수입하려는 자는 화학물질확인을 위하여 필요하다고 인정하면 기후에너지환경부령으로 정하는 자료를 첨부하여 기후에너지환경부장관에게 해당 화학물질이나 그 성분이 제1항 각 호의 어느 하나에 해당하는지에 관한 증명을 신청할 수 있다.

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

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

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

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

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

참고로 「산업안전보건법」에 의한 화학물질안전보건자료에도 함량이 제시되어 있으나, 모든 성분과 함량이 100%까지 기재된 경우 등을 제외하고는 화관법 제9조의 화학물질확인을 위한 증빙자료로 인정되지 않는다.

2) 기타 현장 확인 또는 통계조사자료 등

제품 중 함량을 추정하거나 확인할 수 있는 관련 정보로는 생산(혼합 공정도), 원료 배합 비율, 원료 구매 내역, 화관법 제10조에 따른 통계조사 결과 등을 예로 들 수 있다. 개별 정보로는 입증이 불분명할

수 있으나 서로 정보를 연계하면 일정 부분 함량을 설명할 수 있다. 특히 특정 성분의 부재, 충분히 많은 특정 성분의 존재와 함량을 규제 이행에 충분한 정보를 확보할 수도 있다.

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

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

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

3) 직접 분석

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

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

3. 함량분석 방법

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

1) 국내 분석 방법 활용

① 농약

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

식품의약품안전처 고시 제2026-55호(「식품의 기준 및 규격」) 제8 일반시험법의 7호에는 잔류농약 분석법이, 8호에는 잔류동물의약품 분석법이 그리고 9호에는 식품 중 유해물질 분석법을 상세하게 규정하고 있다. 아울러 식품의약품안전평가원은 “식품공전 잔류농약 분석법 실무 해설서(6판, 2023)” 를 식품 중 잔류하는 농약 분석에 활용하도록 발간하였다. 극미량의 농약을 분석하는 방법으로 제품 중 농약 분석과 다를 수 있으나 분석 대상 농약의 특성 정보, 추출 및 정제 정보 등을 포함하고 있어 분석에 필요한 정보에 접근할 수 있다.

② 화장품

식품의약품안전처는 “화장품 중 배합금지성분 분석법 가이드라인(2024)” , “화장품 시험법 (2016)” , “화장품 중 배합 한도 성분 분석법 가이드라인(2017)” 등을 발간하였다. 이러한 분석법은 주기적으로 갱신되며 새로운 성분이 추가되고 있다. 여기에 포함된 성분 중 Cetrimonium chloride & bromide(2000-1-509), Triclosan(2009-1-599)과 같은 물질은 인체등유해성물질로 해당 정보를 분석에 활용할 수 있을 것이다.

식품의약품안전처 고시 제2026-19호(「화장품 안전기준 등에 관한 규정」)에 따른 유통화장품 안전관리 시험방법(별표4), 식품의약품안전처 고시 제2025-89호(「기능성화장품 기준 및 시험방법」)에 규정된 일반시험법(별표 10) 등에도 법적으로 유효한 시험법을 제공하고 있어 관심 관리 대상 물질이 여기에 포함된 경우는 이를 활용할 수 있다.

③ 생활화학제품

많은 관리 대상 화학물질은 「생활화학제품 및 살생물제의 안전관리에 관한 법률」의 「안전확인대상 생활화학제품 지정 및 안전·표시기준」(기후에너지환경부 고시 제2026-215호)에 포함되어 있다. 함유 금지물질에 해당하는 납(97-1-7), 비소(97-1-119), 카드뮴(97-1-250), 수은(97-1-140), 6가크롬(06-5-10), Formaldehyde(97-1-345), Glutaraldehyde(97-1-5), 수많은 휘발성 유기화합물은 인체등유해물질, 제한물질 등에 해당된다. 이러한 많은 관리 대상 화학물질은 다음에 규정된 표준 시험절차에 따라 함량을 분석할 수 있다.

화학물질안전원고시 제2025-6호(「안전확인대상생활화학제품 시험·검사 기준 및 방법 등에 관한 규정」)에는 함유될 수 없는 화학물질 확인을 위한 표준시험절차(별표의 제4장), 함유된 함량제한물질 및 방출량 제한물질 확인을 위한 표준시험절차(별표의 제5장의 1), 함유된 사용물질 및 사용가능 주성분 확인을 위한 표준시험절차에 물질별로 상세한 분석방법이 기술되어 있다. 다만 관리 대상 화학물질에 비해 그 분석농도가 낮아, 함량이 높은 물질을 분석하는 경우 많은 주의가 요구된다.

④ 기타

식품의약품안전처고시 제2026-50호(「식품첨가물의 기준 및 규격」)에는 식품 첨가제, 특히 살균제, 일반 중금속 및 합성 향료 중에는 관리 대상 화학물질이 다수 포함되어 있다. 예를 들어 과산화수소(97-1-2), 붕산나트륨(2020-1-998) 등 무기물과, 4급 암모늄화합물(97-1-200 등), PHMB(97-1-467) 및 Troclosene 나트륨(2014-1-688) 등 유기화합물에 대한 분석법이 해당 고시에 규정되어 있다.

식품의약품안전처의 “식품용 기구 및 용기·포장 공전(2024)” 에는 기구 및 용기·포장의 시험법을 상세하게 제시하고 있다. 특히 항목별 시험법에는 시료 중 잔류하는 납(97-1-7), 카드뮴(97-1-250), 수은(97-1-140), 6가 크롬(06-5-10), 비소(97-1-119) 등에 무기물에 대한 시험법, Toluene(97-1-298), Vinyl chloride(2001-1-519), phthalates(2006-1-556, 2006-1-557 등), phenol(97-1-332) 등 유기화합물에 대한 시험법도 기술되어 있다.

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

의약품이나 의약외품의 경우 개별 물질에 대한 분석방법을 제시하기보다 시험방법 밸리데이션 가이드라인(예, 의약품 등 시험방법 밸리데이션 가이드라인 해설서, 2015)을 정확하게 제시하여 업체가 이를 준수하여 의약품을 분석하게 하고 있다. 다만 의약외품에 함유된 일부 유해물질에 대한 분석방법을 "전자식 금연보조제 액상 중 유해물질 분석법(2016)" 을 발간하였으며, 여기에 포함된 관리 대상 물질로는 Formaldehyde(97-1-345), Acetaldehyde (2020-1-96), Acrolein(97-1-168), Crotonaldehyde(97-1-270), Nicotine(97-1-11, 2017-1-795) 등이 포함되어 있다(이 부분은 2020년 액상형 전자담배 중 니코틴 성분 분석법 개발 연구보고서를 추가 발간). 다만 정량한계가 매우 낮아 직접 활용하는 경우 주의가 필요하다.

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

2) 국외 분석 방법 활용

미국, 유럽 및 국제기구나 위원회 등에서는 매체별, 분야별 다양한 분석 방법을 제공하고 있다.

미국 EPA의 경우 EPA 500 series(음용수 중 유기화합물 분석, 휘발성 유기화합물, 농약, 합성 유기화합물 포함, Method 508A는 PCBs 및 염소계 살충제 분석 방법), EPA600 series(폐수 등 폐기물 중 유기오염물질 분석, 수질청정법), EPA 8000 series(지하수 중 유기오염물질 분석, 수질청정법 관련), EPA 8021B(폐수, 토양, 고체폐기물 등에서 휘발성 유기오염물질 분석) 등이 그 예다. EPA는 또한 별도로 특정 매체에 대한 유기·무기 물질 분석법을 별도로 발간하고 있으며, 그 예로 음용수(EPA/7600/R-92/129(1992), 대기(EPA/625/R-96/010b(1999), 증보판(2000.4) 등을 들 수 있다.

ASTM[7](American Society for Testing and Materials, 미국재료시험학회)에서도 유·무기 화합물에 대한 다양한 시험법을 제공하고 있는데, 예를 들어 ASTM D5317(물에서 염소화 유기산 화합물을 GC/ECD로 분석하는 표준시험 방법), ASTM E350(철강류 금속의 화학분석을 위한 표준시험 방법), ASTM E168/E169(적외선 분광법 및 UV-VIS을 활용한 화합물의 정량분석 방법에 관한 일반 지침)를 들 수 있다.

EU의 경우 개별 물질에 대한 분석법 자체보다는, 분석법의 개발・활용 절차와 밸리데이션 원칙을 주로 규정하고 있다. 다만 유럽표준위원회(CEN, European Committee for Standardization)는 일부 분석법이나 시료 전처리 ・추출 방법을 제정하고 있으며, 예를 들어 EN 71-3(장난감 안정성 규격, 장난감에서 특정 중금속 등 원소의 용출시험이 있다. 또한 ISO(International Organization for

7) ASTM법으로 불리지만 공식 이름은 2001년 ASTM International로 변경됨

Standardization, 국제표준화기구)와 공동으로 표준을 제정하는 경우도 많으며, 그 예로 EN ISO 17294-2(유도결합플라즈마 질량분석법(ICP-MS)을 이용한 수질 중 특정 원소 분석 방법)을 들 수 있다.

이 밖에도 AOAC[8](Association of Official Agricultural Chemist, 공정농업화학자협의회)는 물질 공정분석법(Official Methods of Analysis, OMA)을 여러 장으로 구분하여 제공하고 있으며, 여기에는 유해물질(예: 8장), 잔류농약 및 화학물질(예; 10장) 등도 포함되어 널리 활용되고 있다. 또한 IEC 62321(전기전자제품 중 특정 유해물질의 시험방법 표준)에는 납(97-1-7), 수은(97-1-140), PBBs(99-1-502) 등 6개 규제물질의 분석 방법을 제시하고 있으며, 우리나라도 이를 준용하고 있다(예 : KS C IEC 62321-4는 전기전자제품 중 수은 분석법에 해당).

3) 화평법에 따른 분석 방법 활용

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

현재까지 5차년에 걸쳐 시험방법 마련을 위한 연구가 진행되었고, 검토가 완료된 443종이 우선 안내서와 해설서에 포함(2024년 162종, 2025년 126종, 2026년 155종)되어 아직은 활용이 제한적이다. 443종 이외에 진행된 물질도 검토하여 안내서와 해설서로 발간할 예정으로 유통량이 비교적 많은 관리 대상물질의 혼합물은 분석이 가능할 것이다.

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

8) 이렇게 불리지만 실제로는 1991년에 AOAC International로 명칭이 변경됨

Ⅳ. 함량 확인 결과의 활용

1. 대표시료 확보

시료의 채취 및 보존은 「안전확인대상생활화학제품 시험·검사 기준 및 방법 등에 관한 규정」(화학물질안전원고시 제2025-6호)의 별표 '안전확인대상생활화학제품 안전기준 확인을 위한 표준시험절차'의 제3장에 따른다. 즉 채취 도구는 시료의 채취는 전체의 시료 성질을 대표할 수 있도록 균질하게 잘 흔들어 혼합하거나 이것이 불가능한 경우 서로 다른 곳에서 채취하여 혼합하는 것을 원칙으로 한다. 깨끗한 유리병 또는 시료와 반응하지 않는 적절한 용기에 약 100g의 시료를 넣고 각각 밀봉한 다음 내용 품명, 수량, 채취일시와 장소, 채취자 성명을 기입하고 봉인한다. 시료는 최소 3병 이상을 채취한다. 휘발성 시료의 경우 용기 상단에 공기가 없도록 시료 병에 시료를 가득 채워 담고 유리 또는 테프론 재질의 마개로 밀봉한다. 채취한 시료는 직사광, 습기, 열 등을 피하면서 실험실로 운반하여 0℃ ~ 4℃의 냉장고에 보관하고 되도록 빨리 시험에 착수해야 한다.

검체 용기를 개봉하기 전에 그 포장상태, 봉인, 외관, 표기 사항, 중량 등을 조사 기록한다. 시료 중 1/2 이상은 남겨두어 보관하고 나머지 1/2를 분석에 사용한다. 시료를 다룰 때는 시료가 신체 부위에 직접 접촉되지 않도록 주의하고 환기 시설이 갖추어진 곳에서 시험한다.

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

2. 최소 반복 수 등

신뢰성 있는 분석 결과를 얻기 위한 최소한의 실험 반복 수는 '살생물제품 승인을 위한 제출자료 작성 안내서(화학물질안전원, 2024)' 등을 활용하여 결정한다. 동 안내서에 의하면 시료 분석은 같은 시료에서 별도로 채취된 3개의 시료에 대해 실시하며, 물질별 평균적인 함량(평균값 ± 3×표준편차)을 최대 및 최소 함량과 함께 % w/w로 분석 결과를 작성한다. 다만, 반복시험의 결과값이 상대표준편차 30% 초과시 2회 추가 반복시험(총 5 회)을 추가로 진행하여 최소 값과 최대 값을 제외한 나머지 시험결과를 토대로 평균적인 함량(평균값 ± 3×표준편차) 결과를 처리한다.

살생물제품을 예로 드는 경우 생산 원용액(technical concentrate) 형태로 제조되는 경우, 건조중량 규격을 제시하여야 한다. 분석 결과와 함께, 정도관리 결과, 시료 정보(배치 별 제조일자

및 배치 크기 등)에 대한 내용을 시험보고서에 제시하여야 한다. 살생물제품 내 살생물물질의 성분분석 시, 시료 채취 및 분석 오차 등으로 인해 배치 별 시료 분석 시 편차가 발생할 수 있으므로, 살생물제품의 함량 수준에 따른 허용오차범위 설정이 필요하다. 그 외 물질의 경우 화학물질안전원장의 검토 결과 확인이 필요한 경우 추가 자료 및 살생물제품과 함유된 살생물물질 시료를 요구할 수 있다.

분석 결과의 신뢰성 확보를 위해 국제적으로 인정한 기관(예: ISO/IEC 17025)과 같이 분석 능력을 검증할 수 있는 수준의 시험 기관에서 수행하는 것이 원칙이다. 또한 승인 기관에서 분석 결과의 확인이 필요하므로 분석시료의 제출 또는 모든 분석 관련 자료(원자료 포함)의 제출이 요구될 수 있으므로 관련 자료 등을 일정 기간 보관하여야 한다. 향후 화평법에 의한 시험법이 법제화되는 경우 상세한 내용을 규정할 것이다.

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

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

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

3. 분석 결과의 기술 방식 (유효숫자 처리)

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

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

최대 및 최소 함량의 자릿수는 평균값과 동일하게 지정기준 자릿수(n+1)까지 기술한다.

예시. 평균값 및 표준편차, 최대, 최소 함량 기술 방법

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

(평균값) 3회 분석결과의 평균값은 지정기준 자릿수(n+1)까지 0.09 %로 나타낸다
(표준편차) 3회 분석결과의 표준편차는 지정기준 자릿수(n+2)까지 0.004 %로 나타낸다.
(최대 및 최소 함량) 다음과 같은 방법으로 지정기준 자릿수(n+1)까지 나타낸다.

- 최대함량 : $x+3s=0.09+3\times0.004=0.09+0.012=0.10\%$
- 최소함량 : $x-3s=0.09-3\times0.004=0.09-0.012=0.08$ %

4. 분석 결과의 해석

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

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

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

Ⅴ. 관리 대상 화학물질 목록

1. 인체등유해성물질

고유번호 (소번호)	화학물질 명칭(영문)	CAS No	분석법	권(호)	페이지
97-1-1	과산화나트륨 (Sodium peroxide)	1313-60-6	ICP-OES	1(1)	15
97-1-2	과산화수소 (Hydrogen peroxide)	7722-84-1	Titration	1(1)	23
97-1-3	과산화 우레아(Urea peroxide)	124-43-6	Titration	1(1)	30
97-1-7	나트륨(Sodium)	7440-23-5	ICP-OES	1(1)	36
97-1-9 (1)	납 티오시아네이트 (Lead dithiocyanate)	592-87-0	ICP-OES	1(1)	45
	황화 납 (Lead sulfide)	1314-87-0	ICP-OES	1(1)	53
	염화 납 (Lead dichloride)	7758-95-4	IC/ICP-OES	1(1)	61
	플루오르화납(Lead difluoride)	7783-46-2	ICP-OES	1(1)	78
	요오드화납(Lead diiodide (PbI2))	10101-63-0	ICP-OES	1(1)	86
	납몰리브드산염(Lead molybdate (PbMoO4))	10190-55-3	ICP-OES	1(1)	94
	티탄산납(Lead titanium trioxide)	12060-00-3	ICP-OES	1(1)	102
	납티타늄지르코늄산화물(Lead titanium zirconium oxide)	12626-81-2	ICP-OES	1(1)	110
	메탄술폰산,납(II)염(Lead methane sulfonate)	17570-76-2	ICP-OES	1(1)	118
97-1-9 (3)	아세트산 납; 초산납(Lead acetate)	301-04-2	IC/ICP-OES	1(1)	126
	아세트산 납; 초산납(Lead acetate)	1335-32-6	IC/ICP-OES	1(1)	143
	초산납 3수화물 (Lead diacetate trihydrate; Lead acetate trihydrate)	6080-56-4	IC/ICP-OES	1(1)	160
97-1-15	다이아펜티유론 (Diafenthiuron)	80060-09-9	HPLC	1(1)	177

97-1-21	디-n-부틸아민(Di-n-butylamine)	111-92-2	GC	1(1)	184
97-1-24	디노셉 (Dinoseb)	88-85-7	GC	1(1)	191
97-1-52	디티아논 (Dithianone)	3347-22-6	HPLC	1(1)	198
97-1-53	디티오피르 (Dithiopyr)	97886-45-8	GC	1(1)	204
97-1-56	디페노코나졸 (Difenoconazole)	119446-68-3	GC	1(1)	211
97-1-65	말로노니트릴(Malononitrile)	109-77-3	GC	1(1)	218
97-1-68	메르캅토아세트산(Mercaptoacetic acid)	68-11-1	HPLC	1(1)	225
97-1-73	메타아크릴로니트릴(Methacrylonitrile)	126-98-7	GC	1(1)	231
97-1-74	메타알데히드 (Metaldehyde)	108-62-3	GC	1(1)	238
97-1-80	메틸알코올 (Methyl alcohol)	67-56-1	GC	1(1)	245
97-1-82	클로로아세트산 메틸(Methyl chloroacetate)	96-34-4	GC	1(1)	252
97-1-89	몰리네이트 (Molinate)	2212-67-1	GC	1(1)	259
97-1-91 (1)	아연 황산염 1 수화물 (Sulfuric acid, zinc salt (1:1), monohydrate)	7446-19-7	IC/ICP-OES	1(1)	267
	브롬화아연 (Zinc bromide)	7699-45-8	IC/ICP-OES	1(1)	284
	황산아연 (Zinc sulfate)	7733-02-0	IC/ICP-OES	1(1)	301
	인산아연 (Trizinc bis(orthophosphate))	7779-90-0	IC/ICP-OES	1(1)	318
	플루오린화 아연 (Zinc fluoride)	7783-49-5	IC/ICP-OES	1(1)	335
	요오드화 아연 (Zinc iodide)	10139-47-6	ICP-OES	1(1)	352
	질산 아연 6 수화물 (Nitric acid, zinc salt, hexahydrate)	10196-18-6	IC/ICP-OES	1(1)	360
97-1-91 (3)	염화아연 (Zinc chloride)	7646-85-7	IC/ICP-OES	1(1)	377
97-1-92 (1)	탄산은 (Silver carbonate)	534-16-7	ICP-OES	1(1)	395
	은 과클로르산 (silver	7783-93-9	IC/ICP-OES	1(1)	403

	perchlorate)				
	요오드화 은 (Silver iodide)	7783-96-2	ICP-OES	1(1)	420
	인산은 (Trisilver orthophosphate)	7784-09-0	IC/ICP-OES	1(1)	428
	은 헥사플루오로인산염 (Silver(I) hexafluorophosphate)	26042-63-7	ICP-OES	1(1)	445
97-1-92 (2)	질산은 (Silver nitrate)	7761-88-8	IC/ICP-OES	1(1)	453
	황산은(silver sulfate)	10294-26-5	IC/ICP-OES	1(1)	470
97-1-93	황산제일주석(Tin sulfate)	7488-55-3	IC/ICP-OES	1(1)	488
	염화제이주석(Tin tetrachloride)	7646-78-8	ICP-OES	1(1)	505
	염화제일주석(Tin dichloride)	7772-99-8	IC/ICP-OES	1(1)	513
	주석(II)플루오르화물(Tin difluoride)	7783-47-3	ICP-OES	1(1)	530
97-1-99	벤젠 (Benzene)	71-43-2	GC-FID	1(1)	538
97-1-104	벤플루랄린 (Benfluralin)	1861-40-1	GC-FID	1(1)	545
97-1-120	비스(2-에틸헥실)아민 (Bis(2-ethylhexyl)amine)	106-20-7	GC-FID	1(1)	551
97-1-125	사산화오스뮴 (Osmium tetroxide)	20816-12-0	ICP-OES	1(1)	558
97-1-132	삼염화인 (Phosphorus trichloride)	7719-12-2	IC/ICP-OES	1(1)	566
97-1-145	시안아미드 (Cyanamide)	420-04-2	GC-FID	1(1)	583
97-1-148	시클로헥실아민(Cyclohexylamine)	108-91-8	GC-FID	1(1)	589
97-1-150	싸이프로디닐(Cyprodinil)	121552-61-2	HPLC-UV	1(1)	595
97-1-154	싸이헥사틴(Cyhexatin)	13121-70-5	HPLC-UV	1(1)	601
97-1-156	아닐린(Aniline)	62-53-3	GC-FID	1(1)	607
97-1-163	아염소산나트륨(Sodium chlorite)	7758-19-2	IC/ICP-OES	1(1)	614

