

식품용 기구 및 용기·포장 공전

2022. 12.



식품의약품안전처

목 차

I. 총 칙	1
1. 기준 및 규격의 목적	1
2. 기준 및 규격의 수록 범위	1
3. 기준 및 규격의 구성	1
II. 공통기준 및 규격	2
1. 공통제조기준	2
2. 공통규격	5
3. 용도별 규격	6
4. 기구 및 용기·포장의 기준 및 규격 적용	8
5. 기준 및 규격의 적부판정	9
6. 검체의 채취 및 취급방법	10
7. 보존 및 유통기준	13
III. 재질별 규격	14
1. 합성수지제	14
1-1 올레핀계	16
가. 에틸렌-초산비닐 공중합체(ethylene-vinylacetate copolymer : EVA)	16
나. 폴리메틸펜텐(polymethylpentene : PMP)	17
다. 폴리부텐(polybutene-1 : PB-1)	18
라. 폴리비닐알코올(poly(vinyl alcohol) : PVA)	19
마. 폴리에틸렌(polyethylene : PE)	20
바. 폴리프로필렌(polypropylene : PP)	21

1-2 에스테르계	22
가. 경화폴리에스테르수지(cross-linked polyester resin)	22
나. 부틸렌숙시네이트 공중합체(butylenesuccinate copolymer : PBS)	23
다. 부틸렌숙시네이트-아디페이트 공중합체(butylenesuccinate-adipate copolymer : PBSA)	24
라. 폴리부틸렌테레프탈레이트(poly(butylene terephthalate) : PBT)	26
마. 폴리시클로헥산-1,4-디메틸렌테레프탈레이트(poly(cyclohexane-1,4-dimethylene terephthalate) : PCT)	27
바. 폴리아릴레이트(polyarylate : PAR)	28
사. 폴리에틸렌나프탈레이트(poly(ethylene naphthalate) : PEN)	29
아. 폴리에틸렌테레프탈레이트(poly(ethylene terephthalate) : PET)	30
자. 폴리락타이드(polylactide, poly(lactic acid) : PLA)	31
차. 폴리카보네이트(polycarbonate : PC)	32
카. 히드록시부틸폴리에스테르(hydroxybutyl polyester : HBP)	33
타. 히드록시안식향산폴리에스테르(hydroxybenzoic acid polyester)	34
파. 폴리부틸렌아디페이트테레프탈레이트(poly(butylene adipate terephthalate) : PBAT)	35
1-3 스티렌계	36
가. 메틸메타크릴레이트-아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌 공중합체(methylmethacrylate-acrylonitrile-butadiene-styrene copolymer : MABS)	37
나. 아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌 공중합체(acrylonitrile-butadiene-styrene copolymer : ABS)	38
다. 아크릴로니트릴-스티렌 공중합체(acrylonitrile-styrene copolymer : AS)	39
라. 폴리메타크릴스티렌(polymethacrylstyrene : MS)	40
마. 폴리스티렌(polystyrene : PS)	41
1-4 아민계	42
가. 폴리아미드(polyamide : PA)	42
나. 폴리우레탄(polyurethane : PU)	43

다. 폴리아미드(polyimide : PI)	44
1-5 아크릴계	45
가. 아크릴수지(acrylic resin)	45
나. 이오노머수지(ionomeric resin)	46
다. 폴리아크릴로니트릴(polyacrylonitrile : PAN)	47
1-6 알데히드계	48
가. 멜라민수지(melamine-formaldehyde resin : MF)	48
나. 요소수지(urea-formaldehyde resin : UF)	49
다. 페놀수지(phenol-formaldehyde resin : PF)	50
라. 폴리아세탈(polyacetal, polyoxymethylene(POM))	51
1-7 에테르계	51
가. 폴리아릴설펜(polyarylsulfone : PASF)	52
나. 폴리에테르에테르케톤(polyetheretherketone : PEEK)	53
다. 폴리에테르설펜(poly(ether sulfone) : PES)	54
라. 폴리페닐렌설파이드(poly(phenylene sulfide) : PPS)	55
마. 폴리페닐렌에테르(poly(phenylene ether) : PPE)	56
1-8 염화비닐계	57
가. 폴리염화비닐(poly(vinyl chloride) : PVC)	58
나. 폴리염화비닐리덴(poly(vinylidene chloride) : PVDC)	59
1-9 기타	60
가. 불소수지(fluorocarbon resin : FR)	60
나. 에폭시수지(epoxy resin)	61
다. 폴리케톤(polyketone, PK)	63
2. 가공셀룰로오스제	64
3. 고무제	65
4. 종이제	67
5. 금속제	68
6. 목재류	69

7. 유리제, 도자기제, 범랑 및 용기류	70
8. 전분제	72
IV. 기구 및 용기·포장의 시험법	73
1. 일반원칙	75
2. 항목별시험법	75
2-1 납 시험법	75
2-2 카드뮴 시험법	80
2-3 수은 시험법	84
2-4 6가크롬 시험법	87
2-5 열 충격 강도 시험법	90
2-6 재질별 용출시험용액의 조제	91
2-7 과망간산칼륨소비량 시험법	97
2-8 총용출량 시험법	99
2-9 비소 시험법	101
2-10 안티몬 시험법	107
2-11 원자흡광광도법	108
2-12 유도결합플라즈마 발광강도측정법	109
2-13 벤조페논 시험법	110
2-14 톨루엔 시험법	114
2-15 착색료 시험법	116
2-16 염화비닐 시험법	122
2-17 디부틸주석화합물 시험법	124
2-18 크레졸인산에스테르 시험법	126
2-19 디부틸프탈레이트, 벤질부틸프탈레이트, 디에틸헥실프탈레이트, 디-n-옥틸 프탈레이트, 디이소노닐프탈레이트 , 디이소데실프탈레이트 및 디에틸헥실 아디페이트 시험법	128

2-20 1-헥센 및 1-옥텐 시험법	132
2-21 휘발성물질 시험법	134
2-22 염화비닐리덴 시험법	136
2-23 바륨 시험법	138
2-24 게르마늄 시험법	139
2-25 테레프탈산 및 이소프탈산 시험법	140
2-26 페놀 시험법	142
2-27 포름알데히드 시험법	144
2-28 멜라민 시험법	146
2-29 메틸메타크릴레이트 시험법	148
2-30 카프로락탐 및 라우로락탐 시험법	150
2-31 일차방향족아민(아닐린, 4,4'-메틸렌디아닐린 및 2,4-톨루엔디아민에 한함) 시험법	152
2-32 에틸렌디아민 및 헥사메틸렌디아민 시험법	155
2-33 4-메틸-1-펜텐 시험법	158
2-34 아민류(트리에틸아민 및 트리부틸아민에 한함) 시험법	159
2-35 비스페놀 A(페놀 및 p-터셔리부틸페놀 포함) 시험법	161
2-36 디페닐카보네이트 시험법	163
2-37 비닐아세테이트 시험법	165
2-38 이소시아네이트 시험법	167
2-39 1,3-부타디엔 시험법	169
2-40 아크릴로니트릴 시험법	171
2-41 1,4-부탄디올 시험법	173
2-42 4,4'-디클로로디페닐설펜 시험법	175
2-43 2,6-디메틸나프탈렌디카르복실레이트 시험법	177
2-44 비스페놀 A 디글리시딜에테르(비스페놀 A 디글리시딜에테르 이염화물과 비스페놀 A 디글리시딜에테르 이수화물 포함) 및 비스페놀 F 디글리시딜	

에테르(비스페놀 F 디글리시딜에테르 이염화물과 비스페놀 F 디글리시딜에테르 이수화물 포함) 시험법	179
2-45 에피클로로히드린 시험법	183
2-46 1,4-디클로로벤젠 시험법	185
2-47 4,4'-디히드록시디페닐설펜 시험법	187
2-48 히드로퀴논 시험법	189
2-49 2-머캅토이미다졸린 시험법	191
2-50 아연 시험법	193
2-51 니트로사민류 및 니트로사민류 생성 가능물질 시험법	195
2-52 PCBs 시험법	199
2-53 형광증백제 시험법	203
2-54 니켈 시험법	204
2-55 이산화황 시험법	206
2-56 오쏘페닐페놀, 티아벤다졸, 비페닐 및 이마잘릴 시험법	210
2-57 아세트알데히드 시험법	212
2-58 원유통의 견고성 시험법	214
2-59 총휘발량 시험법	215
 V. 재검토기한	 216
 기구 및 용기·포장의 기준 및 규격 개정 주요사항 일람표	 228

I. 총 칙

1. 기준 및 규격의 목적

이 기준 및 규격은 식품(축산물을 포함한다. 이하 같다) 또는 식품첨가물에 직접 닿아 사용되는 기구 및 용기·포장에서 식품으로 이행될 수 있는 위해 우려 물질에 대한 규격 등을 정함으로써 안전한 기구 및 용기·포장의 유통을 도모하고, 국민보건상 위해를 방지하여 소비자의 안전 확보에 이바지함을 목적으로 한다.

2. 기준 및 규격의 수록 범위

식품위생법 제9조제1항, 제9조의2, 「식품위생법 시행규칙」 제6조제2항 및 「축산물 위생관리법」 제5조제1항의 규정에 따른 기구 및 용기·포장의 제조방법에 관한 기준, 기구 및 용기·포장과 그 원재료에 관한 규격

3. 기준 및 규격의 구성

가. 이 기준 및 규격은 총칙, 공통기준 및 규격, 재질별 규격, 시험법으로 나눈다.

나. 재질별 규격은 기구 및 용기·포장의 재질을 합성수지제, 가공셀룰로스제, 고무제, 종이제, 금속제, 목재류, 유리제, 도자기제, 범랑 및 용기류, 전분제로 구분하여 재질별로 정의, 잔류규격, 용출규격, 시험법으로 구성한다.

- 1) 정의는 해당재질의 범위를 규정하기 위해서 제조 시 사용되는 원료물질 및 그 함량, 제조방법 등으로 구성한다.
- 2) 잔류규격 및 용출규격은 기구 및 용기·포장 제조 시 원료물질 등으로 사용되어 재질 중 잔류하거나 재질에서 식품으로 이행될 수 있는 유해물질에 대한 규격 등이 제시되어 있다.
- 3) 시험법은 공통기준 및 규격, 잔류규격, 용출규격에 기준 또는 규격이 정해져 있는 개별 항목에 대한 시험법이다.

다. 시험법은 일반원칙, 항목별 시험법으로 구성한다.

II. 공통기준 및 규격

1. 공통제조기준

가. 원재료 기준

- 1) 기구 및 용기·포장의 제조·가공에 사용되는 원재료는 품질이 양호하고, 유독·유해 물질 등에 오염되지 아니한 것으로 안전성과 건전성을 가지고 있어야 한다.
- 2) 기구 및 용기·포장의 제조 시 식품위생법 상 허용된 착색료 이외의 착색료를 사용하여서는 아니된다. 다만 유약, 유리 또는 법랑에 녹이는 방법, 그 밖에 식품에 혼입할 우려가 없는 방법에 의한 경우는 제외한다.
- 3) 기구 및 용기·포장의 제조시 디에틸헥실프탈레이트(di-(2-ethylhexyl)phthalate, DEHP)를 사용하여서는 아니된다. 다만, 디에틸헥실프탈레이트가 용출되어 식품에 혼입될 우려가 없는 경우는 제외한다.
- 4) 기구 및 용기·포장 제조시 정전기 방지, 윤활성 부여 등 기술적 목적을 달성하기 위하여 보조적으로 사용되는 물질은 식품 또는 식품첨가물이거나 미국, 유럽연합 등 제외국에서 사용이 허용되어 있는 것으로서 안전성에 문제가 없는 것이어야 한다.
- 5) 기구 및 용기·포장 제조 시 「잔류성오염물질 관리법」(환경부) 등 관련 법령에서 사용을 금지하고 있는 물질을 사용하여서는 아니된다.
- 6) 식품 기계·기구의 윤활 목적으로 사용하는 물질은 식품 또는 식품첨가물이거나 미국 연방규정집(CFR, Code of Federal Regulation)에 식품 기계·기구의 윤활 목적으로 등재되어 있는 것이어야 한다.
- 7) 기구 및 용기·포장의 식품과 접촉하는 부분에 제조 또는 수리를 위하여 사용하는 금속 중 납은 0.10% 이하 또는 안티몬은 5.0% 이하이어야 하며, 시험법은 IV. 2. 2-1 납 시험법 가. 잔류시험 또는 2-10 안티몬 시험법 가. 잔류시험에 따른다.
- 8) 기구 및 용기·포장의 식품과 접촉하는 부분에 사용하는 도금용 주석 중 납은 0.10% 이하이어야 하며, 시험법은 IV. 2. 2-1 납 시험법 가. 잔류시험에 따른다.
- 9) 기구 및 용기·포장의 제조 또는 수리에 사용하는 땀납 중 납은 0.10% 이하이어야 하며, 시험법은 IV. 2. 2-1 납 시험법 가. 잔류시험에 따른다.
- 10) 전류를 직접 식품에 통하게 하는 장치를 가진 기구의 전극은 철, 알루미늄, 백금, 티타늄 및 스테인리스 이외의 금속을 사용하여서는 아니된다.
- 11) 식품의약품안전처장은 원재료의 안전성과 관련된 새로운 사실이 발견되거나 제시될 경우 원재료로서 사용가능여부를 검토할 수 있다.
- 12) 기구 및 용기·포장 제조·가공 시 기준 및 규격에 적합한 원재료로부터 발생한

자투리 등 공정 부산물은 불순물 등이 오염되지 않도록 위생적으로 관리된 경우 사용할 수 있다.