97-1-167 (1)	아질산나트륨 (Sodium nitrite)	7632-00-0	IC/ICP-OES	1(1)	632
	아질산칼륨 (Potassium nitrite)	7758-09-0	IC/ICP-OES	1(1)	649
97-1-167 (2)	아질산은(Silver nitrite)	7783-99-5	IC/ICP-OES	1(1)	666
	아질산칼슘 (Calcium nitrite)	13780-06-8	IC/ICP-OES	1(1)	683
97-1-169	아크린아트린 (Acrinathrin)	101007-06-1	HPLC-UV	1(1)	700
97-1-182	알릴 알코올(Allyl alcohol; Prop-2-en-1-ol)	107-18-6	GC-FID	1(1)	706
97-1-183	N,N-다이에틸아닐린 (N,N-Diethylbenzenamine)	91-66-7	GC-FID	1(1)	714
	N-에틸아닐린 (N-Ethylaniline)	103-69-5	GC-FID	1(1)	721
	N,N-다이메틸아닐린 (N,N-Dimethylaniline)	121-69-7	GC-FID	1(1)	728
97-1-184	암모니아(Ammonia)	7664-41-7	IC	1(1)	735
97-1-185	에디펜포스 (Edifenphos)	17109-49-8	GC-FID	1(1)	744
97-1-188	에이시티피(ACTP)	79456-26-1	GC-FID	1(1)	750
97-1-189	에토프로포스 (Ethoprophos)	13194-48-4	GC-FID	1(1)	757
97-1-205	염화에틸 (Ethyl chloride)	75-00-3	GC-FID	1(2)	763
97-1-210	오마딘 (Omadine)	1121-31-9	HPLC-UV/ DAD	1(2)	769
97-1-212	오산화인 (Phosphorus pentoxide)	1314-56-3	IC/ICP-OES	1(2)	776
97-1-213	오염화인 (Phosphorus pentachloride)	10026-13-8	IC/ICP-OES	1(2)	793
97-1-218	옥시염화 인(Phosphorus oxychloride)	10025-87-3	IC/ICP-OES	1(2)	810
97-1-223	이미벤코나졸 (Imibenconazole)	86598-92-7	LC-MS/MS	1(2)	827
97-1-227	이소부틸아민(Isobutylamine)	78-81-9	GC-FID	1(2)	833
97-1-231	이소플루오르페이트	55-91-4	GC-FID	1(2)	839

	(Isofluorphate)				
97-1-236	이프로벤포스 (Iprobenfos)	26087-47-8	GC-FID	1(2)	845
97-1-238	이피엔 (EPN)	2104-64-5	EPN, GC-FID	1(2)	851
97-1-243	제타 싸이퍼메트린 (Zeta cypermethrin)	52315-07-8	GC-FID	1(2)	857
97-1-244	지람 (Ziram)	137-30-4	HPLC	1(2)	863
97-1-247	치노메티오나트 (Chinomethionat)	2439-01-2	GC-FID	1(2)	869
97-1-252	카바릴 (Carbaryl)	63-25-2	LC-MS/MS	1(2)	875
97-1-255	카보푸란 (Carbofuran)	1563-66-2	GC-FID	1(2)	881
97-1-268	크레졸(Cresol)	95-48-7	GC-FID	1(2)	888
	크레졸(Cresol)	106-44-5	GC-FID	1(2)	895
	m-크레졸 (m-Cresol)	108-39-4	GC-FID	1(2)	902
	크레졸 (Cresol)	1319-77-3	GC-FID	1(2)	909
97-1-270	크로톤알데히드; 2-부텐알(Crotonaldehyde; 2-butenal)	123-73-9	HPLC	1(2)	916
97-1-293	테닐클로르 (Thenylchlor)	96491-05-3	LC-MS	1(2)	923
97-1-295	테브펜피라드 (Tebufenpyrad)	119168-77-3	GC-FID	1(2)	929
97-1-308	트리클로로아세트산(Trichloroacetic acid)	76-03-9	HPLC	1(2)	935
97-1-311	트라이페닐포스핀 (Triphenylphosphine)	603-35-0	GC-FID	1(2)	941
97-1-330	페노티오캅 (Fenothiocarb)	62850-32-2	GC-FID	1(2)	947
97-1-331	페녹사프롭-피(Fenoxaprop-p)	71283-80-2	LC-MS	1(2)	953
97-1-332	페놀 (Phenol)	108-95-2	GC-FID	1(2)	959
97-1-333	페니트로티온 (Fenitrothion)	122-14-5	GC-FID	1(2)	965
97-1-334 (1)	1,2-페닐렌디아민(1,2-Benzenediamine)	95-54-5	GC-FID	1(2)	972
	1,3-페닐렌디아민(1,3-Benzenediamine)	108-45-2	GC-FID	1(2)	978

97-1-334 (2)	1,4-페닐렌디아민(1,4-phenylenediamine)	106-50-3	GC-FID	1(2)	984
97-1-341	펜티온 (Fenthion)	55-38-9	GC-FID	1(2)	990
97-1-352	포스티아제이트 (Fosthiazate)	98886-44-3	GC-FID	1(2)	996
97-1-364	프로파퀴자포프 (Propaquizafop)	111479-05-1	GC-FID	1(2)	1002
97-1-371	플루디옥소닐(Fludioxonil)	131341-86-1	LC-MS	1(2)	1008
97-1-374	플루싸이트린에이트 (Flucythrinate)	70124-77-5	GC-FID	1(2)	1014
97-1-375	플루아지남 (Fluazinam)	79622-59-6	LC-MS	1(2)	1020
97-1-384	플루오르화 칼륨; 불화칼륨(Potassium fluoride)	7789-23-3	IC/ICP-OES	1(2)	1026
97-1-389	피리다벤 (Pyridaben)	96489-71-3	LC-MS	1(2)	1043
97-1-396	피프로닐 (Fipronil)	120068-37-3	HPLC	1(2)	1049
97-1-400	할펜프록스(Halfenprox)	111872-58-3	GC-FID	1(2)	1055
97-1-413	2,4-디(2,4-D)	94-75-7	HPLC	1(3)	1061
97-1-415	2,4-다이나이트로페놀 (2,4-Dinitrophenol)	51-28-5	GC-FID	1(3)	1067
97-1-433	2-메틸프로판니트릴(2-Methylpropanenitrile)	78-82-0	GC-FID	1(3)	1074
97-1-435	2-부틴-1,4-디올 (2-Butyne-1,4-diol)	110-65-6	GC-FID	1(3)	1081
97-1-438	2-브로모에탄올 (2-Bromoethanol)	540-51-2	GC-FID	1(3)	1088
97-1-440	4-브로모-2-(4-클로로페닐)-1-(에톡시메틸)-5-(트리플루오로메틸)피롤-3-카보니트릴(4-Bromo-2-(4-chlorophenyl)-1-(ethoxymethyl)-5-(trifluoromethyl)pyrrole-3-carbonitrile)	122453-73-0	HPLC	1(3)	1095
97-1-441	2-비닐피리딘(2-Vinylpyridine)	100-69-6	GC-FID	1(3)	1101
97-1-442	4-비닐피리딘(4-Vinylpyridine)	100-43-6	GC-FID	1(3)	1108
97-1-449	4-아미노피리딘 (4-Aminopyridine)	504-24-5	GC-FID	1(3)	1115
97-1-451	N,N,2-트라이메틸벤젠아민	609-72-3	GC-FID	1(3)	1123

(1)	(N,N,2-Trimethylbenzenamine)				
	N,N-다이에틸-P-톨루이딘 (N,N-Diethyl-4-methylbenzenamine)	613-48-9	GC-FID	1(3)	1129
	N-메틸P-톨루이딘 (N-Methyl-p-toluidine)	623-08-5	GC-FID	1(3)	1135
97-1-451 (2)	N,N-디메틸-p-톨루이딘(N,N-Dimethyl-p-toluidine)	99-97-8	GC-FID	1(3)	1141
97-1-454	2-클로로아닐린 (2-Chlorobenzeneamine)	95-51-2	GC-FID	1(3)	1147
97-1-456	4-(2-클로로에틸)몰포린 염산염(4-(2-Chloroethyl)morpholine hydrochloride)	3647-69-6	GC-FID	1(3)	1153
97-1-457	2-클로로피리딘 (2-Chloropyridine)	109-09-1	GC-FID	1(3)	1159
97-1-458	(E)-N-[(6-클로로-3-피리딜)메틸]-N-시아노-N-메틸아세트아미딘((E)-N-[(6-Chloro-3-pyridyl)methyl]-N-cyano-N-methylacetamidine)	135410-20-7	LC-MS	1(3)	1165
97-1-465	N-2-프로펜일-2-프로펜-1-아민; 디알릴아민(N-2-Propenyl-2-propen-1-amine; Diallyamine)	124-02-7	GC-FID	1(3)	1171
97-1-466	2-프로핀-1-올; 프로파길 알코올(2-Propyn-1-ol; Propargyl alcohol)	107-19-7	GC-FID	1(3)	1177
98-1-483	염화 2-클로로에틸디에틸암모늄(2-Chloroethyldiethylammonium chloride)	869-24-9	GC-FID	1(3)	1183
98-1-486	인독사카브 (Indoxacarb)	173584-44-6	HPLC	1(3)	1189
98-1-487	팜옥사돈 (Famoxadone)	131807-57-3	LC-MS	1(3)	1195
99-1-491	1-클로로-2-니트로벤젠(1-Chloro-2-nitrobenzene)	88-73-3	GC-FID	1(3)	1201
99-1-496	에스펜발러레이트 (Esfenvalerate)	66230-04-4	GC-FID	1(3)	1207
2001-1-5	2-메틸-2-프로페노일 클로라이드;	920-46-7	HPLC	1(3)	1213

22	염화 2-메틸-2-프로페노일(2-Methyl-2-propenoylchloride)				
2004-1-545	메탄술포닐클로라이드; 염화메탄술포닐(Methanesulfonyl chloride)	124-63-0	GC-FID	1(3)	1220
2020-1-998	Boron sodium oxide (B4Na2O7), pentahydrate	12179-04-3	ICP-OES	1(5)	1226
2024-1-1211 (섬유상에 한함)	실리콘 카바이드(Silicon carbide)	409-21-2	ICP-OES	1(7)	1234
2025-1-1245	옥타메틸사이클로테트라실록산(Octamethylcyclotetrasiloxane)	556-67-2	GC-FID	1(7)	1242
2025-1-1260	p-tert-부틸페놀(p-tert-Butylphenol)	98-54-4	GC-FID	1(7)	1249

2. 허가(후보)물질

고유번호	화학물질 명칭(영문)	CAS No	분석법	권(호)	페이지
97-1-99	벤젠 (Benzene)	71-43-2	GC-FID	2(1)	538

3. 제한물질

고유번호	화학물질 명칭(영문)	CAS No	분석법	권(호)	페이지
06-5-8	납 티오시아네이트 (Lead dithiocyanate)	592-87-0	ICP-OES	2(2)	45
	황화 납 (Lead sulfide)	1314-87-0	ICP-OES	2(2)	53
	염화 납 (Lead dichloride)	7758-95-4	IC/ICP-OES	2(2)	61
	플루오르화납(Lead difluoride)	7783-46-2	ICP-OES	2(2)	78
	요오드화납(Lead diiodide (PbI2))	10101-63-0	ICP-OES	2(2)	86
	납몰리브드산염(Lead molybdate (PbMoO4))	10190-55-3	ICP-OES	2(2)	94

	티탄산납(Lead titanium trioxide)	12060-00-3	ICP-OES	2(2)	102
	납티타늄지르코늄산화물(Lead titanium zirconium oxide)	12626-81-2	ICP-OES	2(2)	110
	아세트산 납; 초산납(Lead acetate)	301-04-2	IC/ICP-OES	2(2)	126
	아세트산 납; 초산납(Lead acetate)	1335-32-6	IC/ICP-OES	2(2)	143

4. 금지물질

고유번호	화학물질 명칭(영문)	CAS No	분석법	권(호)	페이지
06-4-17	아크린아트린 (Acrinathrin)	101007-06-1	HPLC-UV	2(3)	700
06-4-41	플루아지남 (Fluazinam)	79622-59-6	LC-MS	2(3)	1020

5. 중점관리물질

고유번호 (소번호)	화학물질 명칭(영문)	CAS No	분석법	권(호)	페이지
17	아닐린(Aniline)	62-53-3	GC-FID	2(4)	607
25	벤젠 (Benzene)	71-43-2	GC-FID	2(4)	538
27	염화에틸 (Ethyl chloride)	75-00-3	GC-FID	2(4)	763
42	N-메틸아세트아마이드 (N-methylacetamide)	79-16-3	GC-FID	2(4)	1256
54(1)	Hexahydro-1,3-isobenzofurandione	85-42-7	GC-FID	2(4)	1263
56	Hexachlorobutadiene, HCBD	87-68-3	GC-FID	2(4)	1270
58	디노셉 (Dinoseb)	88-85-7	GC	2(4)	191
124	아세트산 납; 초산납(Lead acetate)	301-04-2	IC/ICP-OES	2(4)	126
136	실리콘 카바이드(Silicon carbide)	409-21-2	ICP-OES	2(4)	1234
151	Trimellitic Anhydride	552-30-7	HPLC	2(4)	1277
157	납 티오시아네이트 (Lead dithiocyanate)	592-87-0	ICP-OES	2(4)	45
190	황화 납 (Lead sulfide)	1314-87-0	ICP-OES	2(4)	53

195(2)	Boron sodium oxide (B4Na2O7), pentahydrate	12179-04-3	ICP-OES	2(4)	1226
197	아세트산 납; 초산납(Lead acetate)	1335-32-6	IC/ICP-OES	2(4)	143
250	Cobalt metal with Tungsten carbid	7440-48-4 (Cobalt metal) & 12070-12-1 (Tungsten Carbide)	ICP-OES	2(4)	1284
260	염화 납 (Lead dichloride)	7758-95-4	IC/ICP-OES	2(4)	61
269	플루오르화납(Lead difluoride)	7783-46-2	ICP-OES	2(4)	78
300	옥시염화 인(Phosphorus oxychloride)	10025-87-3	IC/ICP-OES	2(4)	810
308	요오드화납(Lead diiodide (PbI2))	10101-63-0	ICP-OES	2(4)	86
319	납몰리브드산염(Lead molybdate (PbMoO4))	10190-55-3	ICP-OES	2(4)	94
370	티탄산납(Lead titanium trioxide)	12060-00-3	ICP-OES	2(4)	102
406	납티타늄지르코늄산화물(Lead titanium zirconium oxide)	12626-81-2	ICP-OES	2(4)	110
450	석영 (Quartz(SiO2))	14808-60-7	ICP-OES	2(4)	1292
477	메탄술폰산,납(II)염(Lead methane sulfonate)	17570-76-2	ICP-OES	2(4)	118
651	p-tert-부틸페놀(p-tert-Butylphenol)	98-54-4	GC-FID	2(4)	1249
663	Dodecamethylcyclohexasiloxane	540-97-6	GC-FID	2(4)	1300
664	Decamethylcyclopentasiloxane	541-02-6	GC-FID	2(4)	1307
665	옥타메틸사이클로테트라실록산(Octamethylcyclotetrasiloxane)	556-67-2	GC-FID	2(4)	1242
677	2-(2H-Benzotriazole-2-yl)-4,6-bis(1,1-dimethylpropyl)phenol	25973-55-1	GC-FID	2(4)	1314

6. 사고대비물질

고유번호 (소번호)	화학물질 명칭(영문)	CAS No	분석법	권(호)	페이지
4	메틸알코올 (Methyl alcohol)	67-56-1	GC	2(5)	245
5	벤젠 (Benzene)	71-43-2	GC-FID	2(5)	538

15	메틸에틸케톤(Methyl ethyl ketone)	78-93-3	GC-FID	2(5)	1321
26	알릴 알코올(Allyl alcohol; Prop-2-en-1-ol)	107-18-6	GC-FID	2(5)	706
27	m-크레졸 (m-Cresol)	108-39-4	GC-FID	2(5)	902
28	톨루엔 (Toluene)	108-88-3	GC-FID	2(5)	1328
29	페놀 (Phenol)	108-95-2	GC-FID	2(5)	959
32	아세트산에틸 (Ethyl acetate)	141-78-6	GC-FID	2(5)	1335
41	나트륨(Sodium)	7440-23-5	ICP-OES	2(5)	36
44	암모니아(Ammonia)	7664-41-7	IC	2(5)	735
	Ammonium hydroxide(암모니아수)	1336-21-6	IC	2(5)	735
47	삼염화인 (Phosphorus trichloride)	7719-12-2	IC/ICP-OES	2(5)	566
54	옥시염화 인(Phosphorus oxychloride)	10025-87-3	IC/ICP-OES	2(5)	810
61	과산화수소 (Hydrogen peroxide)	7722-84-1	Titration	2(5)	23

※ 표시된 페이지는 해설서 페이지를 말함

Ⅵ. 혼합물 중 관리 대상 화학물질 함량 분석법

1. 유도결합플라스마-원자발광분광법(ICP-OES)

1) 개요

1.1 목적

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

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

1.2 적용범위

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

1.3 대상물질

아비산나트륨 외 45종

1.4 간섭물질

1.4.1 물리적 간섭

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

1.4.2 이온화 간섭

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

1.4.3 화학적 간섭

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

1.4.4 분광 간섭

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

2) 분석기기 및 기구

2.1 유도결합플라스마-원자발광광도계

2.1.1 분광계

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

2.1.2 시료 주입 장치

2.1.2.1 분무기

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

2.1.2.2 아르곤 가스 공급장치

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

2.1.2.3 유량조절기

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

2.1.3 유도결합플라스마 발생기

2.1.3.1 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.

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

2.2 부피플라스크
50 mL 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.3 전자저울
소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.4 마이크로피펫
0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

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

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

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

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

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

3.1.5 과산화수소 (Hydrogen peroxide, H_2O_2, 30 %)

3.2 표준용액

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

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 마이크로파분해

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

4.1.1.2 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.

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

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

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

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

4.1.1.7 플루오르화수소산(HF)을 사용한 경우 냉각된 시료를 저밀도 폴리에틸렌(Low density polyethylene, LDPE) 또는 PFA 재질의 부피플라스크로 옮긴다.
[비고] 이 경우 시료주입장치를 손상시킬 수 있으므로 플루오르화수소산(HF)에 견딜 수 있는 재질의 시료주입장치를 사용하여야 한다.

4.2 검정곡선의 작성

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

4.3 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)
As	188.979	193.696
Na	589.592	330.327
Zn	206.200	213.857
Ga	417.206	294.364
Ca	317.933	315.887
Ag	328.068	338.289
Al	396.153	308.215
Au	267.595	242.795
B	249.677	249.772
Ba	233.527	455.403
Cd	228.802	214.440
Co	228.616	238.892
Cu	327.393	324.752
K	766.490	404.721
Mg	285.213	279.077
Ni	231.604	221.648
P	213.617	214.914
Pb	220.353	217.000
Pd	340.458	363.470
Sb	206.836	217.582
Se	196.026	203.985
Si	251.611	212.412
Sn	189.927	235.485
Sr	407.771	421.552
Ti	334.940	336.121
Tl	190.801	276.787
Os	228.226	225.585
W	207.912	224.876
Co	228.616	238.889

5) 결과 보고

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

<첨부> 유도결합플라스마-원자발광분광법 대상물질

고유번호	영문명	Cas no	분자량 (g/mol)	금속 이온	환산계수
97-1-1	Sodium peroxide	1313-60-6	77.98	Na	1.70
97-1-7	Sodium	7440-23-5	22.99	Na	1.00
97-1-9	Lead subacetate	1335-32-6	811.75	Pb	1.31
97-1-9	Lead diacetate trihydrate; Lead acetate trihydrate	6080-56-4	379.33	Pb	1.83
97-1-9	Lead titanium zirconium oxide	12626-81-2	378.2898	Pb	1.83
97-1-9	Lead titanium trioxide	12060-00-3	303.07	Pb	1.46
97-1-9	Lead sulfide	1314-87-0	239.26	Pb	1.15
97-1-9	Lead molybdate (PbMoO4)	10190-55-3	367.14	Pb	1.77
97-1-9	Lead methane sulfonate	17570-76-2	397.40	Pb	1.92
97-1-9	Lead dithiocyanate	592-87-0	323.36	Pb	1.56
97-1-9	Lead diiodide (PbI2)	10101-63-0	461.01	Pb	2.22

고유번호	영문명	Cas no	분자량 (g/mol)	금속 이온	환산계수
97-1-9	Lead difluoride	7783-46-2	245.2	Pb	1.18
97-1-9	Lead dichloride	7758-95-4	278.11	Pb	1.34
97-1-9	Lead acetate	301-04-2	325.29	Pb	1.57
97-1-91	Nitric acid, zinc salt, hexahydrate	10196-18-6	297.49	Zn	4.55
97-1-91	Sulfuric acid, zinc salt (1:1), monohydrate	7446-19-7	181.47	Zn	2.78
97-1-91	Zinc sulfate	7733-02-0	161.45	Zn	2.47
97-1-91	Zinc iodide	10139-47-6	319.2	Zn	4.88
97-1-91	Zinc fluoride	7783-49-5	103.39	Zn	1.58
97-1-91	Zinc chloride	7646-85-7	136.3	Zn	2.08
97-1-91	Zinc bromide	7699-45-8	225.2	Zn	3.44
97-1-91	Trizinc bis(orthophosphate)	7779-90-0	386.11	Zn	1.97
97-1-92	Trisilver orthophosphate	7784-09-0	418.58	Ag	1.29
97-1-92	Silver perchlorate	7783-93-9	207.32	Ag	1.92
97-1-92	Silver nitrate	7761-88-8	169.87	Ag	1.57
97-1-92	Silver iodide	7783-96-2	234.77	Ag	2.18
97-1-92	Silver(I) hexafluorophosphate	26042-63-7	252.83	Ag	2.34
97-1-92	Silver carbonate	534-16-7	275.75	Ag	1.28
97-1-92	Disilver(1+) sulfate	10294-26-5	311.8	Ag	1.45
97-1-93	황산제일주석(Tin sulfate)	7488-55-3	214.75	Sn	1.81
97-1-93	염화제이주석(Tin tetrachloride)	7646-78-8	260.5	Sn	2.19
97-1-93	염화제일주석(Tin dichloride)	7772-99-8	189.62	Sn	1.60
97-1-93	주석(II)플루오르화물(Tin difluoride)	7783-47-3	156.71	Sn	1.32
97-1-125	Osmium tetroxide	20816-12-0	254.23	Os	1.34

고유번호	영문명	Cas no	분자량 (g/mol)	금속 이온	환산계수
97-1-132	Phosphorus trichloride	7719-12-2	137.33	P	4.43
97-1-163	Sodium chlorite	7758-19-2	90.44	Na	3.93
97-1-167	Sodium nitrite	7632-00-0	69	Na	3.00
97-1-167	Silver nitrite	7783-99-5	153.87	Ag	1.43
97-1-167	Potassium nitrite	7758-09-0	85.1038	K	2.18
97-1-167	Calcium nitrite	13780-06-8	132.09	Ca	3.30
97-1-212	Phosphorus pentoxide	1314-56-3	141.94	P	2.29
97-1-213	Phosphorus pentachloride	10026-13-8	208.24	P	6.72
97-1-218	Phosphorus oxychloride	10025-87-3	153.33	P	4.95
97-1-384	Potassium fluoride	7789-23-3	58.1	K	1.49
136	Silicon carbide	409-21-2	40.1	Si	1.43
	Boron sodium oxide (B4Na2O7), pentahydrate	12179-04-3	291.3	B	6.74
450	Quartz (SiO2)	14808-60-7	60.08	Si	2.14
250	Cobalt metal with Tungsten carbide(Cobalt metal)	7440-48-4 (Cobalt metal)	58.93	Co	1.00
		12070-12-1 (Tungsten Carbide))	195.85	W	1.07

2. 이온크로마토그래프법(IC)

A. 음이온류

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 염 초산염, 염소이온, 인산염, 불소이온, 아질산염, 브롬이온, 과염소산염, 질산염, 황산염 등 음이온을 함유한 화합물을 적절한 용매를 이용하여 추출하여 고체 미립자를 제거 한 후 음이온 교환 컬럼에 통과시켜 각 음이온들을 분리한 후 전기전도도 검출기로 측정하는 방법이다.

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

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 초산염, 염소이온, 인산염, 불소이온, 아질산염, 브롬이온, 과염소산염, 질산염, 황산염 등 음이온을 함유한 화합물 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

초산 납 외 24종

1.4 간섭물질

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

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

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

2) 분석기기 및 기구

2.1 이온크로마토그래프

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

2.1.1 검출기

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

2.1.2 분리컬럼

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

2.1.2.1 억제기형

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

2.1.2.2 비억제기형

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

2.1.3 시료 주입부

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

2.1.4 제거장치(억제기)

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

2.1.5 펌프

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

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 억제기용 재생액(0.05 M H_2SO_4)

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

3.1.2 용리액

3.1.2.1 억제기형 (0.003 M $NaHCO_3$ ~ 0.0024 M Na_2CO_3)

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

3.1.2.2 비억제기형(0.0013 M 글루콘산 ~ 0.0013 M $Na_2B_4O_7$)

글루콘산 (gluconic acid, $C_6H_{12}O_7$) 1.02 g과 붕산나트륨 (sodium boric acid, $Na_2B_4O_7$) 1.0466 g을 정제수에 녹여 4 L로 한다.

3.2 표준용액

3.2.1 표준원액(1,000 mg/L)

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

3.2.2 표준용액

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

4) 분석

4.1 전처리

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

4.1.2 시료용액을 0.45 μm 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 μm 멤브레인 필터로 여과하여 100 mL 부피플라스크에 모은 후 정제수로 표선을 채워 이를 시험용액으로 한다.

4.2 측정법

4.2.1 이온크로마토그래프의 전체 시스템을 작동시켜 유속을 1 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.

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

4.3 검정곡선의 작성

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

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

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

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

< 이온크로마토그래프 분석 조건 >

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

5) 결과 보고

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

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

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

C_0 : 검정곡선에서 얻어진 방법바탕시료의 이온 농도(mg/L)

ƒ : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

Wd : 제품시료의 무게(g)

환산계수 : 화합물 추정치 계산을 위한 환산계수

<첨부> 이온크로마토그래프법(Lead subacetate 외 24종) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no	분자량 (g/mol)	음이온	환산 계수
97-1-9	Lead subacetate	1335-32-6	807.72	CH_3COO^-	6.84
97-1-9	Lead diacetate trihydrate; Lead acetate trihydrate	6080-56-4	379.34	CH_3COO^-	3.21
97-1-9	Lead dichloride	7758-95-4	278.11	Cl^-	3.92
97-1-9	Lead acetate	301-04-2	325.29	CH_3COO^-	2.76
97-1-91	Nitric acid, zinc salt, hexahydrate	10196-18-6	297.48	NO_3^-	2.40
97-1-91	Sulfuric acid, zinc salt (1:1), monohydrate	7446-19-7	179.45	SO_4^-	1.87
97-1-91	Zinc sulfate	7733-02-0	161.45	SO_4^-	1.68
97-1-91	Zinc fluoride	7783-49-5	103.39	F^-	2.72
97-1-91	Zinc chloride	7646-85-7	136.29	Cl^-	1.92
97-1-91	Zinc bromide	7699-45-8	225.2	Br^-	1.41
97-1-91	Trizinc bis(orthophosphate)	7779-90-0	386.11	PO_4^-	2.03

고유번호	영문명	Cas no	분자량 (g/mol)	음이온	환산 계수
97-1-92	Trisilver orthophosphate	7784-09-0	418.58	PO_4^-	4.41
97-1-92	Silver perchlorate	7783-93-9	207.32	ClO_4^-	2.06
97-1-92	Silver nitrate	7761-88-8	169.87	NO_3^-	2.74
97-1-93	Tin sulfate	7488-55-3	214.77	$SO4^{2-}$	
97-1-93	Tin dichloride	7772-99-8	189.62	Cl^-	
97-1-92	Disilver(1+) sulfate	10294-26-5	311.8	SO_4^-	3.25
97-1-132	Phosphorus trichloride	7719-12-2	137.33	Cl^-	1.29
97-1-163	Sodium chlorite	7758-19-2	90.44	ClO_2^-	1.34
97-1-167	Sodium nitrite	7632-00-0	69	NO_2^-	1.50
97-1-167	Silver nitrite	7783-99-5	153.87	NO_2^-	3.34
97-1-167	Potassium nitrite	7758-09-0	85.1	NO_2^-	1.85
97-1-167	Calcium nitrite	13780-06-8	132.09	NO_2^-	1.44
97-1-212	Phosphorus pentoxide	1314-56-3	283.889	PO_4^-	2.99
97-1-213	Phosphorus pentachloride	10026-13-8	208.22	Cl^-	1.17
97-1-218	Phosphorus oxychloride	10025-87-3	153.33	Cl^-	1.44
97-1-384	Potassium fluoride	7789-23-3	58.1	F^-	3.06

2. 양이온류

1) 개요

1.1 목적

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

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

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 암모늄이온 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

암모니아수

1.4 간섭물질

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

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

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

2) 분석기기 및 기구

2.1 이온크로마토그래프

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

2.1.1 검출기

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

2.1.2 분리컬럼

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

2.1.2.1 억제기형

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

2.1.2.2 비억제기형

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

2.1.3 시료 주입부

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

2.1.4 제거장치(억제기)

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

2.1.5 펌프

분리 컬럼 중의 이온교환체의 입자는 약 10 μm 이하의 매우 작은 입자로서 용리액 및 시료를 고압 하에서 전개시키지 않으면 요구되는 유속을 얻기가 어렵다. 따라서 펌프는

150 kg/cm^2 ~ 350 kg/cm^2 압력에서 사용될 수 있어야 하며 시간차에 따른 압력차가 크게 발생하여서는 안 된다.

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 용리액

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

3.2 표준용액

3.2.1 표준원액(1,000 mg/L)

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

3.2.2 표준용액

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

4) 분석

4.1 전처리

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

4.1.2 시료용액을 0.45 μm 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 μm 멤브레인 필터로 여과하여 100 mL 부피플라스크에 모은 후 정제수로 표선을 채워 이를 시험용액으로 한다.

4.2 측정법

4.2.1 이온크로마토그래프의 전체 시스템을 작동시켜 유속을 1 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.

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

4.3 검정곡선의 작성

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

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

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

< 이온크로마토그래프 분석 조건 >

Model	Thermo Aqion RF Ion Chromatography system(Thermo)
Column	분석컬럼 : IonPac CS17 4 × 250 mm 가드컬럼 : IonPac CG17 4× 50 mm
Suppressor	CDRS 600, 4 mm
Supressor current	59 mA
Eluent	20 mM MSA(Methane Sulfonic Acid)

5) 결과 보고

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

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

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)

환산계수 : 화합물 추정치 계산을 위한 환산계수

<첨부> 이온크로마토그래프법 대상물질

고유번호	영문명	Cas no	분자량 (g/mol)	양이온	환산 계수
97-1-184	Ammonia	7664-41-7	17.03	NH_4^+	1

3. 기체크로마토그래프법 (GC)

A. Dithiopyr 외 5종

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 몰리네이트, 벤플루랄린, 디티오피르, 페노티오카브, 플루사이트린에이트, 디페노코나졸의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래프법으로 시료 중 대상물질을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 몰리네이트, 벤플루랄린, 디티오피르, 페노티오카브, 플루사이트린에이트, 디페노코나졸의 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

몰리네이트, 벤플루랄린, 디티오피르, 페노티오카브, 플루사이트린에이트, 디페노코나졸

1.4 간섭물질

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

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

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

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

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

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 mL/min ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ℃ ~ 260 ℃, 컬럼온도는 30 ℃ ~ 320 ℃, 검출기온도는 250 ℃ ~ 280 ℃로 사용한다.

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

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 아세톤 (Acetone, $(CH_3)_2CO$)

3.2 표준용액

3.2.1 몰리네이트 표준원액 (10,000 mg/L)

몰리네이트 200 mg 을 정확히 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤으로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 10,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.2 벤플루랄린 표준원액 (10,000 mg/L)

벤플루랄린 200 mg 을 정확히 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤으로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 10,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.3 디티오피르 표준원액 (10,000 mg/L)

디티오피르 200 mg 을 정확히 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤으로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 10,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.4 페노티오카브 표준원액 (10,000 mg/L)

페노티오카브 200 mg 을 정확히 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤으로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 10,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.5 플루사이트린에이트 표준원액 (10,000 mg/L)

플루사이트린에이트 200 mg 을 정확히 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤으로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 10,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.6 디페노코나졸 표준원액 (10,000 mg/L)

디페노코나졸 200 mg 을 정확히 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤으로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 10,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.7 혼합표준용액 (1,000 mg/L)

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

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 0.8 g을 정밀하게 달아 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.

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

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 혼합표준용액 (1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (50 ~ 1,000) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

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

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

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-5 (30 m × 0.32mm × 0.25 μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (0.93 mL/min)				
분할비	1 : 10				
주입구 온도	260 ℃				
검출기 온도	270 ℃				
오븐 온도	초기온도 (℃)	초기시간 (min.)	승온속도 (℃/min.)	최종온도 (℃)	최종시간 (min.)
	110.0	1.0	10.0	320	5.0

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 기체크로마토그래프법(Dithiopyr 외 5종) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-89	Molinate	2212-67-1
97-1-104	Benfluralin	1861-40-1
97-1-53	Dithiopyr	97886-45-8
97-1-330	Fenothiocarb	62850-32-2
97-1-374	Flucythrinate	70124-77-5
97-1-56	Difenoconazole	119446-68-3

B. Fenitrothion 외 3종

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 페니트로티온, 테부펜피라드, 사이퍼메트린, 에스펜발러레이트의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래프법으로 시료 중 대상물질을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 페니트로티온, 테부펜피라드, 사이퍼메트린, 에스펜발러레이트의 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

페니트로티온, 테부펜피라드, 사이퍼메트린, 에스펜발러레이트

1.4 간섭물질

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

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

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

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

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

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 mL/min ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ℃ ~ 260 ℃, 컬럼온도는 30 ℃ ~ 320 ℃, 검출기온도는 250 ℃ ~ 280 ℃로 사용한다.

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

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 아세톤 (Acetone, $(CH_3)_2CO$)

3.2 표준용액

3.2.1 페니트로티온 표준원액 (10,000 mg/L)

페니트로티온 200 mg 을 정확히 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤으로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 10,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.2 테부펜피라드 표준원액 (10,000 mg/L)

테부펜피라드 200 mg 을 정확히 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤으로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 10,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.3 사이퍼메트린 표준원액 (10,000 mg/L)

사이퍼메트린 200 mg 을 정확히 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤으로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 10,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.4 에스펜발러레이트 표준원액 (10,000 mg/L)

에스펜발러레이트 200 mg 을 정확히 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤으로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 10,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.5 혼합표준용액 (1,000 mg/L)

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

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 0.8 g을 정밀하게 달아 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.

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

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 혼합표준용액 (1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (50 ~ 1,000) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

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

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

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-5 (30 m × 0.32mm × 0.25 μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (0.93 mL/min)				
분할비	1 : 10				
주입구 온도	260 ℃				
검출기 온도	270 ℃				
오븐 온도	초기온도 (℃)	초기시간 (min.)	승온속도 (℃/min.)	최종온도 (℃)	최종시간 (min.)
	110.0	1.0	10.0	320	5.0

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 기체크로마토그래프법(Fenitrothion 외 3종) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-333	Fenitrothion	122-14-5
97-1-295	Tebufenpyrad	119168-77-3
97-1-243	Cypermethrin	52315-07-8
99-1-496	Esfenvalerate	66230-04-4

C. Halfenprox

1) 개요

1.1 목적

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

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 할펜프록스의 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

할펜프록스

1.4 간섭물질

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

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

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

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

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

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 mL/min ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ℃ ~ 260 ℃, 컬럼온도는 30 ℃ ~ 320 ℃, 검출기온도는 250 ℃ ~ 280 ℃로 사용한다.

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

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 아세톤 (Acetone, $(CH_3)_2CO$)

3.2 표준용액

3.2.1 할펜프록스 표준원액 (10,000 mg/L)

할펜프록스 200 mg 을 정확히 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤으로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 10,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.2 할펜프록스 표준용액 (1,000 mg/L)

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

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 0.8 g을 정밀하게 달아 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.

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

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 표준용액 (1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (50 ~ 1,000) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

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

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

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-5 (30 m × 0.32mm × 0.25 μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (0.93 mL/min)				
분할비	1 : 10				
주입구 온도	260 ℃				
검출기 온도	270 ℃				
오븐 온도	초기온도 (℃)	초기시간 (min.)	승온속도 (℃/min.)	최종온도 (℃)	최종시간 (min.)
	110.0	1.0	10.0	320	5.0

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 기체크로마토그래프법(Halfenprox) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-400	Halfenprox	111872-58-3

D. Ethoprophos 외 3종

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 에토프로포스, 이프로벤포스, 이피엔, 카보퓨란의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래프법으로 시료 중 대상물질을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 에토프로포스, 이프로벤포스, 이피엔, 카보퓨란의 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

에토프로포스, 이프로벤포스, 이피엔, 카보퓨란

1.4 간섭물질

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

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

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

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

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

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 mL/min ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ℃ ~ 260 ℃, 컬럼온도는 30 ℃ ~ 320 ℃, 검출기온도는 250 ℃ ~ 280 ℃로 사용한다.

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

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 아세톤 (Acetone, $(CH_3)_2CO$)

3.2 표준용액

3.2.1 에토프로포스 표준원액 (10,000 mg/L)

에토프로포스 200 mg 을 정확히 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤으로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 10,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.2 이프로벤포스 표준원액 (10,000 mg/L)

이프로벤포스 200 mg 을 정확히 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤으로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 10,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.3 이피엔 표준원액 (10,000 mg/L)

이피엔 200 mg 을 정확히 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤으로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 10,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.4 카보퓨란 표준원액 (10,000 mg/L)

카보퓨란 200 mg 을 정확히 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤으로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 10,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.5 혼합표준용액 (1,000 mg/L)

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

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1.0 g을 정밀하게 달아 50 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 아세톤 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

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

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 혼합표준용액 (1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (50 ~ 1,000) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

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

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

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-5 (30 m × 0.32mm × 0.25 μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (0.93 mL/min)				
분할비	1 : 10				
주입구 온도	260 ℃				
검출기 온도	270 ℃				
오븐 온도	초기온도 (℃)	초기시간 (min.)	승온속도 (℃/min.)	최종온도 (℃)	최종시간 (min.)
	110.0	1.0	10.0	320	5.0

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 기체크로마토그래프법(Ethoprophos 외 3종) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-189	Ethoprophos	13194-48-4
97-1-236	Iprobenfos	26087-47-8
97-1-238	EPN	2104-64-5
97-1-255	Carbofuran	1563-66-2

E. Edifenphos 외 1종

1) 개요

1.1 목적

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

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 에디펜포스, 펜싸이온의 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

에디펜포스, 펜싸이온

1.4 간섭물질

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

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

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

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

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

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 mL/min ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ℃ ~ 260 ℃, 컬럼온도는 30 ℃ ~ 320 ℃, 검출기온도는 250 ℃ ~ 280 ℃로 사용한다.

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

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 아세톤 (Acetone, $(CH_3)_2CO$)

3.2 표준용액

3.2.1 에디펜포스 표준원액 (10,000 mg/L)

에디펜포스 200 mg 을 정확히 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤으로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 10,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.2 펜싸이온 표준원액 (10,000 mg/L)

펜싸이온 200 mg 을 정확히 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤으로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 10,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.3 혼합표준용액 (1,000 mg/L)

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

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1.0 g을 정밀하게 달아 100 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 아세톤 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

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

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 혼합표준용액 (1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (50 ~ 1,000) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

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

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

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-5 (30 m × 0.32mm × 0.25 μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (0.93 mL/min)				
분할비	1 : 10				
주입구 온도	260 ℃				
검출기 온도	270 ℃				
오븐 온도	초기온도 (℃)	초기시간 (min.)	승온속도 (℃/min.)	최종온도 (℃)	최종시간 (min.)
	110.0	1.0	10.0	320	5.0

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 기체크로마토그래프법(Edifenphos 외 1종) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-185	Edifenphos	17109-49-8
97-1-341	Fenthion	55-38-9

F. Chinomethionat

1) 개요

1.1 목적

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

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 치노메티오나트의 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

치노메티오나트

1.4 간섭물질

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

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

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

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

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

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 mL/min ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ℃ ~ 260 ℃, 컬럼온도는 30 ℃ ~ 320 ℃, 검출기온도는 250 ℃ ~ 280 ℃로 사용한다.

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

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 클로로포름 (Chloroform, $CHCl_3$)

3.2 표준용액

3.2.1 치노메티오나트 표준원액 (10,000 mg/L)

치노메티오나트 200 mg 을 정확히 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 클로로포름으로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 10,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.2 치노메티오나트 표준용액 (1,000 mg/L)

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

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 0.8 g을 정밀하게 달아 1,000 mL 부피플라스크에 넣고 클로로포름 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 클로로포름 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

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

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 표준용액 (1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (50 ~ 1,000) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

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

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

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-5 (30 m × 0.32mm × 0.25 μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (0.93 mL/min)				
분할비	1 : 10				
주입구 온도	260 ℃				
검출기 온도	270 ℃				
오븐 온도	초기온도 (℃)	초기시간 (min.)	승온속도 (℃/min.)	최종온도 (℃)	최종시간 (min.)
	110.0	1.0	10.0	320	5.0

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 기체크로마토그래프법(Chinomethionat) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-247	Chinomethionat	2439-01-2

G. Cyanamide

1) 개요

1.1 목적

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

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 시안아미드의 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

시안아미드

1.4 간섭물질

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

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

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

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

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

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 mL/min ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ℃ ~ 270 ℃, 컬럼온도는 30 ℃ ~ 320 ℃, 검출기온도는 250 ℃ ~ 280 ℃로 사용한다.

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

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 아세토니트릴 (Acetonitrile, C_2H_3N)

3.2 표준용액

3.2.1 시안아미드 표준원액 (10,000 mg/L)

시안아미드 200 mg 을 정확히 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 아세토니트릴로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 10,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.2 시안아미드 표준용액 (1,000 mg/L)

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

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 0.8 g을 정밀하게 달아 1,000 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.

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

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 표준용액 (1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (50 ~ 1,000) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

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

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

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-5MS (30 m × 0.32mm × 0.25㎛)				
운반기체(유속)	헬륨 (1.10 mL/min)				
분할비	1 : 10				
주입구 온도	270 ℃				
검출기 온도	270 ℃				
오븐 온도	초기온도 (℃)	초기시간 (min.)	승온속도 (℃/min.)	최종온도 (℃)	최종시간 (min.)
	40.0	1.0	20.0	320	5.0

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 기체크로마토그래프법(Cyanamide) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-145	Cyanamide	420-04-2

H. Dinoseb

1) 개요

1.1 목적

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

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 디노셉의 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

디노셉

1.4 간섭물질

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

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

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

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

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

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 mL/min ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ℃ ~ 270 ℃, 컬럼온도는 30 ℃ ~ 320 ℃, 검출기온도는 250 ℃ ~ 280 ℃로 사용한다.

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

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 아세톤 (Acetone, C_3H_6O)

3.2 표준용액

3.2.1 디노셉 표준원액 (10,000 mg/L)

디노셉 200 mg 을 정확히 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤으로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 10,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.2 디노셉 표준용액 (1,000 mg/L)

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

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1.0 g을 정밀하게 달아 15 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 아세톤 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

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

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 표준용액 (1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (50 ~ 1,000) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

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

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

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-5 (30 m × 0.32mm × 0.25 μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (1.11 mL/min)				
분할비	1 : 10				
주입구 온도	270 ℃				
검출기 온도	270 ℃				
오븐 온도	초기온도 (℃)	초기시간 (min.)	승온속도 (℃/min.)	최종온도 (℃)	최종시간 (min.)
	40.0	1.0	10.0	320	5.0

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 기체크로마토그래프법(Dinoseb) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-24	Dinoseb	88-85-7

I. 4-tert-Butylphenol

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 p-tert-부틸페놀: 4-tert-부틸페놀, 이소플루오로페이트, 염화메탄설포닐의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래프법으로 시료 중 대상물질을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 p-tert-부틸페놀: 4-tert-부틸페놀, 이소플루오로페이트, 염화메탄설포닐의 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

p-tert-부틸페놀: 4-tert-부틸페놀, 이소플루오로페이트, 염화메탄설포닐

1.4 간섭물질

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

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

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

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

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

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 mL/min ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ℃ ~ 270 ℃, 컬럼온도는 30 ℃ ~ 320 ℃, 검출기온도는 250 ℃ ~ 280 ℃로 사용한다.