나. 제조·가공 기준

1) 공통 기준

- 가) 기구 및 용기·포장의 제조·가공에 사용되는 기계·기구류와 부대시설물은 항상 위생적으로 유지·관리하여야 한다.
- 나) 기구 및 용기·포장의 제조·가공 시에는 유독·유해물질 등이 오염되지 않도록 하여야 한다.
- 다) 합성수지제, 가공셀룰로스제, 종이제, 전분제 기구 및 용기·포장에 사용되는 재질은 납, 카드뮴, 수은 및 6가크롬의 합이 100 mg/kg 이하이어야 하며, 시험법은 IV. 2. 2-1 납 시험법 가. 잔류시험, 2-2 카드뮴 시험법 가. 잔류시험, 2-3 수은시험법, 2-4 6가크롬 시험법 가. 잔류시험에 따른다.
- 라) 동제 또는 동합금제의 기구 및 용기·포장은 식품에 접촉하는 부분을 전면 주석도금 또는 은도금이나 기타 위생상 위해가 없도록 적절하게 처리하여야 한다. 다만, 고유의 광택이 있는 것 또는 고온에서 사용하는 것으로서 표면의 도금이 벗겨질 우려가 있는 것은 제외한다.
- 마) 기구 및 용기·포장의 식품과 직접 접촉하는 면에는 인쇄를 하여서는 아니된다.
- 바) 식품과 직접 접촉하지 않는 면에 인쇄를 하고자 하는 경우에는 인쇄잉크를 반드시 건조시켜야 한다. 이 경우 잉크성분인 벤조페논의 용출량은 0.6 mg/L 이하이어야 하며, 시험법은 IV. 2. 2-13 벤조페논 시험법에 따른다. 또한 식품과 직접 접촉하지 않는 면이 인쇄된 합성수지 포장재 중 내용물 투입 시 형태가 달라지는 포장재의 경우, 잉크성분인 톨루엔의 잔류량은 2 mg/m² 이하이어야 하며, 시험법은 IV. 2. 2-14 톨루엔 시험법에 따른다.
- 사) 축산물용 기구는 분해 조립이 가능하고 세척·소독 및 검사가 용이한 구조이어야 하고 제품, 세척 및 살균·소독제품으로 부식되거나 기타 변화가 없어야 한다.
- 아) 축산물용 기구에는 도자기 또는 법랑 등을 도포하여서는 아니 된다.
- 자) 축산물용 합성수지제의 기구는 내열성이 강하고 부식의 우려가 없어야 하며, 독성이 없는 것이어야 한다.

2) 재생원료 기준

- 가) 기구 및 용기·포장 제조·가공 시 식품과 직접 접촉하지 않는 부분에는 재생 합성수지를 사용할 수 있다. 다만, 유해물질이 이행되어 식품에 혼입될 우려가

없도록 제조되어야 한다.

나) 기구 및 용기·포장 제조·가공 시 식품과 직접 접촉하는 부분에 다음의 어느 하나에 해당되는 경우에는 재생 합성수지를 사용할 수 있다.

(1) 가열·화학반응 등에 의해 원료물질 등으로 분해하고 정제한 후, 이를 다시 중합(화학적 재생, chemical recycling)한 경우

(2) 물리적으로 재생된 폴리에틸렌테레프탈레이트(PET) 재질의 재생 합성수지로서, [별표4] 기구 및 용기·포장에 사용되는 물리적 재생 합성수지제 기준에 적합하다고 인정되는 경우. 이 경우 재생 공정 중 사용하는 원료(플레이크 등)는 「식품용기 사용 재생원료 기준」(환경부 고시)에 적합한 것이어야 함

다) 재생원료의 인정을 신청하는 경우 제출하여야 하는 자료는 「식품위생법 시행규칙」 제6조제2항에 따라 [별표5]와 같다.

3) 활성·지능 용기·포장 기준

가) 식품의 품질 저하 요인을 제거 또는 완화시키거나, 식품 신선도 등 상태에 관한 정보를 제공하기 위해 식품에 직접 접촉되어 사용되는 용기·포장(이하 “활성·지능 용기·포장”이라 한다)의 물질은 식품에 이행되지 않도록 기준 및 규격에 적합하게 제조·사용하여야 한다.

나) 가)에도 불구하고, 활성·지능 용기·포장의 기능을 발휘하기 위하여 식품이나 식품첨가물을 사용하는 경우에는 해당 물질의 기준 및 규격 범위 내에서 식품으로 이행될 수 있다. 다만, 식품의 특성에 영향을 주어서는 아니 된다.

2. 공통규격

- 가. 기구 및 용기·포장은 물리적 또는 화학적으로 내용물을 쉽게 오염시키는 것이어서는 아니된다.
- 나. 기구 및 용기·포장에서 용출되어 식품으로 이행될 수 있는 프탈레이트, 비스페놀 A 등 물질의 이행량은 필요 시 이 기준 및 규격에서 정하고 있는 재질별 용출규격을 적용할 수 있다. 다만, 개별 용출규격이 설정되어 있지 않은 물질인 경우에는 II. 5. 다. 규정에 따를 수 있으며, 해당 물질의 최대 이행량은 30 mg/L 이하이어야 한다.
- 다. 식품의 용기·포장을 회수하여 재사용하고자 할 때에는 「먹는물관리법」의 수질기준에 적합한 물, 「위생용품 관리법」에 따른 세척제 등으로 깨끗이 세척하여 일체의 불순물 등이 잔류하지 아니하였음을 확인한 후 사용하여야 한다.

3. 용도별 규격

- 가. 랩 제조 시 디에틸헥실아디페이트(di-(2-ethylhexyl)-adipate, DEHA)를 사용하여서는 아니된다. 다만, 디에틸헥실아디페이트가 용출되어 식품에 혼입될 우려가 없는 경우는 제외한다.
- 나. 영·유아(「식품의 기준 및 규격」 제1. 3.에 따른 영아 및 유아를 말한다)용 기구 및 용기·포장 제조 시 디부틸프탈레이트(di-n-butyl-phthalate, DBP), 벤질부틸프탈레이트(benzyl-n-butyl-phthalate, BBP) 및 비스페놀 A(bisphenol A, BPA)를 사용하여서는 아니된다.
- 다. 고무젓꼭지의 총휘발량은 0.5% 이하이어야 하며, 시험법은 IV. 2. 2-59 총휘발량 시험법에 따른다.
- 라. 젓병(유리제 및 금속제 제외)의 용량 표시 눈금의 간격은 10 mL로 하며, 최저눈금의 표시가 곤란한 경우 생략할 수 있다. 또한 젓병의 표시용량(최고표시눈금) 및 허용차는 다음 표와 같다(단, 아래의 표에 정해지지 않은 표시용량(최고표시눈금)은 표에 정해진 표시용량(최고표시눈금) 중 가장 가까운 것을 적용하되 중간의 것은 상위의 값을 따른다).

[표] 젓병의 표시용량(최고표시눈금) 및 허용차(단위 : mL)

표시용량(최고표시눈금)		50	100	120	150	200	240	250	300
허용차	유리제	±4	±6.5	±7	±8	±9	±10	±10	±12
	합성수지제	±3	±4	±4	±4	±4	±5	±5	±6

- 마. 유리제 중 가열조리용 기구의 사용용도 및 열 충격 강도(내열 온도차)는 다음 표와 같으며, IV. 2. 2-5 열 충격 강도 시험법에 따라 시험할 때, 깨지거나 균열이 없어야 한다.

[표] 유리제 중 가열조리용 기구의 사용용도 및 열 충격 강도(내열 온도차)

사용용도		열 충격 강도 (내열 온도차)
직화용	가열조리용 등의 목적으로 직접 화염에 대고 사용되는 것이며, 급격한 가열이나 냉각에 견딜 수 있는 것	400℃ 이상
	가열조리용 등의 목적으로 직접 화염에 대고 사용되는 것	150℃ 이상
오븐용	가열조리용 등의 목적으로 직접 화염에 닿지 않는 용도에 사용되는 것	120℃ 이상
전자레인지용	가열조리용 등의 목적으로 사용되는 것으로 전자파로 가열하는 용도에 사용되는 것	120℃ 이상
열탕용	위 이외의 목적으로 사용되는 것으로 끓는 물 정도의 열 충격에 대하여 충분히 견딜 수 있는 것	120℃ 이상

바. 축산물용 기구 등의 규격

1) 착유용 기구(착유기, 냉각기, 유방세척기 등)

- (1) 착유과정 시 원유와 직접적으로 접촉되거나 간접적으로 접촉되는 착유기, 냉각기, 유방세척기, 원유배관 등은 목적에 적합한 구조로 되어 있어야 하며, 위생적이고 안전하여야 한다.

2) 집유용 기구(집유탱크, 원유통 등)

- (1) 몸체 내부에 납으로 용접한 부분이 없어야 한다.
- (2) 원자재는 녹이 발생하지 아니하는 한국산업표준 스테인리스 STS304 또는 이와 동등 이상의 재질을 사용하여야 한다.
- (3) 위생적으로 성형되어야 하고 외관은 뚜렷한 흠집이나 갈라진 데가 없는 등 사용상 위해가 발생할 우려가 없어야 한다.
- (4) 원유통의 뚜껑은 밀착되게 설비하여야 한다.
- (5) 원유통은 내용물이 쉽게 밖으로 나오지 않도록 견고성을 가지고 있어야 하며, 낙하시험법에 따를 때 변형되거나 파괴되어서는 아니되며, 누수시험법에 따를 때 누수가 확인되어서는 아니된다.

3) 도축검인기

- (1) 검인의 재료는 비철금속이어야 한다.

4) 난각인쇄용 색소

- (1) 난각인쇄용 색소는 「식품첨가물의 기준 및 규격」에서 허용하는 식용색소를 사용하여야 한다.

4. 기구 및 용기·포장의 기준 및 규격 적용

- 가. 기구 및 용기·포장의 규격은 Ⅱ. 공통기준 및 규격과 Ⅲ. 재질별 규격을 함께 적용하는 것을 원칙으로 한다. 다만, 기구 및 용기·포장의 특성을 고려할 때 그 필요성이 희박하거나 실효성이 적은 경우 그 중요도에 따라 선별 적용할 수 있다.
- 나. 전분, 글리세린, 왁스 등 식용물질이 식품과 접촉하는 면에 접촉되어 있는 용기·포장에 대하여는 총용출량의 규격 적용을 아니할 수 있다.
- 다. 식품 또는 식품첨가물에 접촉되는 재질이 돌 또는 착색되지 아니한 유리제(가열 조리용 유리제 및 납 함유 크리스탈 유리제는 제외한다) 등 기타 천연의 원재료로 만들어져 위해 우려가 없는 기구 및 용기·포장에 대하여는 규격 적용을 아니할 수 있다.
- 라. 합성수지제를 구성하는 기본중합체가 50%씩 함유되어 있어 기준 및 규격에서 구분하고 있는 두 가지 재질의 정의에 모두 포함되는 경우에는 해당되는 재질의 규격을 모두 적용하며, 규격이 중복되는 경우에는 강화된 규격을 적용한다.
- 마. 두 가지 이상의 재질로 구성된 기구 및 용기·포장 중 재질별로 분리하여 해당 재질의 규격을 각각 적용하기 어려운 경우에는 구성 재질의 규격을 모두 적용하며, 규격이 중복되는 경우에는 강화된 규격을 적용한다.
- 바. 이 기준 및 규격에 등재되지 아니한 기구 및 용기·포장에 대한 기준 및 규격은 「식품등의 한시적 기준 및 규격 인정기준」을 따라 정한다.

5. 기준 및 규격의 적부판정

- 가. 기구 및 용기·포장은 식품의약품안전처장이 정한 기준 및 규격에 따라 적합과 부적합(이하 “적부”라 한다)으로 판정하며, 기준 및 규격은 최종제품에 대하여 적용한다.
- 나. 이 기준 및 규격에 정하여진 기준 및 규격에 대한 적·부판정은 이 기준 및 규격에서 규정한 시험방법으로 실시하여 판정하는 것을 원칙으로 한다. 다만, 이 기준 및 규격에서 규정한 시험방법보다 더 정밀·정확하다고 인정된 방법을 사용할 수 있다. 또한, 중금속 등 시험에는 상품화된 kit를 사용할 수 있으나, 그 결과에 대하여 의문이 있다고 인정될 때에는 규정한 방법에 의하여 시험하고 판정하여야 한다.
- 다. 이 기준 및 규격에서 기준 및 규격이 정하여지지 아니한 것은 필요 시 식품의약품안전처장이 해당 물질에 대한 주요외국의 기준·규격과 일일섭취한계량(Tolerable Daily Intake, TDI) 등 해당물질별 관련 자료를 종합적으로 검토하여 적·부를 판정할 수 있다. 또한, 이 기준 및 규격에서 기준·규격이 정하여지지 아니하였거나 기준·규격이 정하여져 있어도 시험방법이 수재되어 있지 아니한 경우에는 식품의약품안전처장이 인정한 시험방법, 한국산업표준, ISO (International Organization for Standardization), CEN(European Committee for Standardization), ASTM(American Society for Testing and Materials), AOAC (Association of Official Analytical Chemists) 등의 시험방법에 따라 시험할 수 있다. 만약, 상기 시험방법에도 없는 경우에는 다른 법령에 정해져 있는 시험방법, 국제적으로 통용되는 공인시험방법, 주요외국의 공인시험방법에 따라 시험할 수 있으며 그 시험방법을 제시하여야 한다.
- 라. 시험법에 의한 결과에 따른 적부 판정은 실험치(시험에서 얻은 값)를 규격치(기준 및 규격에서 정한 값, n 자리수)보다 한자리수($n+1$)까지 더 구한 후 이를 반올림하고 규격치와 비교하여 판정한다.
- 마. 이 기준 및 규격의 해당 합성수지제(고무제 포함) 재질규격에서 규격이 정하여지지 아니한 유해물질에 관한 적부판정은 잠정적으로 다른 합성수지제(고무제 포함) 재질의 규격을 준용할 수 있으며, 규격이 중복되는 경우에는 강화된 규격을 적용한다.