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

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 메탄올 (Mathanol, CH_3OH)

3.2 표준용액

3.2.1 p-tert-부틸페놀: 4-tert-부틸페놀 표준원액 (10,000 mg/L)

p-tert-부틸페놀: 4-tert-부틸페놀200 mg 을 정확히 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 10,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.2 표준용액 (1,000 mg/L)

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

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1.0 g을 정밀하게 달아 10 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 메탄올 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

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

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 표준용액 (1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (50 ~ 1,000) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

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

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

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-5 (30 m × 0.32mm × 0.25 μm)						
운반기체(유속)	헬륨 (1.11 mL/min)						
분할비	1 : 10						
주입구 온도	270 ℃						
검출기 온도	270 ℃						
오븐 온도	초기온도 (℃)	초기시간 (min.)	승온속도 (℃/min.)	중간온도 (℃)	승온속도 (℃/min.)	최종온도 (℃)	최종시간 (min.)
	40.0	1.0	10.0	130.0	25.0	320	1.0

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 기체크로마토그래프법(p-tert-Butylphenol: 4-tert-Butylphenol) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
651	p-tert-Butylphenol	98-54-4

J. 2-(2H-Benzotriazole-2-yl)-4,6-bis(1,1-dimethylpropyl)phenol

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 2-(2H-Benzotriazol-2-yl)-4,6-di-tert-pentylphenol 의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래프법으로 시료 중 대상물질을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 2-(2H-Benzotriazol-2-yl)-4,6-di-tert-pentylphenol 의 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

2-(2H-Benzotriazol-2-yl)-4,6-di-tert-pentylphenol

1.4 간섭물질

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

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

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

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

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

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 mL/min ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ℃ ~ 270 ℃, 컬럼온도는 30 ℃ ~ 320 ℃, 검출기온도는 250 ℃ ~ 280 ℃로 사용한다.

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

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 헥산 (Hexane, C_6H_{14})

3.2 표준용액

3.2.1 2-(2H-Benzotriazol-2-yl)-4,6-di-tert-pentylphenol 표준원액 (10,000 mg/L)

2-(2H-Benzotriazol-2-yl)-4,6-di-tert-pentylphenol 200 mg 을 정확히 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 헥산으로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 10,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.2 2-(2H-Benzotriazol-2-yl)-4,6-di-tert-pentylphenol 표준용액 (1,000 mg/L)
10 mL 부피플라스크에 표준원액 1.0 mL 넣고 헥산으로 표선까지 채운 후 혼합한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고에 보존하고, 제조 후 4 주일 이내에 사용한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1.0 g을 정밀하게 달아 10 mL 부피플라스크에 넣고 헥산 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 헥산 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

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

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 혼합표준용액 (1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (50 ~ 1,000) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

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

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

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-5 (30 m × 0.32mm × 0.25 μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (1.11 mL/min)				
분할비	1 : 10				
주입구 온도	270 ℃				
검출기 온도	270 ℃				
오븐 온도	초기온도 (℃)	초기시간 (min.)	승온속도 (℃/min.)	최종온도 (℃)	최종시간 (min.)
	100.0	1.0	20.0	320	5.0

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 기체크로마토그래프법(2-(2H-Benzotriazole-2-yl)-4,6-bis(1,1-dimethylpropyl)phenol) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
677	2-(2H-Benzotriazole-2-yl)-4,6-bis(1,1-dimethylpropyl)phenol	25973-55-1

K. Octamethylcyclotetrasiloxane 외 2종

1) 개요

1.1 목적

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

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 옥타메틸사이클로테트라실록산, 데카메틸사이클로펜타실록산, 도데카메틸사이클로헥사실록산의 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

옥타메틸사이클로테트라실록산, 데카메틸사이클로펜타실록산, 도데카메틸사이클로헥사실록산

1.4 간섭물질

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

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

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

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

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

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 mL/min ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ℃ ~ 270 ℃, 컬럼온도는 30 ℃ ~ 320 ℃, 검출기온도는 250 ℃ ~ 280 ℃로 사용한다.

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

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 헥산 (Hexane, C_6H_{14})

3.2 표준용액

3.2.1 옥타메틸사이클로테트라실록산 표준원액 (10,000 mg/L)

옥타메틸사이클로테트라실록산 200 mg 을 정확히 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 헥산으로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 10,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.2 데카메틸사이클로펜타실록산 표준원액 (10,000 mg/L)
데카메틸사이클로펜타실록산 200 mg 을 정확히 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 헥산으로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 10,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.3 도데카메틸사이클로헥사실록산 표준원액 (10,000 mg/L)
도데카메틸사이클로헥사실록산 200 mg 을 정확히 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 헥산으로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 10,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.4 혼합표준용액 (1,000 mg/L)
10 mL 부피플라스크에 각 표준원액 1.0 mL 씩 넣고 헥산으로 표선까지 채운 후 혼합한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고에 보존하고, 제조 후 4 주일 이내에 사용한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1.0 g을 정밀하게 달아 10 mL 부피플라스크에 넣고 헥산 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 헥산 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

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

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 혼합표준용액 (1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (50 ~ 1,000) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여

분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

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

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

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-5 (30 m × 0.32mm × 0.25 μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (1.05 mL/min)				
분할비	1 : 10				
주입구 온도	270 ℃				
검출기 온도	270 ℃				
오븐 온도	초기온도 (℃)	초기시간 (min.)	승온속도 (℃/min.)	최종온도 (℃)	최종시간 (min.)
	60.0	1.0	15.0	270	1.0

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

〈첨부〉 기체크로마토그래프법(Octamethylcyclotetrasiloxane 외 2종) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
665	Octamethylcyclotetrasiloxane	556-67-2
664	Decamethylcyclopentasiloxane	541-02-6
663	Dodecamethylcyclohexasiloxane	540-97-6

L. Metaldehyde

1) 개요

1.1 목적

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

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 메타알데히드의 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

메타알데히드

1.4 간섭물질

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

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

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

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

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

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 mL/min ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ℃ ~ 270 ℃, 컬럼온도는 30 ℃ ~ 320 ℃, 검출기온도는 250 ℃ ~ 280 ℃로 사용한다.

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

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 메탄올 (Mathanol, CH_3OH)

3.2 표준용액

3.2.1 메타알데히드 표준원액 (10,000 mg/L)

메타알데히드 200 mg 을 정확히 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 10,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.2 메타알데히드 표준용액 (1,000 mg/L)

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

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 0.8 g을 정밀하게 달아 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.

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

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 표준용액 (1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (50 ~ 1,000) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

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

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

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-WAX (30 m × 0.25mm × 0.25 μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (1.00 mL/min)				
분할비	1 : 10				
주입구 온도	250 ℃				
검출기 온도	180 ℃				
오븐 온도	초기온도 (℃) 40.0	초기시간 (min.) 1.0	승온속도 (℃/min.) 20.0	최종온도 (℃) 250	최종시간 (min.) 1.0

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 기체크로마토그래프법(Metaldehyde) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-74	Metaldehyde	108-62-3

M. Isofluorphate

1) 개요

1.1 목적

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

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 이소플루오로페이트의 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

이소플루오로페이트

1.4 간섭물질

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

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

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

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

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

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 mL/min ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ℃ ~ 270 ℃, 컬럼온도는 30 ℃ ~ 320 ℃, 검출기온도는 250 ℃ ~ 280 ℃로 사용한다.

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

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 메탄올 (Mathanol, CH_3OH)

3.2 표준용액

3.2.1 이소플루오로페이트 표준원액 (10,000 mg/L)

이소플루오로페이트 200 mg 을 정확히 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 10,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.2 표준용액 (1,000 mg/L)

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

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1.0 g을 정밀하게 달아 50 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 메탄올 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

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

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 표준용액 (1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (50 ~ 1,000) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

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

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

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-5 (30 m × 0.32mm × 0.25 μm)						
운반기체(유속)	헬륨 (1.11 mL/min)						
분할비	1 : 10						
주입구 온도	270 ℃						
검출기 온도	270 ℃						
오븐 온도	초기온도 (℃)	초기시간 (min.)	승온속도 (℃/min.)	중간온도 (℃)	승온속도 (℃/min.)	최종온도 (℃)	최종시간 (min.)
	40.0	1.0	10.0	130.0	25.0	320	1.0

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 기체크로마토그래프법(Isofluorphate) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-231	Isofluorphate	55-91-4

N. Methanesulfonyl chloride

1) 개요

1.1 목적

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

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 염화메탄설포닐의 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

염화메탄설포닐

1.4 간섭물질

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

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

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

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

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

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 0.5 mL/min ~ 4 mL/min, 시료도입부 온도는 150 ℃ ~ 270 ℃, 컬럼온도는 30 ℃ ~ 320 ℃, 검출기온도는 250 ℃ ~ 280 ℃로 사용한다.

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

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 다이클로로메테인 (Dichloromethane, CH_2Cl_2)

3.2 표준용액

3.2.1 염화메탄설포닐 표준원액 (10,000 mg/L)

염화메탄설포닐 200 mg 을 정확히 달아 20 mL 부피플라스크에 넣고 다이클로로메테인으로 표선까지 채운다. 이 표준원액의 최종농도는 10,000 mg/L가 되도록 제조하며 4 ℃ 이하에서 냉장보관하며 제조일로부터 8주까지 사용한다. 이 제조방법으로 제조하여 사용하거나 판매하는 것을 구입하여 사용할 수 있다.

3.2.2 표준용액 (1,000 mg/L)

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

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1.0 g을 정밀하게 달아 50 mL 부피플라스크에 넣고 다이클로로메테인 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다. 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 다이클로로메테인 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

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

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 표준용액 (1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (50 ~ 1,000) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

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

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

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-5 (30 m × 0.32mm × 0.25 μm)						
운반기체(유속)	헬륨 (1.11 mL/min)						
분할비	1 : 10						
주입구 온도	270 ℃						
검출기 온도	270 ℃						
오븐 온도	초기온도 (℃)	초기시간 (min.)	승온속도 (℃/min.)	중간온도 (℃)	승온속도 (℃/min.)	최종온도 (℃)	최종시간 (min.)
	40.0	1.0	10.0	130.0	25.0	320	1.0

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 기체크로마토그래프법(Methanesulfonyl chloride) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
2004-1-545	Methanesulfonyl chloride	124-63-0

O. Benzene 외 10종

1) 개요

1.1 목적

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

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 벤젠, 아세트산에틸 등 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

벤젠 외 10종

1.4 간섭물질

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

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

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

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.25 mm, 필름두께 0.25 ~ 1.4 μm, 길이 30 ~ 60 m의 HP-5ms, DB-5ms, DB-624, DB-624UI 및 HP-INNOWAX 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 1 mL/min ~ 20 mL/min, 시료도입부 온도는 160 ℃ ~ 270 ℃, 컬럼온도는 35 ℃ ~ 320 ℃, 검출기온도는 270 ℃로 사용한다.

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

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 에탄올 (Ethanol, C_2H_6O)

3.2 표준용액

3.2.1 벤젠 표준원액 (10,000 mg/L)

벤젠 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 벤젠 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 벤젠 10 mg을 함유한다.

3.2.2 아세트산에틸 표준원액 (10,000 mg/L)

아세트산에틸 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 아세트산에틸 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 아세트산에틸 10 mg을 함유한다.

3.2.3 톨루엔 표준원액 (10,000 mg/L)

톨루엔 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 톨루엔 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 톨루엔 10 mg을 함유한다.

3.2.4 1,3-벤젠다이아민 표준원액 (10,000 mg/L)

1,3-벤젠다이아민 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 1,3-벤젠다이아민 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 1,3-벤젠다이아민 10 mg을 함유한다.

3.2.5 2-메틸프로페인나이트릴 표준원액 (10,000 mg/L)

2-메틸프로페인나이트릴 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 2-메틸프로페인나이트릴 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 2-메틸프로페인나이트릴 10 mg을 함유한다.

3.2.6 2-브로모에탄올 표준원액 (10,000 mg/L)

2-브로모에탄올 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 2-브로모에탄올 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 2-브로모에탄올 10 mg을 함유한다.

3.2.7 2-바이닐피리딘 표준원액 (10,000 mg/L)

2-바이닐피리딘 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 2-바이닐피리딘 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 2-바이닐피리딘 10 mg을 함유한다.

3.2.8 4-비닐피리딘 표준원액 (10,000 mg/L)

4-비닐피리딘 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 4-비닐피리딘 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 4-비닐피리딘 10 mg을 함유한다.

3.2.9 N,N,2-트라이메틸벤젠아민 (10,000 mg/L)

N,N,2-트라이메틸벤젠아민 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 N,N,2-트라이메틸벤젠아민 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 N,N,2-트라이메틸벤젠아민 10 mg을 함유한다.

3.2.10 N-모폴리노에틸클로라이드 하이드로클로라이드 (10,000 mg/L)

N-모폴리노에틸클로라이드 하이드로클로라이드 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 N-모폴리노에틸클로라이드 하이드로클로라이드 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃ 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 N-모폴리노에틸클로라이드 하이드로클로라이드 10 mg을 함유한다.

3.2.11 1-클로로-2-(다이에틸아민)에테인 하이드로클로라이드 (10,000 mg/L)
1-클로로-2-(다이에틸아민)에테인 하이드로클로라이드 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 1-클로로-2-(다이에틸아민)에테인 하이드로클로라이드 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃ 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 1-클로로-2-(다이에틸아민)에테인 하이드로클로라이드 10 mg을 함유한다.

3.2.12 벤젠 외 10종 혼합표준용액 (2,000 mg/L)
10 mL 부피플라스크에 각 표준원액 0.5 mL 씩 넣고 에탄올로 표선까지 채운 다음 혼합한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고에 보존하고, 제조 후 4 주일 이내에 사용한다.

4) 분석

4.1 전처리

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

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

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 혼합표준용액 (2,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (5 ~ 1000) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

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

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

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-624UI (60 m × 0.25 mm × 1.4 μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (1.0 mL/min)				
분할비	1 : 20				
주입구 온도	270 ℃				
검출기 온도	270 ℃				
오븐 온도	초기온도 (℃)	초기시간 (min.)	승온속도 (℃/min.)	최종온도 (℃)	최종시간 (min.)
	40.0	5.0	10.0	240.0	10.0

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 기체크로마토그래프법(Benzene 외 10종) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-99	Benzene	71-43-2
97-1-161	Ethyl acetate	141-78-6
97-1-298	Toluene	108-88-3
97-1-334	1,3-Benzenediamine	108-45-2
97-1-433	2-Methylpropanenitrile	78-82-0
97-1-438	2-Bromoethanol	540-51-2
97-1-441	2-Vinylpyridine	100-69-6
97-1-442	4-Vinylpyridine	100-43-6
97-1-451	N,N,2-Trimethylbenzenamine	609-72-3
97-1-456	4-(2-Chloroethyl)morpholine hydrochloride	3647-69-6
98-1-483	2-Chloroethyldiethylammonium chloride	869-24-9

P. N,N-Dimethylaniline 외 15종

1) 개요

1.1 목적

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

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 N,N-다이메틸아닐린, N-에틸아닐린 등 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

N,N-다이메틸아닐린 외 15종

1.4 간섭물질

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

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

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

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.25 mm, 필름두께 0.25 ~ 1.4 μm, 길이 30 ~ 60 m의 HP-5ms, DB-5ms, DB-624, DB-624UI 및 HP-INNOWAX 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 1 mL/min ~ 20 mL/min, 시료도입부 온도는 160 ℃ ~ 280 ℃, 컬럼온도는 35 ℃ ~ 320 ℃, 검출기온도는 270 ℃로 사용한다.

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

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 에탄올 (Ethanol, C_2H_6O)

3.2 표준용액

3.2.1 N,N-다이메틸아닐린 표준원액 (10,000 mg/L)

N,N-다이메틸아닐린 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 N,N-다이메틸아닐린 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지

않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 N,N-다이메틸아닐린 10 mg을 함유한다.

3.2.2 N-에틸아닐린 표준원액 (10,000 mg/L)

N-에틸아닐린 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 N-에틸아닐린 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 N-에틸아닐린 10 mg을 함유한다.

3.2.3 N,N-다이에틸 표준원액 (10,000 mg/L)

N,N-다이에틸 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 N,N-다이에틸 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 N,N-다이에틸 10 mg을 함유한다.

3.2.4 2-아미노-3-클로로-5-(트라이플루오로메틸)피리딘 표준원액 (10,000 mg/L)

2-아미노-3-클로로-5-(트라이플루오로메틸)피리딘 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 2-아미노-3-클로로-5-(트라이플루오로메틸)피리딘 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 2-아미노-3-클로로-5-(트라이플루오로메틸)피리딘 10 mg을 함유한다.

3.2.5 p-크레졸 표준원액 (10,000 mg/L)

p-크레졸 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 p-크레졸 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음

밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 p-크레졸 10 mg을 함유한다.

3.2.6 m-크레졸 표준원액 (10,000 mg/L)

m-크레졸 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 m-크레졸 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 m-크레졸 10 mg을 함유한다.

3.2.7 o-크레졸 표준원액 (10,000 mg/L)

o-크레졸 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 o-크레졸 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 o-크레졸 10 mg을 함유한다.

3.2.8 1,4-뷰티네다이올 표준원액 (10,000 mg/L)

1,4-뷰티네다이올 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 1,4-뷰티네다이올 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 1,4-뷰티네다이올 10 mg을 함유한다.

3.2.9 4-아미노피리딘 표준원액 (10,000 mg/L)

4-아미노피리딘 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 4-아미노피리딘 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록

나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 4-아미노피리딘 10 mg을 함유한다.

3.2.10 N,4-다이메틸아닐린 표준원액 (10,000 mg/L)

N,4-다이메틸아닐린 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 N,4-다이메틸아닐린 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 N,4-다이메틸아닐린 10 mg을 함유한다.

3.2.11 N,N-다이에틸-P-톨루이딘 표준원액 (10,000 mg/L)

N,N-다이에틸-P-톨루이딘 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 N,N-다이에틸-P-톨루이딘 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 N,N-다이에틸-P-톨루이딘 10 mg을 함유한다.

3.2.12 2-클로로아닐린 표준원액 (10,000 mg/L)

2-클로로아닐린 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 2-클로로아닐린 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 2-클로로아닐린 10 mg을 함유한다.

3.2.13 2-클로로피리딘 표준원액 (10,000 mg/L)

2-클로로피리딘 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 2-클로로피리딘 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣

은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 2-클로로피리딘 10 mg을 함유한다.

3.2.14 다이알릴아민 표준원액 (10,000 mg/L)
다이알릴아민 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 다이알릴아민 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 다이알릴아민 10 mg을 함유한다.

3.2.15 프로파질 알코올 표준원액 (10,000 mg/L)
프로파질 알코올 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 프로파질 알코올 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 프로파질 알코올 10 mg을 함유한다.

3.2.16 1-클로로-2-나이트로벤젠 표준원액 (10,000 mg/L)
1-클로로-2-나이트로벤젠 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 1-클로로-2-나이트로벤젠 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 1-클로로-2-나이트로벤젠 10 mg을 함유한다.

3.2.17 혼합표준용액 (2,000 mg/L)
10 mL 부피플라스크에 각 표준원액 0.5 mL 씩 넣고 에탄올로 표선까지 채운 다음 혼합한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고에 보존하고, 제조 후 4 주일 이내에 사용한다.

4) 분석

4.1 전처리

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

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

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 혼합표준용액 (2,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (5 ~ 500) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

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

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

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	HP-INNOWAX (60 m × 0.25 mm × 0.25 μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (1.0 mL/min)				
분할비	1 : 20				
주입구 온도	270 ℃				
검출기 온도	270 ℃				
오븐 온도	초기온도 (℃) 40.0	초기시간 (min.) 5.0	승온속도 (℃/min.) 10.0	최종온도 (℃) 240.0	최종시간 (min.) 10.0

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 기체크로마토그래프법(N,N-Dimethylaniline 외 15종) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-183	N,N-Dimethylaniline	121-69-7
97-1-183	N-Ethylaniline	103-69-5
97-1-183	N,N-Diethylbenzenamine	91-66-7
97-1-188	ACTP	79456-26-1
97-1-268	4-Methylphenol	106-44-5
97-1-268	m-Cresol	108-39-4
97-1-268	2-Methylphenol	95-48-7
97-1-435	2-Butyne-1,4-diol	110-65-6
97-1-449	4-Aminopyridine	504-24-5
97-1-451	N-Methyl-p-toluidine	623-08-5
97-1-451	N,N-Diethyl-4-methylbenzenamine	613-48-9
97-1-454	2-Chlorobenzeneamine	95-51-2
97-1-457	2-Chloropyridine	109-09-1
97-1-465	N-2-Propenyl-2-propen-1-amine	124-02-7
97-1-466	2-Propyn-1-ol	107-19-7
99-1-491	1-Chloro-2-nitrobenzene	88-73-3

Q. Di-n-butylamine 외 7종

1) 개요

1.1 목적

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

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 다이뷰틸아민, 말로노나이트릴 등 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

다이뷰틸아민 외 7종

1.4 간섭물질

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

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

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

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.25 mm, 필름두께 0.25 ~ 1.4 μm, 길이 30 ~ 60 m의 HP-5ms, DB-5ms, DB-624, DB-624UI 및 HP-INNOWAX 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 1 mL/min ~ 20 mL/min, 시료도입부 온도는 160 ℃ ~ 280 ℃, 컬럼온도는 35 ℃ ~ 320 ℃, 검출기온도는 270 ℃로 사용한다.

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

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 에탄올 (Ethanol, C_2H_6O)

3.2 표준용액

3.2.1 다이뷰틸아민 표준원액 (100,000 mg/L)

다이뷰틸아민 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 다이뷰틸아민 표준물질(순도 99.0 % 이상) 1 g을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록

나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 다이뷰틸아민 0.1 g을 함유한다.

3.2.2 말로노나이트릴 표준원액 (100,000 mg/L)

말로노나이트릴 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 말로노나이트릴 표준물질(순도 99.0 % 이상) 1 g을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 말로노나이트릴 0.1 g을 함유한다.

3.2.3 비스(2-에틸헥실)아민 표준원액 (100,000 mg/L)

비스(2-에틸헥실)아민 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 비스(2-에틸헥실)아민 표준물질(순도 99.0 % 이상) 1 g을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 비스(2-에틸헥실)아민 0.1 g을 함유한다.

3.2.4 아이소뷰틸아민 표준원액 (100,000 mg/L)

아이소뷰틸아민 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 아이소뷰틸아민 표준물질(순도 99.0 % 이상) 1 g을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 아이소뷰틸아민 0.1 g을 함유한다.

3.2.5 트라이페닐포스핀 표준원액 (100,000 mg/L)

트라이페닐포스핀 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 트라이페닐포스핀 표준물질(순도 99.0 % 이상) 1 g을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣

은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 트라이페닐포스핀 0.1 g을 함유한다.

3.2.6 1,4-벤젠다이아민 표준원액 (100,000 mg/L)

1,4-벤젠다이아민 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 1,4-벤젠다이아민 표준물질(순도 99.0 % 이상) 1 g을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 1,4-벤젠다이아민 0.1 g을 함유한다.

3.2.7 1,2-벤젠다이아민 표준원액 (100,000 mg/L)

1,2-벤젠다이아민 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 1,2-벤젠다이아민 표준물질(순도 99.0 % 이상) 1 g을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 1,2-벤젠다이아민 0.1 g을 함유한다.

3.2.8 2,4-다이나이트로페놀 표준원액 (100,000 mg/L)

2,4-다이나이트로페놀 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 2,4-다이나이트로페놀 표준물질(순도 99.0 % 이상) 1 g을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 2,4-다이나이트로페놀 0.1 g을 함유한다.

3.2.9 혼합표준용액 (10,000 mg/L)

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

4) 분석

4.1 전처리

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

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

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 혼합표준용액 (10,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (10 ~ 1000) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

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

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

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-5ms (60 m × 0.25 mm × 1.4 μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (20 mL/min)				
분할비	1 : 20				
주입구 온도	270 ℃				
검출기 온도	270 ℃				
오븐 온도	초기온도 (℃)	초기시간 (min.)	승온속도 (℃/min.)	최종온도 (℃)	최종시간 (min.)
	40.0	5.0	10.0	240.0	10.0

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

〈첨부〉 기체크로마토그래프법(Di-n-butylamine 외 7종) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-21	Di-n-butylamine	111-92-2
97-1-65	Malononitrile	109-77-3
97-1-120	Bis(2-ethylhexyl)amine	106-20-7
97-1-227	Isobutylamine	78-81-9
97-1-311	Triphenylphosphine	603-35-0
97-1-334	1,4-Benzenediamine	106-50-3
97-1-334	1,2-Benzenediamine	95-54-5
97-1-415	2,4-Dinitrophenol	51-28-5

R. Methanol 외 2종

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 메틸알코올, 메틸 에틸 케톤 등의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 기체크로마토그래프법으로 시료 중 대상물질을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 메틸알코올, 메틸 에틸 케톤 등 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

메틸알코올 외 2종

1.4 간섭물질

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

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

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

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.25 mm, 필름두께 0.25 ~ 1.4 μm, 길이 30 ~ 60 m의 HP-5ms, DB-5ms, DB-624, DB-624UI 및 HP-INNOWAX 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 1 mL/min ~ 20 mL/min, 시료도입부 온도는 160 ℃ ~ 280 ℃, 컬럼온도는 35 ℃ ~ 320 ℃, 검출기온도는 270 ℃로 사용한다.

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

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 에탄올 (Ethanol, C_2H_6O)

3.2 표준용액

3.2.1 메틸알코올 표준원액 (10,000 mg/L)

메틸알코올 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 메틸알코올 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어

넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 메틸알코올 10 mg을 함유한다.

3.2.2 메틸 에틸 케톤 표준원액 (10,000 mg/L)
메틸 에틸 케톤 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 메틸 에틸 케톤 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 메틸 에틸 케톤 10 mg을 함유한다.

3.2.3 N,N-다이메틸-P-톨루이딘 표준원액 (10,000 mg/L)
N,N-다이메틸-P-톨루이딘 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 N,N-다이메틸-P-톨루이딘 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 N,N-다이메틸-P-톨루이딘 10 mg을 함유한다.

3.2.4 혼합표준용액 (1,000 mg/L)
10 mL 부피플라스크에 각 표준원액 1.0 mL 씩 넣고 에탄올로 표선까지 채운 다음 혼합한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고에 보존하고, 제조 후 4 주일 이내에 사용한다.

4) 분석

4.1 전처리

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

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

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 혼합표준용액 (1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (10 ~ 500) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

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

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

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-624 (60 m × 0.25 mm × 1.4 μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (20 mL/min)				
분할비	1 : 20				
주입구 온도	270 ℃				
검출기 온도	270 ℃				
오븐 온도	초기온도 (℃)	초기시간 (min.)	승온속도 (℃/min.)	최종온도 (℃)	최종시간 (min.)
	40.0	5.0	10.0	240.0	10.0

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 기체크로마토그래프법(Methanol ; Methyl alcohol 외 2종) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-80	Methanol ; Methyl alcohol	67-56-1
97-1-81	Methyl ethyl ketone ; MEK, 2-Butanone	78-93-3
97-1-451	N,N,4-Trimethylbenzenamine	99-97-8

S. Methacrylonitrile 외 2종

1) 개요

1.1 목적

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

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 메타크릴로나이트릴, 아닐린 등 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

메타크릴로나이트릴 외 2종

1.4 간섭물질

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

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

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

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.25 mm, 필름두께 0.25 ~ 1.4 μm, 길이 30 ~ 60 m의 HP-5ms, DB-5ms, DB-624, DB-624UI 및 HP-INNOWAX 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 1 mL/min ~ 20 mL/min, 시료도입부 온도는 160 ℃ ~ 280 ℃, 컬럼온도는 35 ℃ ~ 320 ℃, 검출기온도는 270 ℃로 사용한다.

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

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 에탄올 (Ethanol, C_2H_6O)

3.2 표준용액

3.2.1 메타크릴로나이트릴 표준원액 (10,000 mg/L)

메타크릴로나이트릴 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 메타크릴로나이트릴 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에

공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 메타크릴로나이트릴 10 mg을 함유한다.

3.2.2 아닐린 표준원액 (10,000 mg/L)
아닐린 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 아닐린 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 아닐린 10 mg을 함유한다.

3.2.3 알릴 알코올 표준원액 (10,000 mg/L)
알릴 알코올 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 알릴 알코올 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 알릴 알코올 10 mg을 함유한다.

3.2.4 혼합표준용액 (1,000 mg/L)
10 mL 부피플라스크에 각 표준원액 1.0 mL 씩 넣고 에탄올로 표선까지 채운 다음 혼합한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고에 보존하고, 제조 후 4 주일 이내에 사용한다.

4) 분석

4.1 전처리

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

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

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 혼합표준용액 (1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (10 ~ 500) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

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

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

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-624 (60 m × 0.25 mm × 1.4 μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (20 mL/min)				
분할비	1 : 20				
주입구 온도	270 ℃				
검출기 온도	270 ℃				
오븐 온도	초기온도 (℃)	초기시간 (min.)	승온속도 (℃/min.)	최종온도 (℃)	최종시간 (min.)
	40.0	5.0	10.0	240.0	10.0

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 기체크로마토그래프법(Methacrylonitrile 외 2종) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-73	Methacrylonitrile	126-98-7
97-1-156	Aniline	62-53-3
97-1-182	2-Propen-1-ol	107-18-6

T. Methyl chloroacetate

1) 개요

1.1 목적

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

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 메틸 클로로아세테이트 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

메틸 클로로아세테이트

1.4 간섭물질

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

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

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

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.25 mm, 필름두께 0.25 ~ 1.4 μm, 길이 30 ~ 60 m의 HP-5ms, DB-5ms, DB-624, DB-624UI 및 HP-INNOWAX 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 1 mL/min ~ 20 mL/min, 시료도입부 온도는 160 ℃ ~ 280 ℃, 컬럼온도는 35 ℃ ~ 320 ℃, 검출기온도는 270 ℃로 사용한다.

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

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 에탄올 (Ethanol, C_2H_6O)

3.2 표준용액

3.2.1 메틸 클로로아세테이트 표준원액 (10,000 mg/L)

메틸 클로로아세테이트 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 메틸 클로로아세테이트 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도

록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 메틸 클로로아세테이트 10 mg을 함유한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 정밀하게 달아 10 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.

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

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 메틸 클로로아세테이트 표준원액 (10,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (10 ~ 500) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

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

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

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-624 (60 m × 0.25 mm × 1.4 μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (20 mL/min)				
분할비	1 : 20				
주입구 온도	270 ℃				
검출기 온도	270 ℃				
오븐 온도	초기온도 (℃) 40.0	초기시간 (min.) 5.0	승온속도 (℃/min.) 10.0	최종온도 (℃) 240.0	최종시간 (min.) 3.0

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 메틸 클로로아세테이트 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 메틸 클로로아세테이트 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 기체크로마토그래프법(Methyl chloroacetate) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-82	Methyl chloroacetate	96-34-4

U. Cyclohexylamine

1) 개요

1.1 목적

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

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 사이클로헥실아민 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

사이클로헥실아민

1.4 간섭물질

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

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

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

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.25 mm, 필름두께 0.25 ~ 1.4 μm, 길이 30 ~ 60 m의 HP-5ms, DB-5ms, DB-624, DB-624UI 및 HP-INNOWAX 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 1 mL/min ~ 20 mL/min, 시료도입부 온도는 160 ℃ ~ 280 ℃, 컬럼온도는 35 ℃ ~ 320 ℃, 검출기온도는 270 ℃로 사용한다.

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

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 에탄올 (Ethanol, C_2H_6O)

3.2 표준용액

3.2.1 사이클로헥실아민 표준원액 (10,000 mg/L)

사이클로헥실아민 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 사이클로헥실아민 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도

록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 사이클로헥실아민 10 mg을 함유한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 정밀하게 달아 10 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.

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

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 사이클로헥실아민 표준원액 (10,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (10 ~ 500) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

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

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

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-624 (60 m × 0.25 mm × 1.4 μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (20 mL/min)				
분할비	1 : 20				
주입구 온도	160 ℃				
검출기 온도	270 ℃				
오븐 온도	초기온도 (℃)	초기시간 (min.)	승온속도 (℃/min.)	최종온도 (℃)	최종시간 (min.)
	35.0	10.0	20.0	240.0	3.0

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 사이클로헥실아민 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 사이클로헥실아민 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 기체크로마토그래프법(Cyclohexylamine) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-148	Cyclohexylamine	108-91-8

V. Ethyl chloride

1) 개요

1.1 목적

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

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 염화 에틸 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

염화 에틸

1.4 간섭물질

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

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

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

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.25 mm, 필름두께 0.25 ~ 1.4 μm, 길이 30 ~ 60 m의 HP-5ms, DB-5ms, DB-624, DB-624UI 및 HP-INNOWAX 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 1 mL/min ~ 20 mL/min, 시료도입부 온도는 160 ℃ ~ 280 ℃, 컬럼온도는 35 ℃ ~ 320 ℃, 검출기온도는 270 ℃로 사용한다.

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

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 에탄올 (Ethanol, C_2H_6O)

3.2 표준용액

3.2.1 염화 에틸 표준원액 (10,000 mg/L)

염화 에틸 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 염화 에틸 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은

다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 염화 에틸 10 mg을 함유한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 정밀하게 달아 10 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.

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

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 염화 에틸 표준원액 (10,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (10 ~ 500) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

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

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

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-624 (60 m × 0.25 mm × 1.4 μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (20 mL/min)				
분할비	1 : 20				
주입구 온도	270 ℃				
검출기 온도	270 ℃				
오븐 온도	초기온도 (℃) 80.0	초기시간 (min.) 5.0	승온속도 (℃/min.) 10.0	최종온도 (℃) 240.0	최종시간 (min.) 10.0

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 염화 에틸 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 염화 에틸 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 기체크로마토그래프법(Ethyl chlroride) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-205	Ethyl chlroride	75-00-3

W. Cresol 외 1종

1) 개요

1.1 목적

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

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 크레졸, 페놀 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

크레졸 외 1종

1.4 간섭물질

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

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

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

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.25 mm, 필름두께 0.25 ~ 1.4 μm, 길이 30 ~ 60 m의 HP-5ms, DB-5ms, DB-624, DB-624UI 및 HP-INNOWAX 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 1 mL/min ~ 20 mL/min, 시료도입부 온도는 160 ℃ ~ 280 ℃, 컬럼온도는 35 ℃ ~ 320 ℃, 검출기온도는 270 ℃로 사용한다.

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

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 에탄올 (Ethanol, C_2H_6O)

3.2 표준용액

3.2.1 크레졸 (10,000 mg/L)

크레졸 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 크레졸 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은

다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 크레졸 10 mg을 함유한다.

3.2.2 페놀 (10,000 mg/L)
페놀 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 페놀 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올 8 mL을 넣고 녹인 후 에탄올로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 페놀 10 mg을 함유한다.

3.2.3 혼합표준용액 (1,000 mg/L)
10 mL 부피플라스크에 각 표준원액 1.0 mL 씩 넣고 에탄올로 표선까지 채운 다음 혼합한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고에 보존하고, 제조 후 4 주일 이내에 사용한다.

4) 분석

4.1 전처리

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

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

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 혼합표준용액 (1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (10 ~ 500) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

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

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

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	DB-624 (60 m × 0.25 mm × 1.4 μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (1 mL/min)				
분할비	1 : 20				
주입구 온도	270 ℃				
검출기 온도	270 ℃				
오븐 온도	초기온도 (℃)	초기시간 (min.)	승온속도 (℃/min.)	최종온도 (℃)	최종시간 (min.)
	80.0	5.0	10.0	240.0	10.0

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 염화 에틸 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 염화 에틸 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 기체크로마토그래프법(Cresol 외 1종) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-268	Cresol	1319-77-3
97-1-332	Phenol	108-95-2

X. Cyclohexane-1,2-dicarboxylic anhydride류

1) 개요

1.1 목적

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

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 헥사하이드로프탈린 무수물 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

헥사하이드로프탈린 무수물

1.4 간섭물질

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

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

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

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.25 mm, 필름두께 0.25 ~ 1.4 ㎛, 길이 30 ~ 60 m의 HP-5ms, DB-5ms, DB-624, DB-624UI 및 HP-INNOWAX 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 1 mL/min ~ 20 mL/min, 시료도입부 온도는 160 ℃ ~ 280 ℃, 컬럼온도는 35 ℃ ~ 320 ℃, 검출기온도는 270 ℃로 사용한다.

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

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 노말 헥산(n-Hexane, C_6H_{14})

3.2 표준용액

3.2.1 헥사하이드로프탈린 무수물 표준원액 (10,000 mg/L)

헥사하이드로프탈린 무수물 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 헥사하이드로프탈린 무수물 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 노말 헥산 8 mL을 넣고 녹인 후 노말 헥산으로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의

바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃ 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 헥사하이드로프탈린 무수물 10 mg을 함유한다.

4) 분석

4.1 전처리

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

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

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 헥사하이드로프탈린 무수물 표준원액 (10,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (10 ~ 1000) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

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

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

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	HP-5ms (30 m × 0.25 mm × 0.25 ㎛)							
운반기체(유속)	헬륨 (1 mL/min)							
분할비	1 : 20							
주입구 온도	280 ℃							
검출기 온도	270 ℃							
오븐 온도	초기온도 (℃)	초기시간 (min.)	승온속도 (℃/min.)	온도 (℃)	시간 (min.)	승온속도 (℃/min.)	최종온도 (℃)	최종시간 (min.)
	60.0	1.0	10.0	260.0	5.0	30.0	320.0	2.0

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 헥사하이드로프탈린 무수물 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 헥사하이드로프탈린 무수물 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 기체크로마토그래프법(Cyclohexane-1,2-dicarboxylic anhydride) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
54	Cyclohexane-1,2-dicarboxylic anhydride	85-42-7

Y. N-methylacetamide 외 1종

1) 개요

1.1 목적

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

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 N-메틸아세트아마이드, 헥사클로로부타디엔 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

N-메틸아세트아마이드, 헥사클로로부타디엔

1.4 간섭물질

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

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

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

2) 분석기기 및 기구

2.1 기체크로마토그래프

2.1.1 기체크로마토그래프를 사용하며, 컬럼은 안지름 0.25 mm, 필름두께 0.25 ~ 1.4 μm, 길이 30 ~ 60 m의 HP-5ms, DB-5ms, DB-624, DB-624UI 및 HP-INNOWAX 등의 모세관이나 동등 이상의 분리성능을 가진 모세관으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시험한다.

2.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 헬륨(또는 질소)로 유량은 1 mL/min ~ 20 mL/min, 시료도입부 온도는 160 ℃ ~ 280 ℃, 컬럼온도는 35 ℃ ~ 320 ℃, 검출기온도는 270 ℃로 사용한다.

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

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 마이크로피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 노말 헥산(n-Hexane, C_6H_{14})

3.2 표준용액

3.2.1 N-메틸아세트아마이드 표준원액 (10,000 mg/L)

N-메틸아세트아마이드 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 N-메틸아세트아마이드 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 노말 헥산 8 mL을 넣고 녹인 후 노말

헥산으로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃ 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 N-메틸아세트아마이드 10 mg을 함유한다.

3.2.2 헥사클로로부타디엔 표준원액 (10,000 mg/L)
헥사클로로부타디엔 표준원액을 제조하여 판매하는 것을 구입하여 사용하거나 제조하여 사용한다. 제조하여 사용할 때에는 헥사클로로부타디엔 표준물질(순도 99.0 % 이상) 100 mg을 정확하게 취하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 노말 헥산 8 mL을 넣고 녹인 후 노말 헥산으로 표선까지 채운다. 이 용액은 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4 ℃ 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다. 1 mL는 헥사클로로부타디엔 10 mg을 함유한다.

3.2.3 혼합표준용액 (1,000 mg/L)
10 mL 부피플라스크에 각 표준원액 1.0 mL 씩 넣고 메탄올로 표선까지 채운 다음 혼합한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고에 보존하고, 제조 후 4 주일 이내에 사용한다.

4) 분석

4.1 전처리

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

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

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 혼합표준용액 (1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 (10 ~ 500) mg/L의 농도가 되도록 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농

도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액 (1 ~ 2) μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다. 기체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

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

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

< 기체크로마토그래프 불꽃이온화검출기(FID) 분석 조건 >

컬럼	HP-INNOWAX (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm)				
운반기체(유속)	헬륨 (1 mL/min)				
분할비	1 : 20				
주입구 온도	270 ℃				
검출기 온도	270 ℃				
오븐 온도	초기온도 (℃) 40.0	초기시간 (min.) 5.0	승온속도 (℃/min.) 10.0	최종온도 (℃) 240.0	최종시간 (min.) 10.0

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 기체크로마토그래프법(N-methylacetamide 외 1종) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
42	N-methylacetamide	79-16-3
56	Hexachlorobutadiene, HCBD	87-68-3

4. 액체크로마토그래프법(LC)

A. Diafenthiuron

1) 개요

1.1 목적

이 시험기준은 유해화학물질 중 다이아펜티유론의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래프-자외선/가시광선 분광광도계로 시료 중 다이아펜티유론을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 유해화학물질 중의 다이아펜티유론 물질 분석에 적용한다.

1.3 간섭물질

1.3.1 추출 용매에는 분석성분의 머무름 시간에서 피크가 나타나는 간섭물질이 있을 수 있다. 희석 용매 안에 간섭물질이 발견되면 증류하거나 컬럼 크로마토그래피에 의해 제거한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 고성능액체크로마토그래프

2.1.1 고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이이검출기, DAD)로 이루어져야한다. 분리관은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 분리관(ODS 계통 분리관)을 사용하고 이동상 용매를 혼합비율에 따라 조절할 수 있어야 한다. 주입구(Injector)의 샘플루프(Loop)는 대상 시료의 농도에 따라 20 μL~100 μL의 범위 내의 것을 사용한다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 초음파추출기

2.4 시린지 필터

0.45 μm 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.5 부피플라스크

10 mL ~ 1,000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.6 피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 아세톤(Acetone, C_3H_6O)

3.2 표준용액

3.2.1 다이아펜티유론 표준원액 (10,000 mg/L)

고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.1.1 20 mL 부피플라스크에 다이아펜티유론 200 mg을 넣고 아세톤으로 표선까지 채운다.

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

3.2.2 다이아펜티유론 표준용액(1,000 mg/L)

10 mL 부피플라스크에 표준원액 1 mL를 넣고 아세톤으로 표선까지 채운다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 0.8 g의 무게를 측정하여 1,000 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다.

4.1.2 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 아세톤 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.3 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 표준용액(1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다.

4.2.2 농도를 가로축(x 축)에, 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

4.3 측정

4.3.1 시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주입한다.

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

< 액체크로마토그래프-자외선/가시광선 분광광도계 분석 조건 >

<table>
<tr><th>항목</th><th>조 건</th></tr>
<tr><td>컬럼</td><td>Agilent C_{18} (4.6 mm × 250 mm, 5 μm)</td></tr>
<tr><td>이동상</td><td>A : Water
B : Methanol
<table>
<tr><th>시간(min)</th><th>A(%)</th><th>B(%)</th></tr>
<tr><td>0</td><td>80</td><td>20</td></tr>
<tr><td>3</td><td>70</td><td>30</td></tr>
<tr><td>5</td><td>10</td><td>90</td></tr>
<tr><td>17</td><td>10</td><td>90</td></tr>
<tr><td>17.5</td><td>80</td><td>20</td></tr>
<tr><td>20</td><td>80</td><td>20</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>40 ℃</td></tr>
<tr><td>파장</td><td>250 nm</td></tr>
</table>

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 액체크로마토그래프법(Diafenthiuron) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-15	Diafenthiuron	80060-09-9

B. Crotonaldehyde

1) 개요

1.1 목적

이 시험기준은 유해화학물질 중 크로톤알데하이드의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래프-자외선/가시광선 분광광도계로 시료 중 크로톤알데하이드를 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 유해화학물질 중의 크로톤알데하이드 물질 분석에 적용한다.