6. 검체의 채취 및 취급방법

가. 검체채취의 의의

검체의 채취는 「식품위생법」 제32조 및 같은 법 시행령 제16조에 따른 식품위생감시원 또는 「축산물 위생관리법」 제20조의2 및 같은 법 시행령 제20조의2에 따른 축산물 위생감시원(이하 “식품위생감시원 또는 축산물위생감시원”이라 한다)이 검사대상으로부터 일부의 검체를 채취하여 기준·규격 적합여부, 오염물질 등에 대한 안전성 검사를 실시하여 그 검사결과에 따라 행정조치 등이 이루어지게 되므로 검사대상 선정, 검체채취·취급·운반·시험검사 등은 효율성을 확보하면서 과학적인 방법으로 수행하여야 한다. 따라서 검체를 채취하여 「식품·의약품분야 시험·검사 등에 관한 법률」 제6조제3항제1호에 따라 지정된 식품전문 시험·검사기관 또는 같은 조 제4항 단서에 따라 총리령으로 정하는 시험·검사기관에 검사 의뢰하는 것은 중요한 의의를 가지므로 식품위생감시원 또는 축산물위생감시원은 검체채취 및 취급방법 등에 대하여 충분한 지식을 가지고 그 직무를 수행하여야 한다.

나. 용어의 정의

- 1) 검체 : 검사대상으로부터 채취된 시료를 말한다.
- 2) 검사대상 : 같은 조건에서 생산·제조·가공된 기구 및 용기·포장으로 검체가 채취되는 하나의 대상을 말한다.
- 3) 대표장 검체 : 최종 소비자에게 그대로 유통 판매되는 형태가 아닌 대용량으로 포장된 검사대상을 말한다.

다. 검체채취의 일반원칙

- 1) 검체의 채취는 식품위생감시원 또는 축산물위생감시원이 수행하여야 한다.
- 2) 검체는 검사목적, 검사항목 등을 참작하여 검사대상 전체를 대표할 수 있는 최소한의 양을 수거하여야 한다.
- 3) 검체를 채취하는 때에는 검사대상으로부터 [별표 1] 난수표를 사용하여 대표성을 가지도록 하여야 한다. 다만, 난수표를 사용할 수 없는 사유가 있을 때에는 채취자가 검사대상을 선정·채취할 수 있다.
- 4) 검체를 채취할 때에는 재질별로 규격 검사에 필요한 양만큼 채취한다.
- 5) 채취된 검체에 의해 검사대상이 손상되지 않도록 주의하여야 하고, 채취한 검체는 봉인하여야 하며 파손하지 않고는 봉인을 열 수 없도록 하여야 한다.

- 6) 기구 또는 용기·포장으로 재질 및 바탕색상이 같으나 단순히 용도·모양·크기 또는 제품명 등이 서로 다른 경우에는 그 중 대표성이 있는 것을 검체로 할 수 있다. 다만, 재질 및 바탕색이 같지 않은 세트의 경우에는 판매단위인 세트별로 검체를 채취할 수 있다.

라. 검체의 채취 및 취급요령

검체 채취 시에는 검사 목적, 대상 기구 및 용기·포장의 종류와 물량 등 검체의 물리·화학적 상태를 고려하여야 한다.

1) 검체의 채취 요령

가) 포장된 검체의 채취

- (1) 상자 등에 넣어 유통되는 기구 및 용기·포장은 가능한 한 개봉하지 않고 그대로 채취한다.
- (2) 대형 상자에 넣은 기구 및 용기·포장은 검사대상 전체를 대표할 수 있는 일부를 채취할 수 있다.

나) 컨테이너 검체의 채취

- (1) 여러 개의 컨테이너가 하나의 검사대상인 경우에는 다음 표에 따라 컨테이너를 개봉하여 검체채취하여야 한다. 다만, 이 검체채취 및 취급 방법 상 규정된 검체 채취지점수 등을 고려하여 개봉수를 가감할 수 있다.

컨테이너수	1-3개	4-6개	7-10개	11-20개	21-30개	31-50개	51개 이상
개봉수	1개	2개이상	3개이상	4개이상	6개이상	8개이상	10개이상

- (2) 컨테이너에 실려 있는 상태에서 대표성 있는 검체를 수거할 수 없는 경우에는 당해 기구 및 용기·포장을 검사 가능하도록 1/3이상 꺼내게 한 후 검체를 채취할 수 있다.

2) 검체채취내역서의 기재

식품위생감시원 또는 축산물위생감시원은 검체채취시 당해 검체와 함께 [별표 2] 검체채취내역서를 첨부하여야 한다. 다만, 검체채취내역서를 생략하여도 기준·규격 검사에 지장이 없다고 인정되는 때에는 그러하지 아니할 수 있다.

3) 식별표의 부착

수입식품검사(유통수거 검사는 제외한다)의 경우 검체채취 후 검체를 수거하였음을 나타내는 [별표 3] 식별표를 보세창고 등의 해당 제품에 부착한다.

4) 검체의 운반 요령

- 가) 채취된 검체는 오염, 파손, 손상, 변형 등이 되지 않도록 주의하여 검사실로 운반하여야 한다.
- 나) 검체가 장거리로 운송되거나 대중교통으로 운송되는 경우에는 손상되지 않도록 특히 주의하여 포장한다.

7. 보존 및 유통기준

- 가. 기구 및 용기·포장은 위생적으로 취급 판매하여야 하며, 그 보관 및 판매장소가 불결한 곳에 위치하여서는 아니된다.
- 나. 기구 및 용기·포장의 취급장소는 비·눈 등으로부터 보호될 수 있어야 하며, 인체에 유해한 화공약품, 농약, 독극물 등과 같은 것을 함께 보관하지 말아야 한다.
- 다. 제품은 서늘한 곳에서 보관·유통하여 물리적인 변형이나 녹 등이 발생되지 않도록 하여야 한다.

Ⅲ. 재 질 별 규 격

1. 합성수지제

중분류	재 질 명		
1-1 올레핀계	가. 에틸렌-초산비닐 공중합체	ethylene-vinylacetate copolymer	EVA
	나. 폴리메틸펜텐	polymethylpentene	PMP
	다. 폴리부텐	polybutene-1	PB-1
	라. 폴리비닐알코올	poly(vinyl alcohol)	PVA
	마. 폴리에틸렌	polyethylene	PE
	바. 폴리프로필렌	polypropylene	PP
1-2 에스테르계	가. 경화폴리에스터수지	cross-linked polyester resin	-
	나. 부틸렌숙시네이트 공중합체	butylenesuccinate copolymer	PBS
	다. 부틸렌숙시네이트-아디페이트 공중합체	butylenesuccinate-adipate copolymer	PBSA
	라. 폴리부틸렌테레프탈레이트	poly(butylene terephthalate)	PBT
	마. 폴리시클로헥산-1,4-디메틸렌테레프탈레이트	poly(cyclohexane-1,4-dimethylene terephthalate)	PCT
	바. 폴리아릴레이트	polyarylate	PAR
	사. 폴리에틸렌나프탈레이트	poly(ethylene naphthalate)	PEN
	아. 폴리에틸렌테레프탈레이트	poly(ethylene terephthalate)	PET
	자. 폴리락타이드	polylactide, poly(lactic acid)	PLA
	차. 폴리카보네이트	polycarbonate	PC
	카. 히드록시부틸폴리에스테르	hydroxybutyl polyester	HBP
	타. 히드록시안식향산폴리에스테르	hydroxybenzoic acid polyester	-
	파. 폴리부틸렌아디페이트테레프탈레이트	poly(butylene adipate terephthalate)	PBAT
1-3 스티렌계	가. 메틸메타크릴레이트-아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌 공중합체	methylmethacrylate-acrylonitrile-butadiene-styrene copolymer	MABS
	나. 아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌 공중합체	acrylonitrile-butadiene-styrene copolymer	ABS
	다. 아크릴로니트릴-스티렌 공중합체	acrylonitrile-styrene copolymer	AS
	라. 폴리메타크릴스티렌	polymethacrylstyrene	MS

중분류	재질명		
	마. 폴리스티렌	polystyrene	PS
1-4 아민계	가. 폴리아미드	polyamide	PA
	나. 폴리우레탄	polyurethane	PU
	다. 폴리이미드	polyimide	PI
1-5 아크릴계	가. 아크릴수지	acrylic resin	-
	나. 이오노머수지	ionomeric resin	-
	다. 폴리아크릴로니트릴	polyacrylonitrile	PAN
1-6 알데히드계	가. 멜라민수지	melamine-formaldehyde resin	MF
	나. 요소수지	urea-formaldehyde resin	UF
	다. 페놀수지	phenol-formaldehyde resin	PF
	라. 폴리아세탈	polyacetal, polyoxymethylene	POM
1-7 에테르계	가. 폴리아릴설폰	polyarylsulfone	PASF
	나. 폴리에테르에테르케톤	polyetheretherketone	PEEK
	다. 폴리에테르설폰	poly(ether sulfone)	PES
	라. 폴리페닐렌설파이드	poly(phenylene sulfide)	PPS
	마. 폴리페닐렌에테르	poly(phenylene ether)	PPE
1-8 염화비닐계	가. 폴리염화비닐	poly(vinyl chloride)	PVC
	나. 폴리염화비닐리덴	poly(vinylidene chloride)	PVDC
1-9 기타	가. 불소수지	fluorocarbon resin	FR
	나. 에폭시수지	epoxy resin	-
	다. 폴리케톤	polyketone	PK

※ 구조적으로 유사한 것끼리 묶어 중분류한 것으로, 같은 중분류에 있어도 물리·화학적 특성이 모두 유사하지는 않음

1-1 올레핀계

가. 에틸렌-초산비닐 공중합체(ethylene-vinylacetate copolymer : EVA)

1) 정의

에틸렌-초산비닐 공중합체란 에틸렌과 비닐아세테이트와의 공중합으로 얻은 중합체를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하
비닐아세테이트	12 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

라) 비닐아세테이트 : IV. 2. 2-37 비닐아세테이트 시험법

나. 폴리메틸펜텐(polymethylpentene : PMP)

1) 정의

폴리메틸펜텐이란 기본 중합체(base polymer) 중 메틸펜텐의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하 (다만, 침출용액이 n-헵탄인 경우 120 이하)
4-메틸-1-펜텐	0.05 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

라) 4-메틸-1-펜텐 : IV. 2. 2-33 4-메틸-1-펜텐 시험법

다. 폴리부텐(polybutene-1 : PB-1)

1) 정의

폴리부텐이란 기본 중합체(base polymer) 중 부텐-1의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하 (다만, 사용온도가 100℃ 이하로 침출용액이 n-헥탄인 경우 150 이하, 사용온도가 100℃를 초과하고 침출용액이 n-헥탄인 경우 120 이하)

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

라. 폴리비닐알코올(poly(vinyl alcohol) : PVA)

1) 정의

폴리비닐알코올이란 기본 중합체(base polymer) 중 비닐알코올의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하
비닐아세테이트	12 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

라) 비닐아세테이트 : IV. 2. 2-37 비닐아세테이트 시험법

마. 폴리에틸렌(polyethylene : PE)

1) 정의

폴리에틸렌이란 기본 중합체(base polymer) 중 에틸렌의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

건조식품의 방습유지 등을 위하여 수용성 물질(식품 또는 식품첨가물로 허용되어 있는 물질에 한한다)이 사용된 경우에는 총용출량 및 과망간산칼륨소비량의 규격을 적용하지 아니할 수 있다.

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하 (다만, 사용온도가 100℃ 이하로 침출용액이 n-헥산인 경우 150 이하)
1-헥센	3 이하
1-옥텐	15 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

라) 1-헥센 및 1-옥텐 : IV. 2. 2-20 1-헥센 및 1-옥텐 시험법

바. 폴리프로필렌(polypropylene : PP)

1) 정의

폴리프로필렌이란 기본 중합체(base polymer) 중 프로필렌의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

건조식품의 방습유지 등을 위하여 수용성 물질(식품 또는 식품첨가물로 허용되어 있는 물질에 한한다)이 사용된 경우에는 총용출량 및 과망간산칼륨소비량의 규격을 적용하지 아니할 수 있다.