1.3 간섭물질

1.3.1 추출 용매에는 분석성분의 머무름 시간에서 피크가 나타나는 간섭물질이 있을 수 있다. 희석 용매 안에 간섭물질이 발견되면 증류하거나 컬럼 크로마토그래피에 의해 제거한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 고성능액체크로마토그래프

2.1.1 고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이이검출기, DAD)로 이루어져야한다. 분리관은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 분리관(ODS 계통 분리관)을 사용하고 이동상 용매를 혼합비율에 따라 조절할 수 있어야 한다. 주입구(Injector)의 샘플루프(Loop)는 대상 시료의 농도에 따라 20 μL~100 μL의 범위 내의 것을 사용한다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 초음파추출기

2.4 시린지 필터

0.45 μm 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.5 부피플라스크

10 mL ~ 1,000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.6 피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 정제수

바탕시험 할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.1.2 아세토니트릴 (Acetonitrile, C_2H_3N, 41.05)

바탕시험 할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.1.3 초산(Acetic acid, CH_3COOH)

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

3.1.5 초산염암모늄(Ammonium acetate, CH_3COONH_4)

3.1.6 초산염 완충용액 (Acetate buffer, pH 5.0 ± 0.1)

초산 용액(5 M) 40 mL와 초산염암모늄 용액(5 M) 60 mL를 섞은 후 pH를 측정한다. pH가 (5.0 ± 0.1)를 벗어나는 경우, 0.1 N 염산 용액으로 pH를 맞춘다.

3.1.6.1 5 M 초산 용액

초산(3.1.3) 30.0 g을 취하여 100 mL 부피플라스크에 넣어 정제수로 표선까지 채운다.

3.1.6.2 5 M 초산염암모늄 용액

초산염암모늄(4.1.5) 38.5 g을 취하여 비커에 넣고 정제수를 가하여 녹인 다음 100 mL 부피플라스크로 옮겨 정제수로 표선까지 채운다.

3.1.7 0.3 % 2,4-디니트로페닐하이드라진용액

3.1.7.1 2,4-디니트로페닐하이드라진 (2,4-dinitrophenylhydrazine, $C_6H_6N_4O_4$, 분자량 : 198.1, 70 V/V%) 428.7 mg을 취하여 아세토니트릴에 녹여 100 mL로 한다. 완전히 녹지 않은 경우에는 여과한다.

3.1.7.2 DNPH는 다음과 같이 정제하여 사용할 수 있다. 200 mL 아세토니트릴에 DNPH를 과포화 되게 넣고 1시간을 끓인다. 상층에 부유물을 제거한 후 40 ℃로 냉각시킨 후 60 ℃에서 용매의 95 %를 제거한다. 용액을 제거한 후 아세토니트릴로 결정을 세 번 씻어준다. DNPH 고체상에 200 mL 아세토니트릴을 가한 후 위의 정제 과정을 반복한다. 불순물의 제거가 만족할 때에 오염이 되지 않게 보관하여 사용한다.

3.2 표준용액

3.2.1 크로톤알데하이드 표준원액 (10,000 mg/L)
고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.1.1 20 mL 부피플라스크에 크로톤알데하이드 200 mg을 넣고 정제수로 표선까지 채운다.

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

3.2.2 크로톤알데하이드 표준용액(1,000 mg/L)
10 mL 부피플라스크에 표준원액 1 mL를 넣고 정제수로 표선까지 채운다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 0.1 g 을 정밀하게 달아 10 mL 부피플라스크에 넣고 정제수로 표선까지 채운 후 볼텍스 믹서로 1분 이상 균질하게 교반한다. 필요시 시료량을 조정할 수 있다.

4.1.2 20 mL 헤드스페이스용 바이알에 부유물을 제거한 시료용액 1 mL 넣고 초산염 완충용액 4 mL와 0.3 % 2,4-디니트로페닐하이드라진(DNPH) 용액 6 mL를 순서대로 첨가하여 볼텍스 믹서로 1분 이상 교반한다.

4.1.3 이 바이알을 초음파를 이용하여 60분간 반응시킨 후 실온으로 방냉한다.

4.1.4 시료용액의 상층액(아세토니트릴층)을 분취하여 10 mL가 되도록 아세토니트릴을 가하고 0.45 μm 멤브레인(PTFE)필터로 여과하여 기기분석을 실시한다.

4.1.5 별도로 정제수를 4.1.1 ~ 4.1.4의 절차에 따라 전처리를 실시하여 방법바탕시료를 준비한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 표준용액(1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다.

4.2.2 농도를 가로축(x 축)에, 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

4.3 측정

4.3.1 시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주입한다.

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

< 액체크로마토그래프-자외선/가시광선 분광광도계 분석 조건 >

<table>
<tr><th>항목</th><th>조 건</th></tr>
<tr><td>컬럼</td><td>Agilent C_{18} (4.6 mm × 250 mm, 5 μm)</td></tr>
<tr><td>이동상</td><td>A : Water
B : Acetonitrile
<table>
<tr><th>시간(min)</th><th>A(%)</th><th>B(%)</th></tr>
<tr><td>0</td><td>35</td><td>65</td></tr>
<tr><td>3</td><td>35</td><td>65</td></tr>
<tr><td>7</td><td>5</td><td>95</td></tr>
<tr><td>8.5</td><td>5</td><td>95</td></tr>
<tr><td>9</td><td>35</td><td>65</td></tr>
<tr><td>12</td><td>35</td><td>65</td></tr>
</table></td></tr>
<tr><td>유속</td><td>1.1 mL/min</td></tr>
<tr><td>주입량</td><td>20 μL</td></tr>
<tr><td>컬럼 온도</td><td>35 ℃</td></tr>
<tr><td>파장</td><td>380 nm</td></tr>
</table>

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

〈첨부〉 액체크로마토그래프법(Crotonaldehyde) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-270	Crotonaldehyde	123-73-9

C. Omadine

1. 개요

1.1 목적

이 시험기준은 유해화학물질 중 오마딘의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래프-다이오드어레이검출기로 시료 중 오마딘을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 유해화학물질 중의 오마딘 물질 분석에 적용한다.

1.3 간섭물질

1.3.1 추출 용매에는 분석성분의 머무름 시간에서 피크가 나타나는 간섭물질이 있을 수 있다. 희석 용매 안에 간섭물질이 발견되면 증류하거나 컬럼 크로마토그래피에 의해 제거한다.

2. 분석기기 및 기구

2.1 고성능액체크로마토그래프

2.1.1 고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이검출기, DAD)로 이루어져야한다. 분리관은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 분리관(ODS 계통 분리관)을 사용하고 이동상 용매를 혼합비율에 따라 조절할 수 있어야 한다. 주입구(Injector)의 샘플루프(Loop)는 대상 시료의 농도에 따라 10 μL~100 μL의 범위 내의 것을 사용한다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 초음파추출기

2.4 시린지 필터

0.45 μm 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.5 부피플라스크

10 mL ~ 1,000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.6 피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3. 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 메탄올

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

3.2 표준용액

3.2.1 오마딘 표준원액 (1,000 mg/L)

고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.1.1 25 mL 부피플라스크에 메탄올 20 mL를 넣고 오마딘(순도 > 99 % 이상 사용)을 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

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

4. 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 무게를 측정하여 100 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다.

4.1.2 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 메탄올 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.3 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 오마딘 표준용액(1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다.

4.2.2 오마딘의 농도를 가로축(x 축)에, 오마딘의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

4.3 측정

4.3.1 시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주입한다.

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

< 액체크로마토그래프-다이오드어레이검출기 분석 조건 >

<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 : 0.3% Phosphoric acid in Water
B : Acetonitrile
<table>
<tr><th>시간(min)</th><th>A(%)</th><th>B(%)</th></tr>
<tr><td>0</td><td>90</td><td>10</td></tr>
<tr><td>2</td><td>90</td><td>10</td></tr>
<tr><td>7</td><td>10</td><td>90</td></tr>
<tr><td>10</td><td>10</td><td>90</td></tr>
<tr><td>12</td><td>90</td><td>10</td></tr>
<tr><td>15</td><td>90</td><td>10</td></tr>
</table></td></tr>
<tr><td>유속</td><td>1 mL/min</td></tr>
<tr><td>주입량</td><td>2 μL</td></tr>
<tr><td>컬럼 온도</td><td>25 ℃</td></tr>
<tr><td>파장</td><td>217 nm</td></tr>
</table>

5. 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 액체크로마토그래프법(Omadine) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-210	Omadine	1121-31-9

D. Ziram

1. 개요

1.1 목적

이 시험기준은 유해화학물질 중 지람의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래프-다이오드어레이검출기로 시료 중 지람을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 유해화학물질 중의 지람 물질 분석에 적용한다.

1.3 간섭물질

1.3.1 추출 용매에는 분석성분의 머무름 시간에서 피크가 나타나는 간섭물질이 있을 수 있다. 희석 용매 안에 간섭물질이 발견되면 증류하거나 컬럼 크로마토그래피에 의해 제거한다.

2. 분석기기 및 기구

2.1 고성능액체크로마토그래프

2.1.1 고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이검출기, DAD)로 이루어져야한다. 분리관은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 분리관(ODS 계통 분리관)을 사용하고 이동상 용매를 혼합비율에 따라 조절할 수 있어야 한다. 주입구(Injector)의 샘플루프(Loop)는 대상 시료의 농도에 따라 10 μL～100 μL의 범위 내의 것을 사용한다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 초음파추출기

2.4 시린지 필터

0.45 μm 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.5 부피플라스크

10 mL ~ 1,000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.6 피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3. 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 아세톤

아세톤(Acetone, CH_3COCH_3)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.2 표준용액

3.2.1 지람 표준원액 (1,000 mg/L)

고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.1.1 25 mL 부피플라스크에 아세톤 20 mL를 넣고 지람(순도 > 99 % 이상 사용)을 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 아세톤으로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

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

4. 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 무게를 측정하여 100 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다.

4.1.2 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 아세톤 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.3 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 지람 표준용액(1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다.

4.2.2 지람의 농도를 가로축(x 축)에, 지람의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

4.3 측정

4.3.1 시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주입한다.

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

< 액체크로마토그래프-다이오드어레이검출기 분석 조건 >

<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 : 0.3% Phosphoric acid in Water
B : Acetonitrile
<table>
<tr><th>시간(min)</th><th>A(%)</th><th>B(%)</th></tr>
<tr><td>0</td><td>30</td><td>70</td></tr>
<tr><td>2</td><td>30</td><td>70</td></tr>
<tr><td>10</td><td>5</td><td>95</td></tr>
<tr><td>12</td><td>5</td><td>95</td></tr>
<tr><td>13</td><td>30</td><td>70</td></tr>
<tr><td>15</td><td>30</td><td>70</td></tr>
</table></td></tr>
<tr><td>유속</td><td>1 mL/min</td></tr>
<tr><td>주입량</td><td>1 μL</td></tr>
<tr><td>컬럼 온도</td><td>30 ℃</td></tr>
<tr><td>파장</td><td>209 nm</td></tr>
</table>

5. 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 액체크로마토그래프법(Ziram) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-244	Ziram	137-30-4

E. Dithianone

1. 개요

1.1 목적

이 시험기준은 유해화학물질 중 디티아논의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래프-다이오드어레이검출기로 시료 중 디티아논을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 유해화학물질 중의 디티아논 물질 분석에 적용한다.

1.3 간섭물질

1.3.1 추출 용매에는 분석성분의 머무름 시간에서 피크가 나타나는 간섭물질이 있을 수 있다. 희석 용매 안에 간섭물질이 발견되면 증류하거나 컬럼 크로마토그래피에 의해 제거한다.

2. 분석기기 및 기구

2.1 고성능액체크로마토그래프

2.1.1 고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이검출기, DAD)로 이루어져야한다. 분리관은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 분리관(ODS 계통 분리관)을 사용하고 이동상 용매를 혼합비율에 따라 조절할 수 있어야 한다. 주입구(Injector)의 샘플루프(Loop)는 대상 시료의 농도에 따라 10 μL~100 μL의 범위 내의 것을 사용한다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 초음파추출기

2.4 시린지 필터

0.45 μm 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.5 부피플라스크

10 mL ~ 1,000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.6 피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3. 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 아세톤

아세톤(Acetone, CH_3COCH_3)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.2 표준용액

3.2.1 디티아논 표준원액 (10,000 mg/L)

고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.1.1 20 mL 부피플라스크에 디티아논 200 mg을 넣고 아세톤으로 표선까지 채운다.

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

3.2.2 디티아논 표준용액(1,000 mg/L)

10 mL 부피플라스크에 표준원액 1 mL를 넣고 아세톤으로 표선까지 채운다.

4. 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 0.8 g을 무게를 측정하여 1,000 mL 부피플라스크에 넣고 아세톤 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다.

4.1.2 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 아세톤 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.3 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 디티아논 표준용액(1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다.

4.2.2 표준용액의 농도를 가로축(x 축)에, 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

4.3 측정

4.3.1 시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주입한다.

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

< 액체크로마토그래프-다이오드어레이검출기 분석 조건 >

<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 : MeOH
<table>
<tr><th>시간(min)</th><th>A(%)</th><th>B(%)</th></tr>
<tr><td>0</td><td>80</td><td>20</td></tr>
<tr><td>3</td><td>70</td><td>30</td></tr>
<tr><td>5</td><td>10</td><td>90</td></tr>
<tr><td>17</td><td>10</td><td>90</td></tr>
<tr><td>17.5</td><td>80</td><td>20</td></tr>
<tr><td>20</td><td>80</td><td>20</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>40 ℃</td></tr>
<tr><td>파장</td><td>330 nm</td></tr>
</table>

5. 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 액체크로마토그래프법(Dithianone) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-52	Dithianone	3347-22-6

F. 2-Methyl-2-propenoylchloride

1. 개요

1.1 목적

이 시험기준은 유해화학물질 중 2-Methyl-2-propenoylchloride의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래프-다이오드어레이검출기로 시료 중 2-Methyl-2-propenoylchloride을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 유해화학물질 중의 2-Methyl-2-propenoylchloride 물질 분석에 적용한다.

1.3 간섭물질

1.3.1 추출 용매에는 분석성분의 머무름 시간에서 피크가 나타나는 간섭물질이 있을 수 있다. 희석 용매 안에 간섭물질이 발견되면 증류하거나 컬럼 크로마토그래피에 의해 제거한다.

2. 분석기기 및 기구

2.1 고성능액체크로마토그래프

2.1.1 고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이검출기, DAD)로 이루어져야한다. 분리관은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 분리관(ODS 계통 분리관)을 사용하고 이동상 용매를 혼합비율에 따라 조절할 수 있어야 한다. 주입구(Injector)의 샘플루프(Loop)는 대상 시료의 농도에 따라 10 μL~100 μL의 범위 내의 것을 사용한다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 초음파추출기

2.4 시린지 필터

0.45 μm 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.5 부피플라스크

10 mL ~ 1,000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.6 피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3. 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 아세토니트릴

아세토니트릴(Acetonitrile, C_2H_3N)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.2 표준용액

3.2.1 2-Methyl-2-propenoylchloride 표준원액 (10,000 mg/L)

고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.1.1 20 mL 부피플라스크에 디티아논 200 mg을 넣고 아세토니트릴로 표선까지 채운다.

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

3.2.2 2-Methyl-2-propenoylchloride 표준용액(1,000 mg/L)

10 mL 부피플라스크에 표준원액 1 mL를 넣고 아세토니트릴로 표선까지 채운다.

4. 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1.0 g을 무게를 측정하여 50 mL 부피플라스크에 넣고 아세토니트릴 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다.

4.1.2 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 아세토니트릴 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.3 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 2-Methyl-2-propenoylchloride 표준용액(1,000 mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다.

4.2.2 표준용액의 농도를 가로축(x 축)에, 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

4.3 측정

4.3.1 시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주입한다.

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

< 액체크로마토그래프-다이오드어레이검출기 분석 조건 >

<table>
<tr><td>항목</td><td>조 건</td></tr>
<tr><td>컬럼</td><td>Kinetex 5 μm C18 100 Å, LC Column 150 x 4.6 mm</td></tr>
<tr><td>이동상</td><td>A : 0.3% Phosphoric acid in Water
B : Acetonitrile
<table><tr><td>시간(min)</td><td>A(%)</td><td>B(%)</td></tr><tr><td>0</td><td>30</td><td>70</td></tr><tr><td>3</td><td>30</td><td>70</td></tr><tr><td>8</td><td>80</td><td>20</td></tr><tr><td>10</td><td>80</td><td>20</td></tr><tr><td>10.5</td><td>30</td><td>70</td></tr><tr><td>13</td><td>30</td><td>70</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>40 ℃</td></tr>
<tr><td>파장</td><td>250 nm</td></tr>
</table>

5. 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 액체크로마토그래프법(2-Methyl-2-propenoylchloride) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
2001-1-522	2-Methyl-2-propenoylchloride	920-46-7

G. Cyprodinil 외 2종

1) 개요

1.1 목적

이 시험기준은 유해화학물질 중 사이프로다이닐, 아크린아트린 등의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래피법으로 시료 중 사이프로다이닐, 아크린아트린을 분리하여 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 유해화학물질 중의 사이프로다이닐, 아크린아트린 등 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

사이프로다이닐 외 2종

1.4 간섭물질

1.4.1 추출 용매에는 분석성분의 머무름 시간에서 피크가 나타나는 간섭물질이 있을 수 있다. 희석 용매 안에 간섭물질이 발견되면 증류하거나 컬럼 크로마토그래피에 의해 제거한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 고성능액체크로마토그래프

2.1.1 고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이이검출기, DAD)로 이루어져야한다. 분리관은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 분리관(ODS 계통 분리관)을 사용하고 이동상 용매를 혼합비율에 따라 조절할 수 있어야 한다. 주입구(Injector)의 샘플루프(Loop)는 대상 시료의 농도에 따라 20 μL～100 μL의 범위 내의 것을 사용한다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 초음파추출기

2.4 시린지 필터

0.45 μm 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.5 부피플라스크

10 mL ~ 1000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.6 피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 아세토나이트릴

아세토나이트릴(Acetonitrile, CH_3CN)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.2 표준용액

3.2.1 사이프로다이닐 표준원액 (1,000 mg/L)

고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.1.1 10 mL 부피플라스크에 아세토나이트릴 8 mL를 넣고 사이프로다이닐 (순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 아세토나이트릴로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

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

3.2.2 아크린아트린 표준원액 (1,000 mg/L)
고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.2.1 10 mL 부피플라스크에 아세토나이트릴 8 mL를 넣고 아크린아트린 (순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 아세토나이트릴으로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

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

3.2.3 피프로닐 표준원액 (1,000 mg/L)
고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.3.1 10 mL 부피플라스크에 아세토나이트릴 8 mL를 넣고 피프로닐 (순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 아세토나이트릴으로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

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

3.2.4 사이프로다이닐 외 2종 혼합표준용액(500 mg/L)

10 mL 부피플라스크에 각각의 표준원액(1,000 mg/L)을 1 mL씩 정확히 취하여 넣고 아세토나이트릴으로 표선을 채운다. 필요시 이 용액을 단계적으로 희석하여 사용한다.

4) 분석절차

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 무게를 측정하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 아세토나이트릴을 가하여 초음파 추출기로 추출한다.

4.1.2 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 아세토나이트릴로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.3 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 사이프로다이닐 외 2종 혼합표준용액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다.

4.2.2 사이프로다이닐 외 2종 각각의 농도를 가로축(x 축)에, 사이프로다이닐 외 2종 각각의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

4.3 측정

4.3.1 시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 고성능액체크로마토그래프에 주입한다.

4.3.2 고성능액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

< 액체크로마토그래프-자외선/가시광선 분광광도계 분석 조건 >

<table>
<tr><th>항목</th><th>조 건</th></tr>
<tr><td>컬럼</td><td>Eclipse XDB-C18
(250 mm x 4.6 with 5 μm)
A : Water
B : Acetonitrile</td></tr>
<tr><td>이동상</td><td>
<table>
<tr><th>시간 (min)</th><th>A (%)</th><th>B (%)</th></tr>
<tr><td>2</td><td>50</td><td>50</td></tr>
<tr><td>5</td><td>0</td><td>100</td></tr>
<tr><td>15</td><td>0</td><td>100</td></tr>
<tr><td>17</td><td>50</td><td>50</td></tr>
<tr><td>22</td><td>50</td><td>50</td></tr>
</table>
</td></tr>
<tr><td>유속</td><td>0.6 mL/min</td></tr>
<tr><td>파장</td><td>230 nm</td></tr>
<tr><td>주입량</td><td>10 μL</td></tr>
<tr><td>컬럼 온도</td><td>30 ℃</td></tr>
</table>

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 액체크로마토그래프법(Cyprodinil 외 2종) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-150	Cyprodinil	121552-61-2
97-1-169	Acrinathrin	101007-06-1
97-1-396	Fipronil	120068-37-3

H. Indoxacarb

1) 개요

1.1 목적

이 시험기준은 유해화학물질 중 인독사카브의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래피법으로 시료 중 인독사카브를 분리하여 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 유해화학물질 중의 인독사카브 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

인독사카브

1.4 간섭물질

1.4.1 추출 용매에는 분석성분의 머무름 시간에서 피크가 나타나는 간섭물질이 있을 수 있다. 희석 용매 안에 간섭물질이 발견되면 증류하거나 컬럼 크로마토그래피에 의해 제거한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 고성능액체크로마토그래프

2.1.1 고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이이검출기, DAD)로 이루어져야한다. 분리관은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 분리관(ODS 계통 분리관)을 사용하고 이동상 용매를 혼합비율에 따라 조절할 수 있어야 한다. 주입구(Injector)의 샘플루프(Loop)는 대상 시료의 농도에 따라 20 μL～100 μL의 범위 내의 것을 사용한다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 초음파추출기

2.4 시린지 필터

0.45 μm 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.5 부피플라스크

10 mL ~ 1000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.6 피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 아세토나이트릴

아세토나이트릴(Acetonitrile, CH_3CN)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.2 표준용액

3.2.1 인독사카브 표준원액 (10,000 mg/L)

고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.1.1 10 mL 부피플라스크에 아세토나이트릴 8 mL를 넣고 인독사카브 (순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 아세토나이트릴로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

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

3.2.2 인독사카브 표준용액(1,000 mg/L)
10 mL 부피플라스크에 표준원액(10,000 mg/L)을 1 mL씩 정확히 취하여 넣고 아세토나이트릴로 표선을 채운다. 필요시 이 용액을 단계적으로 희석하여 사용한다.