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하 (다만, 사용온도가 100℃ 이하로 침출용액이 n-헥산인 경우 150 이하)

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

1-2 에스테르계

가. 경화폴리에스터수지(cross-linked polyester resin)

1) 정의

경화폴리에스터수지란 기본 중합체(base polymer) 중 폴리올 또는 에폭사이드와 불포화 이염기산의 중합물질의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하
테레프탈산	7.5 이하
이소프탈산	5 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

라) 테레프탈산 및 이소프탈산 : IV. 2. 2-25 테레프탈산 및 이소프탈산 시험법

나. 부틸렌숙시네이트 공중합체(butylenesuccinate copolymer : PBS)

1) 정의

부틸렌숙시네이트 공중합체란 기본 중합체(base polymer) 중 호박산 및 1,4-부탄디올의 공중합물질의 함유율이 60% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

가) 전분을 함유하지 않은 경우

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하
1,4-부탄디올	5 이하

나) 전분을 함유한 경우

항목	규격(mg/L)
비소 (As ₂ O ₃ 로서)	0.1 이하
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하 (다만, 비내수성 용기는 제외)
포름알데히드	4 이하
형광증백제	불검출
1,4-부탄디올	5 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

라) 1,4-부탄디올 : IV. 2. 2-41 1,4-부탄디올 시험법

마) 비소 : IV. 2. 2-9 비소 시험법

바) 포름알데히드 : IV. 2. 2-27 포름알데히드 시험법

사) 형광증백제 : IV. 2. 2-53 형광증백제 시험법

다. 부틸렌숙시네이트-아디페이트 공중합체(butylenesuccinate-adipate copolymer : PBSA)

1) 정의

부틸렌숙시네이트-아디페이트 공중합체란 기본 중합체(base polymer) 중 호박산, 아디핀산 및 1,4-부탄디올의 공중합물질의 함유율이 60% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

가) 전분을 함유하지 않은 경우

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하
1,4-부탄디올	5 이하

나) 전분을 함유한 경우

항목	규격(mg/L)
비소 (As ₂ O ₃ 로서)	0.1 이하
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하 (다만, 비내수성 용기는 제외)
포름알데히드	4 이하
형광증백제	불검출
1,4-부탄디올	5 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

- 라) 1,4-부탄디올 : IV. 2. 2-41 1,4-부탄디올 시험법
- 마) 비소 : IV. 2. 2-9 비소 시험법
- 바) 포름알데히드 : IV. 2. 2-27 포름알데히드 시험법
- 사) 형광증백제 : IV. 2. 2-53 형광증백제 시험법

라. 폴리부틸렌테레프탈레이트(poly(butylene terephthalate) : PBT)

1) 정의

폴리부틸렌테레프탈레이트란 기본 중합체(base polymer) 중 테레프탈산 또는 테레프탈산의 디메틸에스테르와 부틸렌글리콜의 중합물질의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하
테레프탈산	7.5 이하
이소프탈산	5 이하
1,4-부탄디올	5 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

라) 테레프탈산 및 이소프탈산 : IV. 2. 2-25 테레프탈산 및 이소프탈산 시험법

마) 1,4-부탄디올 : IV. 2. 2-41 1,4-부탄디올 시험법

마. 폴리스클로헥산-1,4-디메틸렌테레프탈레이트(poly(cyclohexane-1,4-dimethylene terephthalate) : PCT)

1) 정의

폴리스클로헥산-1,4-디메틸렌테레프탈레이트란 기본 중합체(base polymer) 중 테레프탈산 또는 테레프탈산디메틸에스테르와 1,4-시클로헥산디메탄올의 중합물질의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하
안티몬	0.04 이하
테레프탈산	7.5 이하
이소프탈산	5 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

라) 안티몬 : IV. 2. 2-10 안티몬 시험법 나. 용출시험

마) 테레프탈산 및 이소프탈산 : IV. 2. 2-25 테레프탈산 및 이소프탈산 시험법

바. 폴리아릴레이트(polyarylate : PAR)

1) 정의

폴리아릴레이트란 기본 중합체(base polymer) 중 테레프탈산 또는 이소프탈산과 비스페놀 A의 중합물질의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하
테레프탈산	7.5 이하
이소프탈산	5 이하
비스페놀 A (페놀, 비스페놀 A 및 p-터셔리부틸페놀의 합)	2.5 이하 (다만, 비스페놀 A는 0.6 이하)

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

라) 테레프탈산 및 이소프탈산 : IV. 2. 2-25 테레프탈산 및 이소프탈산 시험법

마) 비스페놀 A(페놀, 비스페놀 A 및 p-터셔리부틸페놀의 합) : IV. 2. 2-35 비스페놀 A(페놀 및 p-터셔리부틸페놀 포함) 시험법

사. 폴리에틸렌나프탈레이트(poly(ethylene naphthalate) : PEN)

1) 정의

폴리에틸렌나프탈레이트란 기본 중합체(base polymer) 중 2,6-디메틸나프탈렌 디카르복실레이트와 에틸렌글리콜의 중합물질의 함유율이 50% 이상인 합성 수지제를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하
2,6-디메틸나프탈렌디카르복실레이트	0.05 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

라) 2,6-디메틸나프탈렌디카르복실레이트 : IV. 2. 2-43 2,6-디메틸나프탈렌 디카르복실레이트 시험법

아. 폴리에틸렌테레프탈레이트(poly(ethylene terephthalate) : PET)

1) 정의

폴리에틸렌테레프탈레이트란 기본 중합체(base polymer) 중 테레프탈산 또는 테레프탈산메틸에스테르와 에틸렌글리콜의 중합물질의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하
안티몬	0.04 이하
게르마늄	0.1 이하
테레프탈산	7.5 이하
이소프탈산	5 이하
아세트알데히드	6 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

라) 안티몬 : IV. 2. 2-10 안티몬 시험법 나. 용출시험

마) 게르마늄 : IV. 2. 2-24 게르마늄 시험법

바) 테레프탈산 및 이소프탈산 : IV. 2. 2-25 테레프탈산 및 이소프탈산 시험법

사) 아세트알데히드 : IV. 2. 2-57 아세트알데히드 시험법

자. 폴리락타이드(poly lactide, poly(lactic acid) : PLA)

1) 정의

폴리락타이드란 기본 중합체(base polymer) 중 락트산의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

가) 전분을 함유하지 않은 경우

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하

나) 전분을 함유한 경우

항목	규격(mg/L)
비소 (As ₂ O ₃ 로서)	0.1 이하
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하 (다만, 비내수성 용기는 제외)
포름알데히드	4 이하
형광증백제	불검출

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

라) 비소 : IV. 2. 2-9 비소 시험법

마) 포름알데히드 : IV. 2. 2-27 포름알데히드 시험법

바) 형광증백제 : IV. 2. 2-53 형광증백제 시험법

차. 폴리카보네이트(polycarbonate : PC)

1) 정의

폴리카보네이트란 기본 중합체(base polymer) 중 비스페놀 A와 디페닐카보네이트 또는 카보닐클로라이드의 중합물질의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 잔류규격

항목	규격(mg/kg)
아민류 (트리에틸아민과 트리부틸아민의 합)	1 이하

3) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하
비스페놀 A (페놀, 비스페놀 A 및 p-터셔리부틸페놀의 합)	2.5 이하 (다만, 비스페놀 A는 0.6 이하)
디페닐카보네이트	0.05 이하

4) 시험방법

가) 아민류(트리에틸아민과 트리부틸아민의 합) : IV. 2. 2-34 아민류(트리에틸아민 및 트리부틸아민에 한함) 시험법

나) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

다) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

라) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

마) 비스페놀 A(페놀, 비스페놀 A 및 p-터셔리부틸페놀의 합) : IV. 2. 2-35 비스페놀 A(페놀 및 p-터셔리부틸페놀 포함) 시험법

바) 디페닐카보네이트 : IV. 2. 2-36 디페닐카보네이트 시험법

카. 히드록시부틸폴리에스테르(hydroxybutyl polyester : HBP)

1) 정의

히드록시부틸폴리에스테르란 기본 중합체(base polymer) 중 3-히드록시부티르산의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

타. 히드록시안식향산폴리에스테르(hydroxybenzoic acid polyester)

1) 정의

히드록시안식향산폴리에스테르란 기본 중합체(base polymer) 중 히드록시안식향산, 방향족디카보네이트, 방향족디올의 공중합물질 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

과. 폴리부틸렌아디페이트테레프탈레이트(poly(butylene adipate terephthalate) : PBAT)

1) 정의

폴리부틸렌아디페이트테레프탈레이트란 기본 중합체(base polymer) 중 테레프탈산, 아디핀산 및 1,4-부탄디올의 공중합물질의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하
테레프탈산	7.5 이하
이소프탈산	5 이하
1,4-부탄디올	5 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

라) 테레프탈산 및 이소프탈산 : IV. 2. 2-25 테레프탈산 및 이소프탈산 시험법

마) 1,4-부탄디올 : IV. 2. 2-41 1,4-부탄디올 시험법

1-3 스티렌계

가. 메틸메타크릴레이트-아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌 공중합체(methylmethacrylate-acrylonitrile-butadiene-styrene copolymer : MABS)

1) 정의

메틸메타크릴레이트-아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌 공중합체란 기본 중합체(base polymer) 중 메타크릴산, 아크릴로니트릴, 부타디엔, 스티렌(α -메틸스티렌 포함)의 공중합물질의 함유율이 60% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 잔류규격

항목	규격(mg/kg)
휘발성물질 (스티렌, 톨루엔, 에틸벤젠, 이소프로필벤젠 및 n-프로필벤젠의 합)	5,000 이하
1,3-부타디엔	1 이하

3) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하
메틸메타크릴레이트	6 이하 (다만, 기본 중합체(base polymer) 중 메틸메타크릴레이트의 함유율이 50% 이상인 합성수지제에 한함)
아크릴로니트릴	0.02 이하

4) 시험방법

가) 휘발성물질 : IV. 2. 2-21 휘발성물질 시험법

나) 1,3-부타디엔 : IV. 2. 2-39 1,3-부타디엔 시험법

다) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

- 라) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법
- 마) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법
- 바) 메틸메타크릴레이트 : IV. 2. 2-29 메틸메타크릴레이트 시험법
- 사) 아크릴로니트릴 : IV. 2. 2-40 아크릴로니트릴 시험법

나. 아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌 공중합체(acrylonitrile-butadiene-styrene copolymer : ABS)

1) 정의

아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌 공중합체란 기본 중합체(base polymer) 중 스티렌 (α -메틸스티렌 포함)과 아크릴로니트릴의 공중합체에 부타디엔계 고무가 분산된 물질의 함유율이 60% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 잔류규격

항목	규격(mg/kg)
휘발성물질 (스티렌, 톨루엔, 에틸벤젠, 이소프로필벤젠 및 n-프로필벤젠의 합)	5,000 이하
1,3-부타디엔	1 이하

3) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하 (다만, 침출용액이 n-헵탄인 경우 240 이하)
아크릴로니트릴	0.02 이하

4) 시험방법

가) 휘발성물질 : IV. 2. 2-21 휘발성물질 시험법

나) 1,3-부타디엔 : IV. 2. 2-39 1,3-부타디엔 시험법

다) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

라) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

마) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

바) 아크릴로니트릴 : IV. 2. 2-40 아크릴로니트릴 시험법

다. 아크릴로니트릴-스티렌 공중합체(acrylonitrile-styrene copolymer : AS)

1) 정의

아크릴로니트릴-스티렌 공중합체란 기본 중합체(base polymer) 중 스티렌 (α -메틸스티렌 포함)이 50% 이상 함유된 중합체에 아크릴로니트릴이 포함된 합성수지제를 말한다.

2) 잔류규격

항목	규격(mg/kg)
휘발성물질 (스티렌, 톨루엔, 에틸벤젠, 이소프로필벤젠 및 n-프로필벤젠의 합)	5,000 이하

3) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하 (다만, 침출용액이 n-헵탄인 경우 240 이하)
아크릴로니트릴	0.02 이하

4) 시험방법

가) 휘발성물질 : IV. 2. 2-21 휘발성물질 시험법

나) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

다) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

라) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

마) 아크릴로니트릴 : IV. 2. 2-40 아크릴로니트릴 시험법

라. 폴리메타크릴스티렌(polymethacrylstyrene : MS)

1) 정의

폴리메타크릴스티렌이란 기본 중합체(base polymer) 중 메타크릴산메틸 및 스티렌(α -메틸스티렌 포함)의 함유율이 각각 20% 이상이고 양자의 합이 60% 이상인 합성수지제를 말한다

2) 잔류규격

항목	규격(mg/kg)
휘발성물질 (스티렌, 톨루엔, 에틸벤젠, 이소프로필벤젠 및 n-프로필벤젠의 합)	5,000 이하

3) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하 (다만, 침출용액이 n-헵탄인 경우 240 이하)
메틸메타크릴레이트	6 이하 (다만, 기본 중합체(base polymer) 중 메틸메타크릴레이트의 함유율이 50% 이상인 합성수지제에 한함)

4) 시험방법

가) 휘발성물질 : IV. 2. 2-21 휘발성물질 시험법

나) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

다) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

라) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

마) 메틸메타크릴레이트 : IV. 2. 2-29 메틸메타크릴레이트 시험법

마. 폴리스티렌(polystyrene : PS)

1) 정의

폴리스티렌이란 기본 중합체(base polymer) 중 스티렌 또는 α -메틸스티렌의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말하며, 발포 폴리스티렌을 포함한다.