4) 분석절차

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 무게를 측정하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 아세토나이트릴을 가하여 초음파 추출기로 추출한다.

4.1.2 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 아세토나이트릴로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.3 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 인독사카브 표준용액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다.

4.2.2 인독사카브의 농도를 가로축(x 축)에, 인독사카브의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

4.3 측정

4.3.1 시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 고성능액체크로마토그래프에 주입한다.

4.3.2 고성능액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

< 액체크로마토그래프-자외선/가시광선 분광광도계 분석 조건 >

<table>
<tr><th>항목</th><th>조 건</th></tr>
<tr><td>컬럼</td><td>Eclipse XDB-C18 (250 mm x 4.6 with 5 μm)
A : Water
B : Acetonitrile</td></tr>
<tr><td>이동상</td><td>
<table>
<tr><th>시간 (min)</th><th>A (%)</th><th>B (%)</th></tr>
<tr><td>2</td><td>50</td><td>50</td></tr>
<tr><td>5</td><td>0</td><td>100</td></tr>
<tr><td>15</td><td>0</td><td>100</td></tr>
<tr><td>17</td><td>50</td><td>50</td></tr>
<tr><td>22</td><td>50</td><td>50</td></tr>
</table>
</td></tr>
<tr><td>유속</td><td>0.6 mL/min</td></tr>
<tr><td>파장</td><td>310 nm</td></tr>
<tr><td>주입량</td><td>10 μL</td></tr>
<tr><td>컬럼 온도</td><td>30 ℃</td></tr>
</table>

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 인독사카브의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 인독사카브의 함량(mg/kg)을 계산한다.

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

여기서, C_1 : 분석시료의 인독사카브 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 인독사카브 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 액체크로마토그래프법(Indoxacarb) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
98-1-486	Indoxacarb	173584-44-6

I. Mercaptoacetic acid

1) 개요

1.1 목적

이 시험기준은 유해화학물질 중 머캅토아세트산의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래피법으로 시료 중 머캅토아세트산을 분리하여 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 유해화학물질 중의 머캅토아세트산 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

머캅토아세트산

1.4 간섭물질

1.4.1 추출 용매에는 분석성분의 머무름 시간에서 피크가 나타나는 간섭물질이 있을 수 있다. 희석 용매 안에 간섭물질이 발견되면 증류하거나 컬럼 크로마토그래피에 의해 제거한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 고성능액체크로마토그래프

2.1.1 고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이이검출기, DAD)로 이루어져야한다. 분리관은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 분리관(ODS 계통 분리관)을 사용하고 이동상 용매를 혼합비율에 따라 조절할 수 있어야 한다. 주입구(Injector)의 샘플루프(Loop)는 대상 시료의 농도에 따라 20 μL～100 μL의 범위 내의 것을 사용한다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 초음파추출기

2.4 시린지 필터

0.45 μm 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.5 부피플라스크

10 mL ~ 1000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.6 피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 아세토나이트릴

아세토나이트릴(Acetonitrile, CH3CN)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.2 표준용액

3.2.1 머캅토아세트산 (10,000 mg/L)

고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.1.1 10 mL 부피플라스크에 아세토나이트릴 8 mL를 넣고 머캅토아세트산 (순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 아세토나이트릴로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

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

3.2.2 머캅토아세트산 표준용액(1,000 mg/L)
10 mL 부피플라스크에 표준원액(10,000 mg/L)을 1 mL씩 정확히 취하여 넣고 에탄올으로 표선을 채운다. 필요시 이 용액을 단계적으로 희석하여 사용한다.

4) 분석절차

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 무게를 측정하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 아세토나이트릴을 가하여 초음파 추출기로 추출한다.

4.1.2 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 아세토나이트릴로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.3 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 머캅토아세트산 표준용액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다.

4.2.2 머캅토아세트산의 농도를 가로축(x 축)에, 머캅토아세트산의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

4.3 측정

4.3.1 시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 고성능액체크로마토그래프에 주입한다.

4.3.2 고성능액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

< 액체크로마토그래프-자외선/가시광선 분광광도계 분석 조건 >

<table>
<tr><th>항목</th><th>조 건</th></tr>
<tr><td>컬럼</td><td>Zorbax SB-Aq
(250 mm x 4.6 with 5 μm)
A : 0.1% Phosphoric acid in 5% acetonitrile</td></tr>
<tr><td>이동상</td><td><table><tr><th>시간 (min)</th><th>A (%)</th></tr><tr><td>7</td><td>100</td></tr></table></td></tr>
<tr><td>유속</td><td>1.5 mL/min</td></tr>
<tr><td>파장</td><td>215 nm</td></tr>
<tr><td>주입량</td><td>5 μL</td></tr>
<tr><td>컬럼 온도</td><td>Not controlled</td></tr>
</table>

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 머캅토아세트산의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 머캅토아세트산의 함량(mg/kg)을 계산한다.

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

여기서, C_1 : 분석시료의 머캅토아세트산 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 머캅토아세트산 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 액체크로마토그래프법(Mercaptoacetic acid) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-68	Mercaptoacetic acid	68-11-1

I. Cyhexatin

1) 개요

1.1 목적

이 시험기준은 유해화학물질 중 사이헥사틴의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래피법으로 시료 중 사이헥사틴을 분리하여 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 유해화학물질 중의 사이헥사틴 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

사이헥사틴

1.4 간섭물질

1.4.1 추출 용매에는 분석성분의 머무름 시간에서 피크가 나타나는 간섭물질이 있을 수 있다. 희석 용매 안에 간섭물질이 발견되면 증류하거나 컬럼 크로마토그래피에 의해 제거한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 고성능액체크로마토그래프

2.1.1 고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이이검출기, DAD)로 이루어져야한다. 분리관은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 분리관(ODS 계통 분리관)을 사용하고 이동상 용매를 혼합비율에 따라 조절할 수 있어야 한다. 주입구(Injector)의 샘플루프(Loop)는 대상 시료의 농도에 따라 20 μL～100 μL의 범위 내의 것을 사용한다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 초음파추출기

2.4 시린지 필터

0.45 μm 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.5 부피플라스크

10 mL ~ 1000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.6 피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 아세토나이트릴

아세토나이트릴(Acetonitrile, CH3CN)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.2 표준용액

3.2.1 사이헥사틴 (10,000 mg/L)

고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.1.1 10 mL 부피플라스크에 아세토나이트릴 8 mL를 넣고 사이헥사틴 (순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 아세토나이트릴로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

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

3.2.2 사이헥사틴 표준용액(1,000 mg/L)
10 mL 부피플라스크에 표준원액(10,000 mg/L)을 1 mL씩 정확히 취하여 넣고 아세토나이트릴로 표선을 채운다. 필요시 이 용액을 단계적으로 희석하여 사용한다.

4) 분석절차

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 무게를 측정하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 아세토나이트릴을 가하여 초음파 추출기로 추출한다.

4.1.2 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 아세토나이트릴로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.3 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 사이헥사틴 표준용액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다.

4.2.2 사이헥사틴의 농도를 가로축(x 축)에, 사이헥사틴의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

4.3 측정

4.3.1 시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 고성능액체크로마토그래프에 주입한다.

4.3.2 고성능액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

< 액체크로마토그래프-자외선/가시광선 분광광도계 분석 조건 >

<table>
<tr><th>항목</th><th>조 건</th></tr>
<tr><td>컬럼</td><td>Zorbax SB-Aq (250 mm x 4.6 with 5 μm)</td></tr>
<tr><td>이동상</td><td>A : 0.1% Phosphoric acid in 5% acetonitrile
<table><tr><th>시간 (min)</th><th>A (%)</th></tr><tr><td>7</td><td>93</td></tr></table></td></tr>
<tr><td>유속</td><td>1 mL/min</td></tr>
<tr><td>파장</td><td>214 nm</td></tr>
<tr><td>주입량</td><td>10 μL</td></tr>
<tr><td>컬럼 온도</td><td>35 ℃</td></tr>
</table>

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 사이헥사틴의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 사이헥사틴의 함량(mg/kg)을 계산한다.

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

여기서, C_1 : 분석시료의 사이헥사틴 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 사이헥사틴 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 액체크로마토그래프법(Cyhexatin) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-154	Cyhexatin	13121-70-5

J. Trichloroacetic acid

1) 개요

1.1 목적

이 시험기준은 유해화학물질 중 트라이클로로아세트산의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래피법으로 시료 중 트라이클로로아세트산을 분리하여 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 유해화학물질 중의 트라이클로로아세트산 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

트라이클로로아세트산

1.4 간섭물질

1.4.1 추출 용매에는 분석성분의 머무름 시간에서 피크가 나타나는 간섭물질이 있을 수 있다. 희석 용매 안에 간섭물질이 발견되면 증류하거나 컬럼 크로마토그래피에 의해 제거한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 고성능액체크로마토그래프

2.1.1 고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이이검출기, DAD)로 이루어져야한다. 분리관은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 분리관(ODS 계통 분리관)을 사용하고 이동상 용매를 혼합비율에 따라 조절할 수 있어야 한다. 주입구(Injector)의 샘플루프(Loop)는 대상 시료의 농도에 따라 20 μL～100 μL의 범위 내의 것을 사용한다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 초음파추출기

2.4 시린지 필터

0.45 μm 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.5 부피플라스크

10 mL ~ 1000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.6 피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 메탄올

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

3.2 표준용액

3.2.1 트라이클로로아세트산 (10,000 mg/L)

고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.1.1 10 mL 부피플라스크에 메탄올 8 mL를 넣고 트라이클로로아세트산(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

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

3.2.2 트라이클로로아세트산 표준용액(1,000 mg/L)

10 mL 부피플라스크에 표준원액(10,000 mg/L)을 1 mL씩 정확히 취하여 넣고 메탄올으로 표선을 채운다. 필요시 이 용액을 단계적으로 희석하여 사용한다.

4) 분석절차

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 무게를 측정하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올을 가하여 초음파 추출기로 추출한다.

4.1.2 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 메탄올 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.3 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 트라이클로로아세트산 표준용액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다.

4.2.2 트라이클로로아세트산의 농도를 가로축(x 축)에, 트라이클로로아세트산의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

4.3 측정

4.3.1 시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주입한다.

4.3.2 액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

< 액체크로마토그래프-자외선/가시광선 분광광도계 분석 조건 >

항목	조 건
컬럼	Zorbax SB-Aq (250 mm x 4.6 with 5 μm) A : 0.1% Phosphoric acid in 5% acetonitrile
이동상	A (%) 100
유속	1 mL/min
파장	229 nm
주입량	10 μL
컬럼 온도	30 ℃

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 트라이클로로아세트산의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 트라이클로로아세트산의 함량(mg/kg)을 계산한다.

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

여기서, C_1 : 분석시료의 트라이클로로아세트산 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 트라이클로로아세트산 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 액체크로마토그래프법(Trichloroacetic acid) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-308	Trichloroacetic acid	76-03-9

K. 2,4-dichlorophenoxyacetic acid

1) 개요

1.1 목적

이 시험기준은 유해화학물질 중 2,4-다이클로로페녹시아세트산의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래피법으로 시료 중 2,4-다이클로로페녹시아세트산을 분리하여 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 유해화학물질 중의 2,4-다이클로로페녹시아세트산 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

2,4-다이클로로페녹시아세트산

1.4 간섭물질

1.4.1 추출 용매에는 분석성분의 머무름 시간에서 피크가 나타나는 간섭물질이 있을 수 있다. 희석 용매 안에 간섭물질이 발견되면 증류하거나 컬럼 크로마토그래피에 의해 제거한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 고성능액체크로마토그래프

2.1.1 고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이이검출기, DAD)로 이루어져야한다. 분리관은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 분리관(ODS 계통 분리관)을 사용하고 이동상 용매를 혼합비율에 따라 조절할 수 있어야 한다. 주입구(Injector)의 샘플루프(Loop)는 대상 시료의 농도에 따라 20 μL～100 μL의 범위 내의 것을 사용한다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 초음파추출기

2.4 시린지 필터

0.45 μm 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.5 부피플라스크

10 mL ~ 1000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.6 피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 아세토나이트릴

아세토나이트릴(Acetonitrile, CH3CN)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.2 표준용액

3.2.1 2,4-다이클로로페녹시아세트산 (10,000 mg/L)

고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.1.1 10 mL 부피플라스크에 아세토나이트릴 8 mL를 넣고 2,4-다이클로로페녹시아세트산(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 아세토나이트릴로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

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

3.2.4 2,4-다이클로로페녹시아세트산 표준용액(1,000 mg/L)
10 mL 부피플라스크에 각각의 표준원액(10,000 mg/L)을 1 mL씩 정확히 취하여 넣고 아세토나이트릴로 표선을 채운다. 필요시 이 용액을 단계적으로 희석하여 사용한다.

4) 분석절차

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 무게를 측정하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 아세토나이트릴을 가하여 초음파 추출기로 추출한다.

4.1.2 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 아세토나이트릴 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.3 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 2,4-다이클로로페녹시아세트산 표준용액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다.

4.2.2 2,4-다이클로로페녹시아세트산의 농도를 가로축(x 축)에, 2,4-다이클로로페녹시아세트산의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

4.3 측정

4.3.1 시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주입한다.

4.3.2 액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

< 액체크로마토그래프-자외선/가시광선 분광광도계 분석 조건 >

<table>
<tr><th>항목</th><th>조 건</th></tr>
<tr><td>컬럼</td><td>Zorbax SB-Aq
(250 mm x 4.6 with 5 μm)
A : 0.1% Formic acid in water (20 mM Ammonium acetate)
B : Acetonitrile</td></tr>
<tr><td>이동상</td><td><table><tr><th>A (%)</th><th>B (%)</th></tr><tr><td>80</td><td>20</td></tr></table></td></tr>
<tr><td>유속</td><td>1 mL/min</td></tr>
<tr><td>파장</td><td>230 nm</td></tr>
<tr><td>주입량</td><td>5 μL</td></tr>
<tr><td>컬럼 온도</td><td>40 ℃</td></tr>
</table>

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 2,4-다이클로로페녹시아세트산의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 2,4-다이클로로페녹시아세트산의 함량(mg/kg)을 계산한다.

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

여기서, C_1 : 분석시료의 2,4-다이클로로페녹시아세트산 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 2,4-다이클로로페녹시아세트산 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 액체크로마토그래프법(2,4-dichlorophenoxyacetic acid) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-413	2,4-dichlorophenoxyacetic acid	94-75-7

L. Chlorfenapyr

1) 개요

1.1 목적

이 시험기준은 유해화학물질 중 클로페나피르의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래피법으로 시료 중 클로페나피르를 분리하여 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 유해화학물질 중의 클로페나피르 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

클로페나피르

1.4 간섭물질

1.4.1 추출 용매에는 분석성분의 머무름 시간에서 피크가 나타나는 간섭물질이 있을 수 있다. 희석 용매 안에 간섭물질이 발견되면 증류하거나 컬럼 크로마토그래피에 의해 제거한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 고성능액체크로마토그래프

2.1.1 고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이이검출기, DAD)로 이루어져야한다. 분리관은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 분리관(ODS 계통 분리관)을 사용하고 이동상 용매를 혼합비율에 따라 조절할 수 있어야 한다. 주입구(Injector)의 샘플루프(Loop)는 대상 시료의 농도에 따라 20 μL～100 μL의 범위 내의 것을 사용한다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 초음파추출기

2.4 시린지 필터

0.45 μm 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.5 부피플라스크

10 mL ~ 1000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.6 피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 메탄올

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

3.2 표준용액

3.2.1 클로페나피르 (10,000 mg/L)

고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.1.1 10 mL 부피플라스크에 메탄올 8 mL를 넣고 클로페나피르(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 메탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

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

3.2.4 클로페나피르 표준용액(1,000 mg/L)
10 mL 부피플라스크에 각각의 표준원액(10,000 mg/L)을 1 mL씩 정확히 취하여 넣고 메탄올으로 표선을 채운다. 필요시 이 용액을 단계적으로 희석하여 사용한다.

4) 분석절차

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 무게를 측정하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 메탄올을 가하여 초음파 추출기로 추출한다.

4.1.2 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 메탄올 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.3 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 클로페나피르 표준용액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다.

4.2.2 클로페나피르의 농도를 가로축(x 축)에, 클로페나피르의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

4.3 측정

4.3.1 시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주입한다.

4.3.2 액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

< 액체크로마토그래프-자외선/가시광선 분광광도계 분석 조건 >

<table>
<tr><th>항목</th><th>조 건</th></tr>
<tr><td>컬럼</td><td>Zorbax SB-Aq
(250 mm x 4.6 with 5 μm)</td></tr>
<tr><td>이동상</td><td>A : Water
B : Methanol
<table><tr><th>A (%)</th><th>B (%)</th></tr><tr><td>25</td><td>75</td></tr></table></td></tr>
<tr><td>유속</td><td>1 mL/min</td></tr>
<tr><td>파장</td><td>230 nm</td></tr>
<tr><td>주입량</td><td>10 μL</td></tr>
<tr><td>컬럼 온도</td><td>40 ℃</td></tr>
</table>

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 클로페나피르의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 클로페나피르의 함량(mg/kg)을 계산한다.

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

여기서, C_1 : 분석시료의 클로페나피르 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 클로페나피르 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 액체크로마토그래프법(Chlorfenapyr) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-440	Chlorfenapyr	122453-73-0

M. benzene-1,2,4-tricarboxylic acid 1,2-anhydride

1) 개요

1.1 목적

이 시험기준은 유해화학물질 중 트라이멜리트산 무수물의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래피법으로 시료 중 트라이멜리트산 무수물을 분리하여 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 유해화학물질 중의 트라이멜리트산 무수물 물질 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

트라이멜리트산 무수물

1.4 간섭물질

1.4.1 추출 용매에는 분석성분의 머무름 시간에서 피크가 나타나는 간섭물질이 있을 수 있다. 희석 용매 안에 간섭물질이 발견되면 증류하거나 컬럼 크로마토그래피에 의해 제거한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 고성능액체크로마토그래프

2.1.1 고성능액체크로마토그래프는 다음의 조건을 구비하고 있는 장치이어야 한다. 장치의 구성은 시료주입장치, 펌프, 분리관 및 UV검출기(또는 다이오드어레이이검출기, DAD)로 이루어져야한다. 분리관은 비극성 흡착제가 코팅된 역상 분리관(ODS 계통 분리관)을 사용하고 이동상 용매를 혼합비율에 따라 조절할 수 있어야 한다. 주입구(Injector)의 샘플루프(Loop)는 대상 시료의 농도에 따라 20 μL～100 μL의 범위 내의 것을 사용한다.

2.2 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.3 초음파추출기

2.4 시린지 필터

0.45 μm 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.5 부피플라스크

10 mL ~ 1000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.6 피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 에탄올

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

3.2 표준용액

3.2.1 트라이멜리트산 무수물 (10,000 mg/L)

고순도(99 % 이상)의 특급시약을 사용하여 아래와 같이 제조하여 사용할 수 있다. 그리고 국제적으로 인증된 표준물질을 구입하여 사용하는 것이 좋다.

3.2.1.1 10 mL 부피플라스크에 에탄올 8 mL를 넣고 트라이멜리트산 무수물(순도 > 99 % 이상 사용)를 일정량 주입한 후, 정확하게 무게 증가량을 잰다. 마지막으로 에탄올로 표선까지 채워 정확한 원액의 농도를 구한다.

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

3.2.4 트라이멜리트산 무수물 표준용액(1,000 mg/L)
10 mL 부피플라스크에 각각의 표준원액(10,000 mg/L)을 1 mL씩 정확히 취하여 넣고 에탄올으로 표선을 채운다. 필요시 이 용액을 단계적으로 희석하여 사용한다.

4) 분석절차

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 무게를 측정하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 에탄올을 가하여 초음파 추출기로 추출한다.

4.1.2 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 에탄올 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.3 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 트라이멜리트산 무수물 표준용액(1,000mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래프에 주입하여 분석한다.

4.2.2 트라이멜리트산 무수물의 농도를 가로축(x 축)에, 트라이멜리트산 무수물의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

4.3 측정

4.3.1 시험용액을 바이알에 옮기고 자동주입장치를 이용하여 시험용액을 액체크로마토그래프에 주입한다.

4.3.2 액체크로마토그래프로부터 얻은 크로마토그램에서 각 분석성분의 머무름 시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적(Ax)을 구한다.

< 액체크로마토그래프-자외선/가시광선 분광광도계 분석 조건 >

<table>
<tr><th>항목</th><th>조 건</th></tr>
<tr><td>컬럼</td><td>Zorbax SB-Aq
(250 mm x 4.6 with 5 μm)
A : H2O 20 mM acetate buffer pH5
B : Acetonitrile</td></tr>
<tr><td>이동상</td><td><table><tr><th>A (%)</th><th>B (%)</th></tr><tr><td>50</td><td>50</td></tr></table></td></tr>
<tr><td>유속</td><td>1 mL/min</td></tr>
<tr><td>파장</td><td>Positive</td></tr>
<tr><td>주입량</td><td>2 μL</td></tr>
<tr><td>컬럼 온도</td><td>40 ℃</td></tr>
</table>

5) 결과 보고

검정곡선에서 얻어진 트라이멜리트산 무수물의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 트라이멜리트산 무수물의 함량(mg/kg)을 계산한다.

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

여기서, C_1 : 분석시료의 트라이멜리트산 무수물 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 트라이멜리트산 무수물 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

<첨부> 액체크로마토그래프법(benzene-1,2,4-tricarboxylic acid 1,2-anhydride) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
151	benzene-1,2,4-tricarboxylic acid 1,2-anhydride	552-30-7

5. 액체크로마토그래프-질량분석법(LC-MS)

A. Imibenconazole 외 9종

1) 개요

1.1 목적

이 시험기준은 유해화학물질 중 이미벤코나졸, 카바릴 등의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래프-질량분석기로 시료 중 이미벤코나졸, 카바릴 등을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 유해화학물질 중의 이미벤코나졸, 카바릴물질 등 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

이미벤코나졸 외 9종

1.4 간섭물질

1.4.1 추출 용매에는 분석성분의 머무름 시간에서 피크가 나타나는 간섭물질이 있을 수 있다. 희석 용매 안에 간섭물질이 발견되면 증류하거나 컬럼 크로마토그래피에 의해 제거한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 액체크로마토그래프

액체 크로마토그래프는 일반적으로 500 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.