2) 잔류규격

항목	규격(mg/kg)
휘발성물질 (스티렌, 톨루엔, 에틸벤젠, 이소프로필벤젠 및 n-프로필벤젠의 합)	5,000 이하 (다만, 열탕을 사용하는 발포 폴리스티렌의 경우 휘발성물질의 총량은 2,000 이하이어야 하며, 그 중 스티렌 및 에틸벤젠은 각각 1,000 이하)

3) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하 (다만, 침출용액이 n-헵탄인 경우 240 이하)

4) 시험방법

가) 휘발성물질 : IV. 2. 2-21 휘발성물질 시험법

나) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

다) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

라) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

1-4 아민계

가. 폴리아미드(polyamide : PA)

1) 정의

폴리아미드란 기본 중합체(base polymer) 중 락탐, 아미노카르복실레이트 또는 이염기산과 디아민의 중합물질의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하
카프로락탐	15 이하
일차방향족아민 (아닐린, 4,4'-메틸렌디아닐린, 2,4-톨루엔디아민의 합)	0.01 이하
에틸렌디아민	12 이하
헥사메틸렌디아민	2.4 이하
라우로락탐	5 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

라) 카프로락탐 및 라우로락탐 : IV. 2. 2-30 카프로락탐 및 라우로락탐 시험법

마) 일차방향족아민(아닐린, 4,4'-메틸렌디아닐린, 2,4-톨루엔디아민의 합) : IV. 2. 2-31 일차방향족아민(아닐린, 4,4'-메틸렌디아닐린, 2,4-톨루엔디아민에 한함) 시험법

바) 에틸렌디아민 및 헥사메틸렌디아민 : IV. 2. 2-32 에틸렌디아민 및 헥사메틸렌디아민 시험법

나. 폴리우레탄(polyurethane : PU)

1) 정의

폴리우레탄이란 기본 중합체(base polymer) 중 이소시아네이트와 폴리올의 중합물질의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하
이소시아네이트	0.1 이하
4,4'-메틸렌디아닐린	0.01 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

라) 이소시아네이트 : IV. 2. 2-38 이소시아네이트 시험법

마) 4,4'-메틸렌디아닐린 : IV. 2. 2-31 일차방향족아민(아닐린, 4,4'-메틸렌디아닐린, 2,4-톨루엔디아민에 한함) 시험법

다. 폴리아미드(polyimide : PI)

1) 정의

폴리아미드란 기본 중합체(base polymer) 중 방향족 또는 지방족 이무수물 (aromatic or aliphatic dianhydride)과 방향족 또는 지방족 디아민(aromatic or aliphatic diamine)의 중합물질의 함유율이 50% 이상인 합성수지체를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

1-5. 아크릴계

가. 아크릴수지(acrylic resin)

1) 정의

아크릴수지란 기본 중합체(base polymer) 중 아크릴산, 메타크릴산, 아크릴레이트 또는 메타크릴레이트 등의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하
메틸메타크릴레이트	6 이하 (다만, 기본 중합체(base polymer) 중 메틸메타크릴레이트의 함유율이 50% 이상인 합성수지제에 한함)

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

라) 메틸메타크릴레이트 : IV. 2. 2-29 메틸메타크릴레이트 시험법

나. 이오노머수지(ionomeric resin)

1) 정의

이오노머수지란 에틸렌과 메틸아크릴산의 공중합체로 카르복실기 그룹에 아연, 나트륨, 칼륨, 칼슘 및 암모늄 등의 이온이 가교된 중합체를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

다. 폴리아크릴로니트릴(polyacrylonitrile : PAN)

1) 정의

폴리아크릴로니트릴이란 기본 중합체(base polymer) 중 아크릴로니트릴의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하
아크릴로니트릴	0.02 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

라) 아크릴로니트릴 : IV. 2. 2-40 아크릴로니트릴 시험법

1-6. 알데히드계

가. 멜라민수지(melamine-formaldehyde resin : MF)

1) 정의

멜라민수지란 기본 중합체(base polymer) 중 멜라민과 포름알데히드의 중합물질의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
총용출량	30 이하
페놀	5 이하
포름알데히드	4 이하
멜라민	2.5 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

다) 페놀 : IV. 2. 2-26 페놀 시험법

라) 포름알데히드 : IV. 2. 2-27 포름알데히드 시험법

마) 멜라민 : IV. 2. 2-28 멜라민 시험법

나. 요소수지(urea-formaldehyde resin : UF)

1) 정의

요소수지란 기본 중합체(base polymer) 중 우레아와 포름알데히드의 중합물질의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
총용출량	30 이하
페놀	5 이하
포름알데히드	4 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

다) 페놀 : IV. 2. 2-26 페놀 시험법

라) 포름알데히드 : IV. 2. 2-27 포름알데히드 시험법

다. 페놀수지(phenol-formaldehyde resin : PF)

1) 정의

페놀수지란 기본 중합체(base polymer) 중 페놀과 포름알데히드의 중합물질의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
총용출량	30 이하
페놀	5 이하
포름알데히드	4 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

다) 페놀 : IV. 2. 2-26 페놀 시험법

라) 포름알데히드 : IV. 2. 2-27 포름알데히드 시험법

라. 폴리아세탈(polyacetal, polyoxymethylene(POM))

1) 정의

폴리아세탈이란 기본 중합체(base polymer) 중 포름알데히드와 트리옥시메틸렌의 중합물질의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하
포름알데히드	4 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

라) 포름알데히드 : IV. 2. 2-27 포름알데히드 시험법

1-7 에테르계

가. 폴리아릴설펜(polyarylsulfone : PASF)

1) 정의

폴리아릴설펜이란 기본 중합체(base polymer) 중 4,4'-디클로로디페닐설펜과 비스페놀 A의 중합물질의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하
비스페놀 A (페놀, 비스페놀 A 및 p-터셔리부틸페놀의 합)	2.5 이하 (다만, 비스페놀 A는 0.6 이하)
4,4'-디클로로디페닐설펜	0.05 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

라) 비스페놀 A(페놀, 비스페놀 A 및 p-터셔리부틸페놀의 합) : IV. 2. 2-35 비스페놀 A(페놀 및 p-터셔리부틸페놀 포함) 시험법

마) 4,4'-디클로로디페닐설펜 : IV. 2. 2-42 4,4'-디클로로디페닐설펜 시험법

나. 폴리에테르에테르케톤(polyetheretherketone : PEEK)

1) 정의

폴리에테르에테르케톤이란 기본 중합체(base polymer) 중 4,4'-디할로젠화디페닐케톤과 히드로퀴논의 중합물질의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하
히드로퀴논	0.6 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

라) 히드로퀴논 : IV. 2. 2-48 히드로퀴논 시험법

다. 폴리에테르설펜(poly(ether sulfone) : PES)

1) 정의

폴리에테르설펜이란 기본 중합체(base polymer) 중 4,4'-디히드록시디페닐설펜 또는 4,4'-디히드록시비페닐과 4,4'-디클로로디페닐설펜의 중합물질의 함유율이 50% 이상으로, 비스페놀 A의 중합물질이 사용되지 않은 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하
4,4'-디클로로디페닐설펜	0.05 이하
4,4'-디히드록시디페닐설펜	0.05 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

라) 4,4'-디클로로디페닐설펜 : IV. 2. 2-42 4,4'-디클로로디페닐설펜 시험법

마) 4,4'-디히드록시디페닐설펜 : IV. 2. 2-47 4,4'-디히드록시디페닐설펜 시험법

라. 폴리페닐렌설파이드(poly(phenylene sulfide) : PPS)

1) 정의

폴리페닐렌설파이드란 기본 중합체(base polymer) 중 1,4-디클로로벤젠과 황화나트륨의 중합물질의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하
1,4-디클로로벤젠	12 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

라) 1,4-디클로로벤젠 : IV. 2. 2-46 1,4-디클로로벤젠 시험법

마. 폴리페닐렌에테르(poly(phenylene ether) : PPE)

1) 정의

폴리페닐렌에테르란 기본 중합체(base polymer) 중 2,6-디메틸페놀의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 잔류규격

항목	규격(mg/kg)
휘발성물질 (스티렌, 톨루엔, 에틸벤젠, 이소프로필벤젠 및 n-프로필벤젠의 합)	5,000 이하

3) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하

4) 시험방법

가) 휘발성물질 : IV. 2. 2-21 휘발성물질 시험법

나) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

다) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

라) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

1-8 염화비닐계

가. 폴리염화비닐(poly(vinyl chloride) : PVC)

1) 정의

폴리염화비닐이란 기본 중합체(base polymer) 중 염화비닐의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 잔류규격

항목	규격(mg/kg)
염화비닐	1 이하
디부틸주석화합물 (이염화디부틸주석으로서)	50 이하
크레졸인산에스테르	1,000 이하

3) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하 (다만, 침출용액이 n-헵탄인 경우 150 이하)
디부틸프탈레이트	0.3 이하
벤질부틸프탈레이트	30 이하
디에틸헥실프탈레이트	1.5 이하
디-n-옥틸프탈레이트	5 이하
디이소노닐프탈레이트 및 디이소데실프탈레이트	9 이하(합계로서)
디에틸헥실아디페이트	18 이하

4) 시험방법

가) 염화비닐 : IV. 2. 2-16 염화비닐 시험법 가. 잔류시험

나) 디부틸주석화합물 : IV. 2. 2-17 디부틸주석화합물 시험법

다) 크레졸인산에스테르 : IV. 2. 2-18 크레졸인산에스테르 시험법

라) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

마) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

바) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

사) 디부틸프탈레이트, 벤질부틸프탈레이트, 디에틸헥실프탈레이트, 디-n-옥틸프탈레이트, 디이소노닐프탈레이트, 디이소데실프탈레이트 및 디에틸헥실아디페이트 : IV. 2. 2-19 디부틸프탈레이트, 벤질부틸프탈레이트, 디에틸헥실프탈레이트, 디-n-옥틸프탈레이트, 디이소노닐프탈레이트, 디이소데실프탈레이트 및 디에틸헥실아디페이트 시험법

나. 폴리염화비닐리덴(poly(vinylidene chloride) : PVDC)

1) 정의

폴리염화비닐리덴이란 기본 중합체(base polymer) 중 염화비닐리덴의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 잔류규격

항목	규격(mg/kg)
염화비닐리덴	6 이하

3) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
바륨	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하

4) 시험방법

가) 염화비닐리덴 : IV. 2. 2-22 염화비닐리덴 시험법

나) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

다) 바륨 : IV. 2. 2-23 바륨 시험법

라) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

마) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

1-9 기타

가. 불소수지(fluorocarbon resin : FR)

1) 정의

불소수지란 기본 중합체(base polymer) 중 불소를 함유하는 단량체의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

나. 에폭시수지(epoxy resin)

1) 정의

에폭시수지란 비스페놀 A와 에피클로로하이드린 등이 주성분인 중합체를 말한다.

2) 잔류규격

항목	규격(mg/kg)
아민류 (트리에틸아민과 트리부틸아민의 합)	1 이하

3) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하
비스페놀 A (페놀, 비스페놀 A 및 p-터셔리부틸페놀의 합)	2.5 이하 (다만, 비스페놀 A는 0.6 이하)
비스페놀 A 디글리시딜에테르 (비스페놀 A 디글리시딜에테르 이염화물과 비스페놀 A 디글리시딜에테르 이수화물 포함)	1 이하
비스페놀 F 디글리시딜에테르 (비스페놀 F 디글리시딜에테르 이염화물과 비스페놀 F 디글리시딜에테르 이수화물 포함)	1 이하
에피클로로하이드린	0.5 이하
4,4'-메틸렌디아닐린	0.01 이하

4) 시험방법

가) 아민류(트리에틸아민과 트리부틸아민의 합) : IV. 2. 2-34 아민류(트리에틸아민 및 트리부틸아민에 한함) 시험법

나) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

다) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

라) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

- 마) 비스페놀 A(페놀, 비스페놀 A 및 p-터셔리부틸페놀의 합) : IV. 2. 2-35 비스페놀 A(페놀 및 p-터셔리부틸페놀 포함) 시험법
- 바) 비스페놀 A 디글리시딜에테르(비스페놀 A 디글리시딜에테르 이염화물과 비스페놀 A 디글리시딜에테르 이수화물 포함) 및 비스페놀 F 디글리시딜에테르(비스페놀 F 디글리시딜에테르 이염화물과 비스페놀 F 디글리시딜에테르 이수화물 포함) : IV. 2. 2-44 비스페놀 A 디글리시딜에테르(비스페놀 A 디글리시딜에테르 이염화물과 비스페놀 A 디글리시딜에테르 이수화물 포함) 및 비스페놀 F 디글리시딜에테르(비스페놀 F 디글리시딜에테르 이염화물과 비스페놀 F 디글리시딜에테르 이수화물 포함) 시험법
- 사) 에피클로로히드린 : IV. 2. 2-45 에피클로로히드린 시험법
- 아) 4,4'-메틸렌디아닐린 : IV. 2. 2-31 일차방향족아민(아닐린, 4,4'-메틸렌디아닐린, 2,4-톨루엔디아민에 한함) 시험법

다. 폴리케톤(polyketone, PK)

1) 정의

폴리케톤이란 일산화탄소와 에틸렌 및 프로필렌의 공중합체로, 기본중합체(base polymer) 중 일산화탄소의 함유율이 약 50%인 합성수지를 말한다.