2.1.1 분석용 컬럼 (analytical column) 및 보호 컬럼 (guard column)

분석용 컬럼은 일반적으로 비극성 흡착제가 코팅된 역상 컬럼(C18)을 사용하고 분석용 컬럼과 보호 컬럼이 사용된다. 보호 컬럼은 길이가 5 cm ~ 10 cm 정도로 분석용 컬럼의

수명을 연장시키고, 분석용 컬럼과 같은 종류의 충전제를 사용하며 분석용 컬럼 앞에 설치한다.

2.1.2 액송 펌프
일정한 유속과 압력으로 용매를 밀어주는 장치로서 왕복식 펌프, 주사기형 또는 치환형펌프, 가압식 펌프가 있다. 펌프 내부는 용매와의 화학적인 상호 반응이 없어야 하고, 최소한 5,000 psi의 고압이 가능하며, 0.1 mL/분 ~ 10 mL/분 정도의 유속 조절이 가능해야 한다.

2.1.3 시료주입장치
일반적으로 미량의 시료를 주입하기 때문에 루프 밸브에 의한 주입방식이 많이 이용되며 시료주입량은 보통 1 μL ~ 200 μL이다. 정량한계에 따라 시료주입량은 변화시킬 수 있다.

2.2 질량분석기

액체 크로마토그래프로부터 용리 된 이온성 시료를 대기압하에서 고전압으로 증발시켜 모세관에 도입하고 앞쪽부터 다량의 전하를 분무시킨다. 이온화 후 분배가 일어나며, 이 분리된 시료를 이온화 시켜서 질량분석관을 통하여 이온을 질량대 전하비 (m/z)에 따라서 물질을 정성, 정량한다.

2.2.1 질량분석기의 구성
2.2.1.1 이온화방식은 전기분무 이온화 (ESI, electrospray ionization)을 사용하며 분무전압 (spray voltage)은 -4.5 kV, 네블라이징 기체 유량 (nebulizing gas flow)은 1.5 L/min, 건조기압 (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.

2.2.1.2 질량분석기는 사중극자형 (quadrupole) 동등 이상의 성능을 가진 것을 사용한다.
2.2.1.3 선택하는 이온들은 표 3의 이온을 사용할 수 있다.

2.3 전자저울
소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.4 초음파추출기

2.5 시린지 필터

0.45 μm 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.6 부피플라스크

10 mL ~ 1000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.7 피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 아세토나이트릴

아세토나이트릴(Acetonitrile, CH_3CN)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.2 표준용액

3.2.1 이미벤코나졸 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. 10 mL 부피플라스크에 아세토나이트릴 8 mL를 넣고 이미벤코나졸 (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.

3.2.2 카바릴 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. 10 mL 부피플라스크에

아세토나이트릴 8 mL를 넣고 카바릴 (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.

3.2.3 테닐클로르 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. 10 mL 부피플라스크에 아세토나이트릴 8 mL를 넣고 테닐클로르 (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.

3.2.4 페녹스에프로프-P-에틸 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. 10 mL 부피플라스크에 아세토나이트릴 8 mL를 넣고 페녹스에프로프-P-에틸 (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.

3.2.5 포스티아제이트 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. 10 mL 부피플라스크에 아세토나이트릴 8 mL를 넣고 포스티아제이트 (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.

3.2.6 프로파퀴자포프 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. 10 mL 부피플라스크에 아세토나이트릴 8 mL를 넣고 프로파퀴자포프 (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.

3.2.7 플루다이오쏘닐 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. 10 mL 부피플라스크에 아세토나이트릴 8 mL를 넣고 플루다이오쏘닐 (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.

3.2.8 피리다벤 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. 10 mL 부피플라스크에 아세토나이트릴 8 mL를 넣고 피리다벤 (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.

3.2.9 아세타미프리드 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. 10 mL 부피플라스크에 아세토나이트릴 8 mL를 넣고 아세타미프리드 (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.

3.2.10 팜옥사돈 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. 10 mL 부피플라스크에 아세토나이트릴 8 mL를 넣고 팜옥사돈 (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.

3.2.11 이미벤코나졸 외 9종 혼합표준용액(100 mg/L)

10 mL 부피플라스크에 혼합표준원액(100 mg/L) 1 mL를 정확히 취하여 넣고 아세토나이트릴로 표선을 채운다. 필요시 이 용액을 단계적으로 희석하여 사용한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 무게를 측정하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 아세토나이트릴 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다.

4.1.2 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 아세토나이트릴 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.3 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 표준용액(100mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래피/질량분석기에 주입하여 분석한다.

4.2.2 농도를 가로축(x 축)에, 메틸피롤리돈의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

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

< 액체크로마토그래프-질량분석기 분석 조건 >

항목	조 건		
컬럼	XTERRA C18 (100mm× 2.1mm × 3 5 μm)		
	A : 0.1 % formic acid in methanol (5 mM Ammonium acetate)		
	B : 0.1 % formic acid in water (5 mM Ammonium acetate)		
이동상	시간(min)	A(%)	B(%)
	1	95	5
	4	20	80
	10	0	100
	13	95	5
	15	95	5
유속	0.3 mL/min		
주입량	1 μL		
컬럼 온도	25 ℃		
이온화	Positive		
분석모드			

분석물질명	Precursor ion (m/z)	Product ion (m/z)
이미벤코나졸	411	125
	411	171
카바릴	202.1	127
	202.1	145
테닐클로르	324.1	59
	324.1	127
페녹스에프로프-P-에틸	362	119
	362	288
포스티아제이트	284.1	105
	284.1	228
프로파퀴자포프	444.1	298.8
	444.1	370.9
플루다이오쏘닐	266	185
	266	229
피리다벤	365.1	146.9
	365.1	309
아세타미프리드	223.1	99
	223.1	126
팜옥사돈	392.1	238
	392.1	331

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

〈첨부〉 액체크로마토그래프-질량분석법(Imibenconazole 외 9종) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-223	Imibenconazole	86598-92-7
97-1-252	Carbaryl	63-25-2
97-1-293	Thenylchlor	96491-05-3
97-1-331	Fenoxaprop-p-ethyl	71283-80-2
97-1-352	Fosthiazate	98886-44-3
97-1-364	Propaquizafop	111479-05-1
97-1-371	Fludioxonil	131341-86-1
97-1-389	Pyridaben	96489-71-3
97-1-458	(E)-N-[(6-Chloro-3-pyridyl)methyl]-N-cyano-N-methylacetamidine	135410-20-7
98-1-487	Famoxadone	131807-57-3

B. Fluazinam

1) 개요

1.1 목적

이 시험기준은 유해화학물질 중 플루아지남의 시험방법에 대하여 규정하며, 시료를 유기용매로 추출하여 액체크로마토그래프-질량분석기로 시료 중 플루아지남을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 유해화학물질 중의 플루아지남 분석에 적용한다.

1.3 대상물질

플루아지남

1.4 간섭물질

1.4.1 추출 용매에는 분석성분의 머무름 시간에서 피크가 나타나는 간섭물질이 있을 수 있다. 희석 용매 안에 간섭물질이 발견되면 증류하거나 컬럼 크로마토그래피에 의해 제거한다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 액체크로마토그래프

액체 크로마토그래프는 일반적으로 500 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.

2.1.1 분석용 컬럼 (analytical column) 및 보호 컬럼 (guard column)

분석용 컬럼은 일반적으로 비극성 흡착제가 코팅된 역상 컬럼(C18)을 사용하고 분석용 컬럼과 보호 컬럼이 사용된다. 보호 컬럼은 길이가 5 cm ~ 10 cm 정도로 분석용 컬럼의

수명을 연장시키고, 분석용 컬럼과 같은 종류의 충전제를 사용하며 분석용 컬럼 앞에 설치한다.

2.1.2 액송 펌프

일정한 유속과 압력으로 용매를 밀어주는 장치로서 왕복식 펌프, 주사기형 또는 치환형펌프, 가압식 펌프가 있다. 펌프 내부는 용매와의 화학적인 상호 반응이 없어야 하고, 최소한 5,000 psi의 고압이 가능하며, 0.1 mL/분 ~ 10 mL/분 정도의 유속 조절이 가능해야 한다.

2.1.3 시료주입장치

일반적으로 미량의 시료를 주입하기 때문에 루프 밸브에 의한 주입방식이 많이 이용되며 시료주입량은 보통 1 μL ~ 200 μL이다. 정량한계에 따라 시료주입량은 변화시킬 수 있다.

2.2 질량분석기

액체 크로마토그래프로부터 용리 된 이온성 시료를 대기압하에서 고전압으로 증발시켜 모세관에 도입하고 앞쪽부터 다량의 전하를 분무시킨다. 이온화 후 분배가 일어나며, 이 분리된 시료를 이온화 시켜서 질량분석관을 통하여 이온을 질량대 전하비 (m/z)에 따라서 물질을 정성, 정량한다.

2.2.1 질량분석기의 구성

2.2.1.1 이온화방식은 전기분무 이온화 (ESI, electrospray ionization)을 사용하며 분무전압 (spray voltage)은 -4.5 kV, 네블라이징 기체 유량 (nebulizing gas flow)은 1.5 L/min, 건조기압 (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.

2.2.1.2 질량분석기는 사중극자형 (quadrupole) 동등 이상의 성능을 가진 것을 사용한다.

2.2.1.3 선택하는 이온들은 표 3의 이온을 사용할 수 있다.

2.3 전자저울

소수 넷째자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

2.4 초음파추출기

2.5 시린지 필터

0.45 μm 이하, 테프론(polytetrafluoroethylene, PTFE) 재질의 유기용매 전용필터를 사용한다.

2.6 부피플라스크

10 mL ~ 1000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.7 피펫

0.1 mL ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

3.1.1 아세토나이트릴

아세토나이트릴(Acetonitrile, CH_3CN)은 바탕시험할 때 표준물질의 피크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

3.2 표준용액

3.2.1 플루아지남 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. 10 mL 부피플라스크에 아세토나이트릴 8 mL를 넣고 플루아지남(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.

3.2.2 플루아지남 표준용액(100 mg/L)

10 mL 부피플라스크에 표준원액(100 mg/L) 1 mL를 정확히 취하여 넣고 아세토나이트릴로 표선을 채운다. 필요시 이 용액을 단계적으로 희석하여 사용한다.

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1 시료 약 1 g을 무게를 측정하여 10 mL 부피플라스크에 넣고 아세토나이트릴 또는 적절한 용매를 적당량 가하여 초음파 추출기로 추출한다.

4.1.2 부피플라스크를 꺼내어 실온으로 방냉하고 아세토나이트릴 또는 적절한 용매로 표선까지 채운 다음 균질하게 혼합한다.

4.1.3 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과한 용액을 갈색바이알에 옮겨 시험용액으로 한다.

4.2 검정곡선의 작성

4.2.1 표준용액(100mg/L)을 3개 농도 이상으로 단계적으로 희석하여 검정곡선용 표준용액을 준비한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준용액을 액체크로마토그래피/질량분석기에 주입하여 분석한다.

4.2.2 플루아지남의 농도를 가로축(x 축)에, 플루아지남의 면적값(Ax)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

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

< 액체크로마토그래프-질량분석기 분석 조건 >

<table>
<tr><td>항목</td><td colspan="3">조 건</td></tr>
<tr><td>컬럼</td><td colspan="3">Zorbax SB-Aq (4.6 × 250mm × 5 μm)</td></tr>
<tr><td>이동상</td><td colspan="3">A : 0.1% Formic acid in water (5 mM Ammonium acetate)
B : 0.1% Formic acid in methanol (5 mM Ammonium acetate)
<table><tr><td>시간(min)</td><td>A(%)</td><td>B(%)</td></tr><tr><td>3</td><td>80</td><td>20</td></tr><tr><td>7</td><td>5</td><td>95</td></tr><tr><td>9</td><td>5</td><td>95</td></tr><tr><td>11</td><td>80</td><td>20</td></tr><tr><td>16</td><td>80</td><td>20</td></tr></table></td></tr>
<tr><td>유속</td><td colspan="3">0.3 mL/min</td></tr>
<tr><td>주입량</td><td colspan="3">1 μL</td></tr>
<tr><td>컬럼 온도</td><td colspan="3">25 ℃</td></tr>
<tr><td>이온화
분석모드</td><td colspan="3">Negative</td></tr>
</table>

분석물질명	Precursor ion (m/z)	Product ion (m/z)
이미벤코나졸	463	398
	463	416

5) 결과 보고

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

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

여기서, C_1 : 분석시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 유해화학물질 농도(mg/L)

f : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료용액의 부피(mL)

W_d : 제품시료의 무게(g)

〈첨부〉 액체크로마토그래프-질량분석법(Fluazinam) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-375	Fluazinam	79622-59-6

6. 적정시험방법(Titration method)

A. Sodium peroxide 외 2종

1) 개요

1.1 목적

이 시험방법은 유해화학물질 중 과산화수소(7722-84-1), 과산화나트륨(1313-60-6) 및 과산화요소(124-43-6)를 함유한 시료의 분석방법으로써, 시료를 과망간산칼륨 용액으로 적정하여 소비된 과망간산칼륨 용액으로부터 과산화수소의 양으로 환산하여 함량을 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 유독물질 중 과산화수소(7722-84-1), 과산화나트륨(1313-60-6) 및 과산화요소(124-43-6)를 함유한 시료 분석에 적용한다.

1.3 간섭물질

1.3.1 본 방법은 대부분의 케톤류(아세톤 제외), 다른 과산화물류 및 강한 산화제에 의하여 분석 간 간섭이 일어날 수 있다.

2) 분석기기 및 기구

2.1 적정장치

일반의 적정장치를 사용한다.

2.2 부피플라스크

10 ~ 1,000 mL의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.3 피펫

0.1 ~ 10 mL 의 용량으로 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE) 재질의 것

2.4 코니칼 튜브

15 ~ 50 mL 의 용량으로 튜브는 폴리프로필렌(Polypropylene)이고, 마개는 폴리에틸렌(Polyethylene) 재질의 것

3) 시약 및 표준용액

3.1 시약

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

3.1.1 정제수 (Distilled water)

3.1.2 0.1 N 과망간산칼륨 용액 ($KMnO_4$)

3.1.3 황산망간 1수화물($MnSO_4 \cdot H_2O$)

3.1.4 옥살산칼륨 1수화물 ($C_2O_4K_2 \cdot H_2O$)

3.1.5 (1:4) 황산 용액 (H_2SO_4)
400 mL의 정제수에 황산 100 mL를 천천히 가하여 혼합한다.

3.2 표준용액

3.2.1 표준용액
옥살산칼륨 1수화물을 이용하여 0.1 N 과망간산칼륨 용액을 표준화 한다.

3.2.2 **과망간산칼륨 용액의 표준화**

3.2.2.1 옥살산칼륨 1수화물 0.2 g을 0.1 mg 까지 무게를 측정하여 250 mL의 삼각 플라스크에 넣고 100 mL의 정제수를 가한다.

3.2.2.2 10 mL의 황산용액(1:4)을 가하고 황산망간 1수화물을 미량 (10 ~ 50 mg) 첨가한다. 시료가 완전히 녹을 때 까지 충분히 혼합한다.

3.2.3 **과망간산칼륨 용액의 농도산출**

$$\text{과망간산칼륨의 농도 N} = \frac{Wt}{92.115 \times V}$$

여기서, Wt : 옥살산칼륨 1수화물의 무게(mg)

V : 과망간산칼륨 용액의 부피(mL)

4) 분석

4.1 전처리

4.1.1. 시료 약 1 g을 0.001 g 까지 정확히 달아 취하고, 250 mL의 삼각 플라스크에 넣고 100mL의 정제수를 가한다. 시료의 양은 검출량에따라 조절할 수 있다.

4.1.2 10 mL의 황산용액(1:4)을 가하고 황산망간 1수화물을 미량 (10 mg ~ 50 mg) 첨가한다. 시료가 완전히 녹을 때 까지 충분히 혼합한다.

4.2 적정

4.2.1 시료를 0.1 N 과망간산칼륨 용액으로 옅은 붉은색이 유지될 때까지 적정한다.

5) 결과 보고

5.1 계산

5.1.1 과산화수소 계산

분석물질의 함량을 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질 중 과산화수소의 최종 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 과산화수소의 농도(\%)} = \frac{V \times N \times 1.701^{*}}{Wt}$$

여기서, V : 적정에 소비된 0.1 N 과망간산칼륨 용액의 양 (mL)

N : 과망간산칼륨 용액의 표준화농도 (N)

Wt : 시료의 무게(g)

* : 0.1 N 과망간산칼륨 용액 1 mL = 1.701 mg H_2O_2

5.1.2 과산화나트륨 계산

분석물질의 함량을 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질 중 과산화나트륨의 최종 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 과산화나트륨의 농도(\%)} = \frac{V \times N \times 3.899^{*}}{Wt}$$

여기서, V : 적정에 소비된 0.1 N 과망간산칼륨 용액의 양 (mL)

N : 과망간산칼륨 용액의 표준화농도 (N)

Wt : 시료의 무게(g)

* : 0.1 N 과망간산칼륨 용액 1 mL = 3.899 mg Na_2O_2

5.1.3 과산화요소 계산

분석물질의 함량을 사용하여 다음의 식으로부터 유해화학물질 중 과산화요소의 최종 농도를 계산한다.

$$\text{제품 중 과산화요소의 농도(\%)} = \frac{V \times N \times 4.704^{*}}{Wt}$$

여기서, V : 적정에 소비된 0.1 N 과망간산칼륨 용액의 양 (mL)

N : 과망간산칼륨 용액의 표준화농도 (N)

Wt : 시료의 무게(g)

* : 0.1 N 과망간산칼륨 용액 1 mL = 4.704 mg $CH_6N_2O_3$

<첨부> 적정법(Sodium peroxide 외 2종) 대상물질

고유번호	영문명	Cas no
97-1-1	Sodium peroxide	1313-60-6
97-1-2	Hydrogen peroxide	7722-84-1
97-1-2	Urea peroxide	124-43-6

Ⅶ. 찾아보기(해설서)

CAS No	권(호)	페이지	CAS No	권(호)	페이지
51-28-5		1067	107-19-7		1177
55-38-9		990	108-39-4		902
55-91-4		839	108-45-2		978
62-53-3		607	108-62-3		238
63-25-2		875	108-88-3		1326
67-56-1		245	108-91-8		589
68-11-1		225	108-95-2		959
71-43-2		538	109-09-1		1159
75-00-3		763	109-77-3		218
76-03-9		935	110-65-6		1081
78-81-9		833	111-92-2		184
78-82-0		1074	121-69-7		728
78-93-3		1321	122-14-5		965
79-16-3		1256	123-73-9		916
85-42-7		1263	124-02-7		1171
87-68-3		1270	124-43-6		30
88-73-3		1201	124-63-0		1220
88-85-7		191	126-98-7		231
91-66-7		714	137-30-4		863
94-75-7		1061	141-78-6		1335
95-48-7		888	301-04-2		126
95-51-2		1147	409-21-2		1234
95-54-5		972	420-04-2		583
96-34-4		252	504-24-5		1115
98-54-4		1249	534-16-7		395
99-97-8		1141	540-51-2		1088
100-43-6		1108	540-97-6		1300
100-69-6		1101	541-02-6		1307
103-69-5		721	552-30-7		1277
106-20-7		551	556-67-2		1242
106-44-5		895	592-87-0		45
106-50-3		984	603-35-0		941
107-18-6		706	609-72-3		1123

CAS No	권(호)	페이지	CAS No	권(호)	페이지
613-48-9		1129	7761-88-8		453
623-08-5		1135	7772-99-8		513
869-24-9		1183	7779-90-0		318
920-46-7		1213	7783-46-2		78
1121-31-9		769	7783-47-3		530
1313-60-6		15	7783-49-5		335
1314-56-3		776	7783-93-9		403
1314-87-0		53	7783-96-2		420
1319-77-3		909	7783-99-5		666
1335-32-6		143	7784-09-0		428
1563-66-2		881	7789-23-3		1026
1861-40-1		545	10025-87-3		810
2104-64-5		851	10026-13-8		793
2212-67-1		259	10101-63-0		86
2439-01-2		869	10139-47-6		352
3347-22-6		198	10190-55-3		94
3647-69-6		1153	10196-18-6		360
6080-56-4		160	10294-26-5		470
7440-23-5		36	12060-00-3		102
7440-48-4 (Cobalt metal) & 12070-12-1 (Tungsten Carbide)		1284	12179-04-3		1226
7446-19-7		267	12626-81-2		110
7488-55-3		488	13121-70-5		601
7632-00-0		632	13194-48-4		757
7646-78-8		505	13780-06-8		683
7646-85-7		377	14808-60-7		1292
7664-41-7		735	17109-49-8		744
7699-45-8		284	17570-76-2		118
7719-12-2		566	20816-12-0		558
7722-84-1		23	25973-55-1		1314
7733-02-0		301	26042-63-7		445
7758-09-0		649	26087-47-8		845
7758-19-2		614	52315-07-8		857
7758-95-4		61	62850-32-2		947

CAS No	권(호)	페이지
66230-04-4		1207
70124-77-5		1014
71283-80-2		953
79456-26-1		750
79622-59-6		1020
80060-09-9		177
86598-92-7		827
96489-71-3		1043
96491-05-3		923
97886-45-8		204
98886-44-3		996
101007-06-1		700
111479-05-1		1002
111872-58-3		1055
119168-77-3		929
119446-68-3		211
120068-37-3		1049
121552-61-2		595
122453-73-0		1095
131341-86-1		1008
131807-57-3		1195
135410-20-7		1165
173584-44-6		1189

※ 본 안내서에 대한 의견이나 문의 사항이 있는 경우

기후에너지환경부 화학물질안전원 화학물질등록평가팀에 문의하시기 바랍니다.

전화번호 : 032-560-8691

팩스번호 : 032-568-2038