2) 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하
총용출량	30 이하

3) 시험방법

가) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험

나) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

다) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

2. 가공셀룰로스제

가. 정의

가공셀룰로스제(regenerated cellulose)란 펄프를 비스코스화한 다음 응고시켜 가공한 것으로 필름(셀로판, cellophane), 섬유(레이온, rayon) 형태 등을 말하며, 이에는 기술적 목적을 달성하기 위하여 적절한 물질을 원재료에 첨가하거나 또는 코팅 등으로 표면처리한 것도 포함된다.

나. 용출규격

항목	규격(mg/L)
비소 (As ₂ O ₃ 로서)	0.1 이하
납	1 이하
총용출량	30 이하

다. 시험방법

- 1) 비소 : IV. 2. 2-9 비소 시험법
- 2) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험
- 3) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법

3. 고무제

가. 정의

고무제란 기본 중합체(base polymer) 중 천연고무, 합성고무(실리콘고무와 부타디엔 고무 포함), 이들의 라텍스 또는 열가소성엘라스토머(thermoplastic elastomer, TPE)의 함유율이 50% 이상인 것을 말한다.

나. 잔류규격

항목	규격(mg/kg)
납	고무젓꼭지 이외의 고무제 : 100 이하 고무젓꼭지 : 10 이하
카드뮴	고무젓꼭지 이외의 고무제 : 100 이하 고무젓꼭지 : 10 이하
2-머캅토이미다졸린	불검출 (염소를 함유한 고무제에 한함)
1,3-부타디엔	1 이하 (기본중합체 중 1,3-부타디엔의 함유율이 50% 이상인 고무제에 한함)

다. 용출규격

항목	규격(mg/L)
납	1 이하
총용출량	고무젓꼭지 이외의 고무제 : 60 이하 고무젓꼭지 : 40 이하
페놀	5 이하
포름알데히드	4 이하
아연	고무젓꼭지 이외의 고무제 : 15 이하 고무젓꼭지 : 1 이하
니트로사민류(N-니트로소디메틸아민, N-니트로소디에틸아민, N-니트로소디-n-프로필아민, N-니트로소디-n-부틸아민, N-니트로소피페리딘, N-니트로소피롤리딘, N-니트로소몰폴린의 합)	0.01 mg/kg 이하 (고무젓꼭지에 한함)

니트로사민류 생성 가능물질(N-니트로소디메틸아민, N-니트로소디에틸아민, N-니트로소디-n -프로필아민, N-니트로소디-n-부틸아민, N-니트로소피페리딘, N-니트로소피롤리딘, N-니트로소몰폴린의 합)	0.1 mg/kg 이하 (고무젓꼭지에 한함)
---	-----------------------------

라. 시험방법

- 1) 납 : 잔류규격의 경우에는 IV. 2. 2-1 납 시험법 가. 잔류시험에 따라 시험하고, 용출규격의 경우에는 나. 용출시험에 따라 시험한다.
- 2) 카드뮴 : IV. 2. 2-2 카드뮴 시험법 가. 잔류시험
- 3) 2-머캅토이미다졸린(염소를 함유한 고무제에 한한다) : IV. 2. 2-49 2-머캅토이미다졸린 시험법
- 4) 1,3-부타디엔 : IV. 2. 2-39 1,3-부타디엔 시험법
- 5) 총용출량 : IV. 2. 2-8 총용출량 시험법
- 6) 페놀 : IV. 2. 2-26 페놀 시험법
- 7) 포름알데히드 : IV. 2. 2-27 포름알데히드 시험법
- 8) 아연 : IV. 2. 2-50 아연 시험법
- 9) 니트로사민류 및 니트로사민류 생성 가능물질 : IV. 2. 2-51 니트로사민류 및 니트로사민류 생성 가능물질 시험법

4. 종이제

가. 정의

종이제란 펄프를 주원료로 하여 제조한 것 또는 이에 식품용 왁스, 합성수지제 또는 고무제 등으로 도장가공한 것을 말한다.

나. 잔류규격

식품과 직접 접촉하는 면에 식품용 왁스가 사용된 경우에는 다음의 규격을 적용하지 아니할 수 있으며, 합성수지제 또는 고무제 등이 사용된 경우에는 해당 재질의 잔류규격을 적용한다.

항목	규격(mg/kg)
PCBs	5 이하

다. 용출규격

식품과 직접 접촉하는 면에 합성수지제 또는 고무제 등이 사용된 경우에는 해당 재질의 용출규격을 적용한다.

항목	규격(mg/L)
비소(As_2O_3 로서)	0.1 이하
납	1 이하
포름알데히드	4 이하
형광증백제	불검출

라. 시험방법

- 1) PCBs : IV. 2. 2-52 PCBs 시험법
- 2) 비소 : IV. 2. 2-9 비소 시험법
- 3) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험
- 4) 포름알데히드 : IV. 2. 2-27 포름알데히드 시험법
- 5) 형광증백제 : IV. 2. 2-53 형광증백제 시험법

5. 금속제

가. 정의

금속제란 금속으로 구성되어 있는 것 또는 이에 합성수지제, 고무제 또는 도자기제 등으로 도장한 것을 말한다.

나. 잔류규격

식품과 직접 접촉하는 면에 합성수지제, 고무제 또는 도자기제 등이 사용된 경우에는 해당 재질의 잔류규격을 적용한다.

다. 용출규격

금속제 중 건조한 식품(유지 및 지방성 식품은 제외)을 내용물로 하는 것과 금속제와 화학적으로 반응성이 낮은 식품첨가물로 지정된 기체(질소, 산소, 수소, 이산화탄소, 아산화질소 등)에만 접촉하여 사용되는 기구는 다음 규격을 적용하지 아니할 수 있다. 또한, 식품과 직접 접촉하는 면에 합성수지제, 고무제 또는 도자기제 등이 사용된 경우에는 해당 재질의 용출규격을 적용한다.

항목	규격(mg/L)
납	0.4 이하
카드뮴	0.1 이하
니켈	0.1 이하
6가크롬	0.1 이하
비소(As_2O_3 로서)	0.2 이하

라. 시험방법

- 1) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험
- 2) 카드뮴 : IV. 2. 2-2 카드뮴 시험법 나. 용출시험
- 3) 니켈 : IV. 2. 2-54 니켈 시험법
- 4) 6가크롬 : IV. 2. 2-4 6가크롬 시험법 나. 용출시험
- 5) 비소 : IV. 2. 2-9 비소 시험법

6. 목재류

가. 정의

목재류란 나무나 대나무로 구성된 것 또는 이에 옷나무(*Rhus verniciflua*)에서 얻은 유액 등을 도포하거나 합성수지제 또는 고무제 등으로 도장 또는 접착가공한 것을 말한다.

나. 잔류규격

식품과 직접 접촉하는 면에 합성수지제 또는 고무제 등이 사용된 경우에는 해당 재질의 잔류규격을 적용한다.

다. 용출규격

식품과 직접 접촉하는 면에 합성수지제 또는 고무제 등이 사용된 경우에는 해당 재질의 용출규격을 적용한다.

항목	규격(mg/L)
비소 (As ₂ O ₃ 로서)	0.1 이하
납	1 이하
이산화황	12.8 이하
오쏘페닐페놀	7.3 이하
티아벤다졸	1.8 이하
비페닐	0.9 이하
이마잘릴	0.6 이하

라. 시험방법

- 1) 비소 : IV. 2. 2-9 비소 시험법
- 2) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험
- 3) 이산화황 : IV. 2. 2-55 이산화황 시험법
- 4) 오쏘페닐페놀, 티아벤다졸, 비페닐 및 이마잘릴 : IV. 2. 2-56 오쏘페닐페놀, 티아벤다졸, 비페닐 및 이마잘릴 시험법

7. 유리제, 도자기제, 법랑 및 옹기류

가. 유리제

구 분			납	카드뮴
액체를 채웠을 때 깊이가 2.5 cm 이상인 경우	가열조리용		0.5 mg/L 이하	0.05 mg/L 이하
	가열 조리용 이외	용량 600 mL 미만	1.5 mg/L 이하	0.5 mg/L 이하
		용량 600 mL 이상 3 L 미만	0.75 mg/L 이하	0.25 mg/L 이하
		용량 3 L 이상	0.5 mg/L 이하	0.25 mg/L 이하
액체를 채울 수 없거나 액체를 채웠을 때 깊이가 2.5 cm 미만인 경우			8 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 이하	0.7 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 이하

나. 도자기제·옹기류

구 분			납	카드뮴	비소
액체를 채웠을 때 깊이가 2.5 cm 이상인 경우	가열조리용		0.5 mg/L 이하	0.05 mg/L 이하	0.05 mg/L 이하 (As ₂ O ₃ 로서) (옹기류에 한한다)
	가열 조리용 이외	용량 1.1 L 미만	2 mg/L 이하	0.5 mg/L 이하	
		용량 1.1 L 이상 3 L 미만	1 mg/L 이하	0.25 mg/L 이하	
		용량 3 L 이상	0.5 mg/L 이하	0.25 mg/L 이하	
액체를 채울 수 없거나 액체를 채웠을 때 깊이가 2.5 cm 미만인 경우			8 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 이하	0.7 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 이하	-

다. 법랑

구 분			납	카드뮴	안티몬
액체를 채웠을 때 깊이가 2.5 cm 이상인 경우	가열조리용	용량 3 L 미만	0.4 mg/L 이하	0.07 mg/L 이하	0.1 mg/L 이하
		용량 3 L 이상	1 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 이하	0.5 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 이하	1 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 이하
	가열조리용 이외	용량 3 L 미만	0.8 mg/L 이하	0.07 mg/L 이하	0.1 mg/L 이하
		용량 3 L 이상	1 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 이하	0.5 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 이하	1 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 이하
액체를 채울 수 없거나 액체를 채웠을 때 깊이가 2.5 cm 미만인 경우	가열조리용		1 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 이하	0.5 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 이하	1 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 이하
	가열조리용 이외		8 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 이하	0.7 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 이하	1 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 이하

라. 시험방법

- 1) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험
- 2) 카드뮴 : IV. 2. 2-2 카드뮴 시험법 나. 용출시험
- 3) 비소 : IV. 2. 2-9 비소 시험법
- 4) 안티몬 : IV. 2. 2-10 안티몬 시험법 나. 용출시험

8. 전분제

가. 정의

전분제란 전분(starch) 70% 이상을 원료로 하여 적절하게 처리한 것을 말한다.

나. 용출규격

항목	규격(mg/L)
비소(As_2O_3 로서)	0.1 이하
납	1 이하
과망간산칼륨소비량	10 이하 (다만, 비내수성 용기는 제외)
포름알데히드	4 이하
형광증백제	불검출

다. 시험방법

- 1) 비소 : IV. 2. 2-9 비소 시험법
- 2) 납 : IV. 2. 2-1 납 시험법 나. 용출시험
- 3) 과망간산칼륨소비량 : IV. 2. 2-7 과망간산칼륨소비량 시험법
- 4) 포름알데히드 : IV. 2. 2-27 포름알데히드 시험법
- 5) 형광증백제 : IV. 2. 2-53 형광증백제 시험법

IV. 기구 및 용기 · 포장의 시험법

1. 일반원칙

가. 이 공전에서 계량의 단위는 다음의 기호를 사용한다.

- 1) 길이 : m, cm, mm, μm , nm
- 2) 용량 : L(ℓ), mL($\text{m}\ell$), μL ($\mu\ell$)
- 3) 질량 : kg, g, mg, μg , ng, pg
- 4) 넓이 : cm^2 , m^2 , mm^2
- 5) 열량 : kcal, kJ
- 6) 온도 : $^{\circ}\text{C}$

나. 원자량은 최신 국제원자량표에 의하고, 분자량은 국제원자량표에 의하여 계산한다.

다. 질량백분율을 표시할 때에는 %의 기호를 쓰며, 용액 100 mL중의 물질함량(g)을 표시할 때에는 w/v%로, 용액 100 mL중의 물질함량(mL)을 표시할 때에는 v/v%의 기호를 쓴다. 질량백만분율을 표시할 때에는 mg/kg을 사용하며, mg/L도 사용할 수 있다.

라. 표준온도는 20°C , 상온은 $15\sim 25^{\circ}\text{C}$, 실온은 $1\sim 35^{\circ}\text{C}$, 미온은 $30\sim 40^{\circ}\text{C}$ 로 한다.

마. “찬 곳(냉소)”이라 함은 따로 규정이 없는 한 $0\sim 15^{\circ}\text{C}$ 의 장소를 말한다.

바. 시험은 따로 규정이 없는 한 상온에서 실시하고 조작 후 30초 이내에 관찰한다. 다만, 온도의 영향이 있는 것에 대하여는 표준온도에서 행한다.

사. 시험에 쓰는 물은 따로 규정이 없는 한 증류수 또는 정제수로 한다.

아. 액성을 산성, 알칼리성 또는 중성으로 표시한 것은 따로 규정이 없는 한 pH미터기 또는 리트머스지를 써서 시험한다. 액성을 상세히 나타낼 때에는 pH값을 쓴다. 또한, 강산성은 pH 3.0 미만, 약산성은 pH 3.0 이상 5.0 미만, 미산성은 pH 5.0 이상 6.5 미만, 중성은 pH 6.5 이상 7.5 미만, 미알칼리성은 pH 7.5 이상 9.0 미만, 약알칼리성은 pH 9.0 이상 11.0 미만, 강알칼리성은 pH 11.0 이상을 말한다.

자. 혼액을 (1 : 1), (4 : 2 : 1) 등으로 나타낸 것은 액체시약의 혼합 용량비 또는 고체 시약의 혼합 무게비를 말한다. 또한, 용액의 농도 (1→5), (1→10), (1→100) 등으로 나타낸 것은 고체 시약 1 g 또는 액체시약 1 mL를 용매에 녹여 전량을 각각 5 mL, 10 mL, 100 mL 등으로 하는 것을 뜻한다.

차. 무게를 “정밀히 단다”라 함은 달아야 할 최소단위를 고려하여 0.1 mg, 0.01 mg 또는 0.001 mg까지 다는 것을 말한다. 또 무게를 “정확히 단다”라 함은 규정된 수치의 무게를 그 자리수 까지 다는 것을 말한다.

카. 검체를 취하는 양에 “약”이라고 한 것은 따로 규정이 없는 한 기재량의 90~110%의

범위 내에서 취하는 것을 말한다.

- 타. 건조 혹은 강열할 때 “항량”이라고 기재한 것은 다시 계속하여 1시간 더 건조 혹은 강열할 때에 전후의 칭량차가 전회 측정된 무게의 0.1%이하임을 말한다. 다만, 칭량차가 화학천칭을 썼을 때 0.5 mg이하, 마이크로 화학천칭을 썼을 때 0.01 mg 이하인 경우에는 항량으로 본다.
- 파. 데시케이터의 건조제는 따로 규정이 없는 한 실리카겔로 한다.
- 하. 감압은 따로 규정이 없는 한 15 mmHg이하로 한다.
- 거. 시약, 시액, 표준용액을 보존하는 유리용기는 용해도 및 알칼리도가 매우 낮고 납 및 비소를 될 수 있는 대로 함유하지 아니하는 것을 사용한다.
- 너. 용매는 특별한 규격이 없는 한 “HPLC용”을 사용한다.
- 더. 따로 규정이 없는 한 시약, 표준품은 최순품을 사용하며, 납 등의 무기금속류의 경우 시험결과에 영향이 없는 한도 내에서 시판용 표준용액을 사용할 수 있다.
- 러. 따로 규정이 없는 한 찬물은 15℃ 이하, 온탕 60~70℃, 열탕은 약 100℃의 물로 “물 또는 물속에서 가열한다”라 함은 따로 규정이 없는 한 그 가열온도를 약 100℃로 하되, 물 대신 약 100℃ 증기를 쓸 수 있다.
- 머. 방울수(滴水)를 측정할 때에는 20℃에서 증류수 20방울을 떨어뜨릴 때 그 무게가 0.90~1.10 g이 되는 기구를 쓴다.
- 버. 네슬러관은 안지름 20 mm, 바깥지름 24 mm, 밑에서부터 마개의 밑까지의 길이가 20 cm의 무색유리로 만든 바닥이 평평한 시험관으로서 50 mL의 것을 쓴다. 또한 각 관의 눈금의 높이의 차는 2 mm이하로 한다.
- 서. 재질과 바탕색상이 다양하게 혼합 구성된 일체형 기구 및 용기·포장의 경우에는 재질별로 검체를 혼합하여 검사할 수 있다.
- 어. 동일한 바탕색인 재질의 기구 및 용기·포장으로 크거나 형태가 다른 경우에는 재질별로 검사할 수 있다. 다만, 유리제, 도자기제, 법랑 및 옹기류는 제외한다.

2. 항목별 시험법

2-1 납 시험법

가. 잔류시험

1) 분석원리

시료에 잔류하는 납을 원자흡광광도기, 유도결합플라즈마 발광강도측정기 또는 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정한다.

2) 장치

원자흡광광도기, 유도결합플라즈마 발광강도측정기 또는 유도결합플라즈마/질량분석기

3) 표준용액

질산납(II)(lead nitrate) 159.8 mg을 정밀히 달아 10% 질산 10 mL에 녹이고 물을 가하여 100 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 200 mL 메스플라스크에 넣고 0.1 M 질산을 가하여 200 mL로 한 액을 표준용액으로 한다(5 µg/mL). 다만, 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정할 경우 측정에 적절한 농도가 되도록 0.1 M 질산으로 희석하여 사용한다.

4) 시험용액의 조제

가) 합성수지제, 가공셀룰로스제, 고무제, 종이제, 전분제

시료 1.0 g을 정밀히 달아 도가니에 취한다. 황산 2 mL를 가하여 황산의 흰 연기가 나지 않고 대부분이 탄화될 때까지 서서히 가열한다. 이를 다시 약 450℃의 전기로에서 가열하여 회화한다. 이때, 도가니의 내용물이 완전히 회화될 때 까지, 식힌 후 내용물을 황산에 적시고 다시 가열하는 조작을 반복한다. 식힌 후 그 잔류물에 염산(1→2) 5 mL를 가하여 섞고 수욕상에서 증발 건조한다. 식힌 후 0.1 M 질산을 가하여 용해시키고, 불용물이 있는 경우에는 여과하여 20 mL로 한 액을 시험용액으로 한다.

나) 금속제

금속제 기구 및 용기·포장 중 식품과 접촉하는 면에 대하여 고유의 광택이 나는 여러 곳을 긁어내어 시료로 하고, 식품과 접촉하는 면의 도금한 부분은 그 부분만을 긁어내어 시료로 한다(다만, 식품과 접촉하는 면의 땀질 한 곳은 그

부분만을 끓여내어 시료로 한다).

시료 0.1 g을 백금접시 또는 도가니에 취하고 질산(알루미늄의 경우에는 회염산) 소량을 넣어 녹이며, 필요시 염산·질산혼합액(3:1)을 소량 넣어 녹인다. 이 액을 여과하고 물을 가하여 20 mL로 한 액을 시험용액으로 한다.

5) 시험조작

시험용액과 표준용액에 대해 2-11 원자흡광광도법(파장 283.3 nm), 2-12 유도결합플라즈마 발광강도측정법(파장 220.4 nm) 또는 유도결합플라즈마/질량분석법(m/z 208.0)에 따라 시험하여 시험용액 중 납의 농도를 구하고 다음 식에 따라 시료 중 납의 양을 구한다.

가) 합성수지제, 가공셀룰로스제, 고무제, 종이제, 전분제

$$\text{납(mg/kg)} = \frac{\text{시험용액 중 납의 농도}(\mu\text{g/mL})}{\text{시료의 채취량(g)}} \times 20(\text{mL})$$

나) 금속제

$$\text{납(\%)} = \frac{\text{시험용액 중 납의 농도}(\mu\text{g/mL}) \times 20(\text{mL})}{\text{시료의 채취량(g)} \times 10^6} \times 100$$

나. 용출시험

1) 합성수지제, 가공셀룰로스제, 고무제, 종이제, 목재류, 전분제

가) 분석원리

합성수지제, 가공셀룰로스제, 고무제, 종이제, 목재류, 전분제에서 용출되는 납을 원자흡광광도기, 유도결합플라즈마 발광강도측정기 또는 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정한다.

나) 장치

원자흡광광도기, 유도결합플라즈마 발광강도측정기 또는 유도결합플라즈마/질량분석기

다) 표준용액

질산납(II)(lead nitrate) 159.8 mg을 정밀히 달아 10% 질산 10 mL에 녹이고 물을

가하여 100 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 1000 mL 메스플라스크에 넣고 각 시험법에 규정된 침출용액을 가하여 1000 mL로 한 액을 납표준용액으로 한다 (1 $\mu\text{g/mL}$). 다만, 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정할 경우 측정에 적절한 농도가 되도록 각 시험법에 규정된 침출용액을 가하여 희석하여 사용한다.

라) 시험용액의 조제

4% 초산을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다. 다만, 목재류의 경우에는 물을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 시험용액 50 mL를 도가니에 취하여 수욕 중에서 증발건고한다. 황산 10방울을 넣어 천천히 가열하여 대부분의 황산을 증발시킨 후 직화 상에서 건고한다. 이것을 계속 화력을 강하게 하면서 약 450°C에서 가열 회화하여 거의 백색이 될 때까지 이 조작을 반복하고, 이를 식힌 후 잔류물에 4% 초산 20 mL를 넣고 가온하여 잔류물을 녹인 다음 4% 초산을 가하여 50 mL로 한 액을 시험용액으로 한다.

마) 시험조작

시험용액과 표준용액에 대하여 2-11 원자흡광광도법(파장 283.3 nm), 2-12 유도결합플라즈마 발광강도측정법(파장 220.4 nm) 또는 유도결합플라즈마/질량분석법(m/z 208.0)에 따라 시험하여 시험용액 중 납의 양을 구한다.

2) 금속제

가) 분석원리

금속제에서 용출되는 납을 원자흡광광도기, 유도결합플라즈마 발광강도측정기 또는 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정한다.

나) 장치

원자흡광광도기, 유도결합플라즈마 발광강도측정기 또는 유도결합플라즈마/질량분석기

다) 시약 및 시액

(1) 0.5% 구연산용액

구연산일수화물 5 g을 물에 녹여 1,000 mL로 한 후 수산화나트륨시액을 사용하여 pH를 3.5로 조정 한 액을 0.5% 구연산용액으로 한다.

(2) 수산화나트륨시액

수산화나트륨 4.3 g을 물에 녹여 100 mL로 한 액을 수산화나트륨시액으로 한다.

라) 표준용액

질산납(II)(lead nitrate) 159.8 mg을 정밀히 달아 10% 질산 10 mL에 녹이고 물을

가하여 100 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 200 mL 메스플라스크에 넣고 각 시험법에 규정된 침출용액을 가하여 200 mL로 한다. 다시 이 액 8 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 각 시험법에 규정된 침출용액을 가하여 100 mL로 한 액을 표준용액으로 한다($0.4 \mu\text{g/mL}$). 다만, 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정할 경우 측정에 적절한 농도가 되도록 각 시험법에 규정된 침출용액을 가하여 희석하여 사용한다. 침출용액이 물인 경우에는 표준용액에 질산 5방울을 가한 것을 사용한다.

마) 시험용액의 조제

다음 표의 제1란에 있는 식품의 기구 및 용기·포장은 각각 제2란에 있는 용매를 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다. 다만, pH 5를 초과하는 식품 및 pH 5 이하인 식품에 모두 사용되는 기구 및 용기·포장에 대해서는 0.5% 구연산용액을 침출용액으로 사용한다.

제 1 란	제 2 란
pH 5를 초과하는 식품	물
pH 5 이하인 식품	0.5% 구연산용액

바) 시험조작

시험용액과 표준용액에 대하여 2-11 원자흡광광도법(파장 283.3 nm), 2-12 유도결합플라즈마 발광강도측정법(파장 220.4 nm) 또는 유도결합플라즈마/질량분석법(m/z 208.0)에 따라 시험하여 시험용액 중 납의 양을 구한다. 다만, 침출용액으로 물을 사용하여 조제한 시험용액의 경우 시험용액 100 mL에 질산 5 방울을 떨어뜨린다.

3) 유리제, 도자기제, 법랑 및 옹기류

가) 분석원리

유리제, 도자기제, 법랑 및 옹기류에서 용출되는 납을 원자흡광광도기, 유도결합플라즈마 발광강도측정기 또는 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정한다.

나) 장치

원자흡광광도기, 유도결합플라즈마 발광강도측정기 또는 유도결합플라즈마/질량분석기

다) 표준용액

질산납(II)(lead nitrate) 159.8 mg을 정밀히 달아 10% 질산 10 mL에 녹이고 물을

가하여 100 mL로 한다. 이 액 2 mL를 취하여 200 mL 메스플라스크에 넣고 4% 초산을 가하여 200 mL로 한다. 다시 이 액 0.2 mL, 2 mL, 4 mL, 6 mL 및 8 mL 씩을 취하여 10 mL 메스플라스크에 각각 넣고 4% 초산을 가하여 10 mL로 한 액을 표준용액으로 한다(각각 0.2 µg/mL, 2 µg/mL, 4 µg/mL, 6 µg/mL 및 8 µg/mL). 다만, 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정할 경우 측정에 적절한 농도가 되도록 4% 초산을 가하여 희석하여 사용한다.

라) 시험용액의 조제

4% 초산을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

마) 시험조작

(1) 검량선의 작성

표준용액에 대해 2-11 원자흡광광도법(파장 283.3 nm) 또는 2-12 유도결합플라즈마 발광강도측정법(파장 220.4 nm) 또는 유도결합플라즈마/질량분석법(m/z 208.0)에 따라 시험하여 얻어진 흡광도 또는 질량수에 대한 피크면적을 각각의 농도에 대하여 플롯(plot)하여 검량선을 작성한다.

(2) 시험

시험용액을 (1) 검량선의 작성의 경우와 동일한 방법으로 측정하여 얻어진 흡광도 또는 질량수에 대한 피크면적을 이용하여 미리 작성한 검량선으로부터 시험용액 중 납의 양을 구한다. 다만, 액체를 채울 수 없거나 액체를 채웠을 때 깊이가 2.5 cm 미만인 시료 또는 범량의 경우 용량이 3 L 이상인 시료에 대하여는 다음 식에 따라 단위면적 당 납의 양을 구한다.

$$\text{단위면적 당 용출량}(\mu\text{g}/\text{cm}^2) = \frac{C \times V}{S}$$

C : 검량선에 의한 시험용액 중 납의 농도(µg/mL)

V : 침출용액의 전량(mL)

S : 침출용액과 접촉한 시료의 표면적(cm²)

2-2 카드뮴 시험법

가. 잔류시험

1) 분석원리

시료에 잔류하는 카드뮴을 원자흡광광도기, 유도결합플라즈마 발광강도측정기 또는 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정한다.

2) 장치

원자흡광광도기, 유도결합플라즈마 발광강도측정기 또는 유도결합플라즈마/질량분석기

3) 표준용액

금속카드뮴(cadmium) 100 mg을 정밀히 달아 10% 질산 50 mL에 녹여 수욕상에서 증발건고하고 잔류물을 0.1 M 질산에 녹여 100 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 200 mL 용량플라스크에 넣고 0.1 M 질산을 가하여 200 mL로 한 액을 표준용액으로 한다(5 µg/mL). 다만, 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정할 경우 측정에 적절한 농도가 되도록 0.1 M 질산으로 희석하여 사용한다.

4) 시험용액의 조제

2-1 납 시험법 가. 잔류시험 4) 시험용액의 조제 가) 합성수지제, 가공셀룰로스제, 고무제, 종이제, 전분제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

5) 시험조작

시험용액과 표준용액에 대하여 2-11 원자흡광광도법(파장 228.8 nm), 2-12 유도결합플라즈마 발광강도측정법(파장 228.8 nm) 또는 유도결합플라즈마/질량분석법(m/z 110.9)에 따라 시험하여 시험용액 중 카드뮴의 농도를 구하고 다음 식에 따라 시료 중 카드뮴의 양을 구한다.

$$\text{카드뮴(mg/kg)} = \frac{\text{시험용액 중 카드뮴의 농도}(\mu\text{g/mL})}{\text{시료의 채취량(g)}} \times 20(\text{mL})$$

나. 용출시험

1) 금속제

가) 분석원리

금속제에서 용출되는 카드뮴을 원자흡광광도기, 유도결합플라즈마 발광강도 측정기 또는 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정한다.

나) 장치

원자흡광광도기, 유도결합플라즈마 발광강도측정기 또는 유도결합플라즈마/질량 분석기

다) 시약 및 시액

(1) 0.5% 구연산용액

구연산일수화물 5 g을 물에 녹여 1,000 mL로 한 후 수산화나트륨시액을 사용하여 pH를 3.5로 조정해 액을 0.5% 구연산용액으로 한다.

(2) 수산화나트륨시액

수산화나트륨 4.3 g을 물에 녹여 100 mL로 한 액을 수산화나트륨시액으로 한다.

라) 표준용액

금속카드뮴(cadmium) 100 mg을 정밀히 달아 10% 질산 50 mL에 녹여 수욕상에서 증발건고 하고 잔류물을 0.1 M 질산에 녹여 1,000 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 200 mL 메스플라스크에 넣고 각 시험법에 규정된 침출용액을 가하여 200 mL로 한다. 다시 이 액 2 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 각 시험법에 규정된 침출용액을 가하여 100 mL로 한 액을 표준용액으로 한다(0.1 μ g/mL). 다만, 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정할 경우 측정에 적절한 농도가 되도록 각 시험법에 규정된 침출용액을 가하여 희석하여 사용한다. 침출용액이 물인 경우에는 표준용액에 질산 5방울을 가한 것을 사용한다.

마) 시험용액의 조제

다음 표의 제1란에 있는 식품의 기구 및 용기·포장은 각각 제2란에 있는 용매를 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다. 다만, pH 5를 초과하는 식품 및 pH 5 이하인 식품에 모두 사용되는 기구 및 용기·포장에 대해서는 0.5% 구연산용액을 침출용액으로 사용한다.

제 1 란	제 2 란
pH 5를 초과하는 식품	물
pH 5 이하인 식품	0.5% 구연산용액

바) 시험조작

시험용액과 표준용액에 대하여 2-11 원자흡광광도법(파장 228.8 nm), 2-12 유도결합플라즈마 발광강도측정법(파장 228.8 nm) 또는 유도결합플라즈마/질량분석법(m/z 110.9)에 따라 시험하여 시험용액 중 카드뮴의 양을 구한다. 다만, 침출용액으로 물을 사용하여 조제한 시험용액의 경우 시험용액 100 mL에 질산 5 방울을 떨어뜨린다.

2) 유리제, 도자기제, 법랑 및 용기류

가) 분석원리

유리제, 도자기제, 법랑 및 용기류에서 용출되는 카드뮴을 원자흡광광도기, 유도결합플라즈마 발광강도측정기 또는 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정한다.

나) 장치

원자흡광광도기, 유도결합플라즈마 발광강도측정기 또는 유도결합플라즈마/질량분석기

다) 표준용액

금속카드뮴(cadmium) 10 mg을 정밀히 달아 10% 질산 50 mL에 녹여 수욕상에서 증발건고 하고 잔류물을 0.1 M 질산에 녹여 100 mL로 한다. 이 액 0.2 mL를 취하여 200 mL 메스플라스크에 넣고 4% 초산을 가하여 200 mL로 한다. 다시 이 액 0.2 mL, 2 mL, 4 mL, 6 mL 및 8 mL씩을 취하여 10 mL 메스플라스크에 각각 넣고 4% 초산을 가하여 10 mL로 한 액을 표준용액으로 한다(각각 0.02 µg/mL, 0.2 µg/mL, 0.4 µg/mL, 0.6 µg/mL 및 0.8 µg/mL). 다만, 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정할 경우 측정에 적절한 농도가 되도록 4% 초산을 가하여 희석하여 사용한다.

라) 시험용액의 조제

4% 초산을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

마) 시험조작

(1) 검량선의 작성

표준용액에 대해 2-11 원자흡광광도법(파장 : 228.8 nm), 2-12 유도결합플라즈마 발광강도측정법(파장 228.8 nm) 또는 유도결합플라즈마/질량분석법(m/z 110.9)에 따라 시험하여 얻어진 흡광도 또는 질량수에 대한 피크면적을 각각의 농도에 대하여 플롯(plot)하여 검량선을 작성한다.

(2) 시험

시험용액을 (1) 검량선의 작성의 경우와 동일한 방법으로 측정하여 얻어진 흡광도 또는 질량수에 대한 피크면적을 이용하여 미리 작성한 검량선으로부터 시험용액 중 카드뮴의 양을 구한다. 다만, 액체를 채울 수 없거나 액체를 채웠을 때 깊이가 2.5 cm 미만인 시료 또는 범량의 경우 용량이 3 L 이상인 시료에 대하여는 다음 식에 따라 단위면적 당 카드뮴의 양을 구한다.

$$\text{단위면적 당 용출량}(\mu\text{g}/\text{cm}^2) = \frac{C \times V}{S}$$

C : 검량선에 의한 시험용액 중 카드뮴의 농도($\mu\text{g}/\text{mL}$)

V : 침출용액의 전량(mL)

S : 침출용액과 접촉한 시료의 표면적(cm^2)

2-3 수은 시험법

가. 분석원리

시료에 잔류하는 수은을 환원기화원자흡광광도기 또는 금아말감원자흡광광도기로 측정한다.

나. 환원기화원자흡광광도법

1) 장치

가) 원자흡광광도기 : 석영제 흡수셀이 부착된 것

나) 램프 : 수은중공음극램프

다) 수은 환원기화장치

2) 시약 및 시액

가) 염화제일주석시액

염화제일주석 10 g을 0.5 N 황산에 녹여 1,000 mL로 한다.

3) 표준용액

염화제이수은(mercury dichloride, HgCl_2) 135.4 mg을 정밀히 달아 10% 질산 100 mL에 녹이고 물을 가하여 1,000 mL로 한다. 사용할 때 이 액 0.1 mL를 취하여 100 mL 메스 플라스크에 넣고 1% 질산을 가하여 100 mL로 한 액을 표준용액으로 한다($0.1 \mu\text{g/mL}$).

4) 시험용액의 조제

따로 규정이 없는 한, 시료 5~10 g을 분해플라스크에 넣고 물 10 mL 및 질산 20 mL를 가하여 천천히 흔들어 준 다음 황산 20 mL를 서서히 넣는다. 환류냉각기를 부착하고 갈색의 연기가 발생하지 않을 때까지 분해플라스크를 가열한다. 이 때 분해액이 무색~담황색의 투명한 액이 되지 않을 때에는 식힌 다음 질산 5 mL를 가하여 다시 가열한다.

식힌 다음 물 50 mL 및 10% 요소용액 10 mL를 넣고 10분간 끓이고 식힌 후 과망간산칼륨 1 g을 넣고 약 10분간 때때로 흔들어 섞는다. 자홍색이 없어지면 다시 과망간산칼륨 1 g을 넣고 흔들어 섞는다. 이 조작을 자홍색이 남을 때까지 반복하고 20분간 끓여 액의 자홍색이 없어지면 식힌 다음 과망간산칼륨 1 g을 넣고 다시 20분간 가열한다. 이 때 액의 자홍색이 없어지면 과망간산칼륨의 첨가 및 가열 조작을 다시 2회 반복하고 식힌 후 용액이 무색투명하게 될 때까지 20% 염산히드록실아민용액을 주의하면서 가해준다. 식힌 다음 분해액을 다른 플라스크에

옅기고 환류냉각기와 분해플라스크의 내부 및 연결부분을 황산(1→100) 20 mL로 씻고 세액을 합치고 물로 일정량으로 한 액을 시험용액으로 한다.

5) 시험조작

미리 20%(v/v) 황산농도가 되도록 조절한 시험용액 및 공시험용액 각 100 mL를 시험용액병에 취하여 환원기화장치에 연결한 다음 염화제일주석시액 10 mL를 가하여 즉시 마개를 막고 다이어프램펌프(diaphragm pump)로 공기를 흡수셀 중에 순환시켜 파장 253.7 nm에서 흡광도를 측정한다. 따로 수은표준용액 1, 5, 10, 15, 20 mL에 물을 가하여 각각 100 mL로 한 것을 시험용액과 동일한 조작을 한 다음 흡광도를 측정하여 검량선을 작성하고 시험용액의 흡광도를 검량선에 대입하여 수은의 양을 산출한다. 다만, 시험용액 및 수은표준용액 일정량을 취하여 환원기화에서 원자흡광광도법에 의한 측정까지를 자동화한 측정 장치를 사용할 수 있다.

다. 금아말감원자흡광광도법

1) 장치

시료의 연소에서 금아말감에 의한 포집, 냉원자흡광광도법에 의한 측정까지 자동화된 수은측정장치를 사용한다. 다만, 연소부에 별도의 촉매제가 장착된 수은측정장치를 사용할 수 있다.

2) 시약 및 시액

가) 첨가제

(a) 산화알루미늄 및 (b) 수산화칼슘·탄산나트륨(1:1)을 사용할 때 950℃에서 30분간 활성화시킨다.

3) 표준용액

염화제이수은(mercury dichloride, HgCl_2) 135.4 mg을 정밀히 달아 0.001% L-시스테인 용액에 녹여 1,000 mL로 한다. 이 액을 0.001% L-시스테인용액으로 희석하여 0~200 ng/mL로 한 액을 표준용액으로 한다.

4) 시험조작

첨가제 (a) 약 1 g을 도가니에 고르게 펴고 수은표준용액 100 μL 씩을 첨가제 (a)에 고르게 스며들게 하고, 다시 그 위에 첨가제 (a) 약 0.5 g 및 첨가제 (b) 약 1 g을 차례로 고르게 펴 층을 이루게 한다. 다만, 연소부에 별도의 촉매제가 장착된 자동수은분석기의 경우에는 도가니에 첨가제를 가해주지 않고 수은표준용액

100 μ L씩을 넣는다. 이어서 도가니를 연소부에 넣고 공기 또는 산소를 통과하면서 700℃ 이상으로 가열하여 포집관에 수은을 포집한다. 포집관을 600℃ 이상으로 가열하여 수은증기를 원자흡광광도기에 보내고, 흡광도를 각각 측정하여 As로 한다. 따로 도가니에 첨가제만을 취해 같은 조작을 되풀이하여 흡광도를 측정하여 Ab로 하고, As-Ab 값을 구하여 검량선을 작성한다. 따로, 세절한 시료 20 mg을 이용하여 수은표준용액과 동일하게 조작하고 흡광도를 측정하여 At로 하고, At - Ab 값을 이용하여 검량선으로부터 시료 중 수은의 양을 구한다.

2-4 6가크롬 시험법

가. 잔류시험

1) 분석원리

시료에 잔류하는 6가크롬을 분광광도계로 측정한다.

2) 장치

분광광도계

3) 시액

가) 디페닐카바지드시액

1,5-디페닐카바지드 0.25 g을 아세톤 50 mL에 녹인다. 발색병에 보관하고 조제 후 7일 내에 사용한다.

나) 알칼리분해액

수산화나트륨 20 g과 탄산나트륨 30 g을 물에 녹여 1,000 mL로 한다.

다) 0.1M 인산염완충액

인산이칼륨(K_2HPO_4) 531.3 mg과 인산일칼륨(KH_2PO_4) 265.4 mg을 정밀히 달아 물에 녹여 100 mL로 한다.

4) 표준용액

크롬산나트륨(sodium chromate, Na_2CrO_4) 311.5 mg을 정밀히 달아 물에 녹여 1,000 mL로 한다. 이 액 2 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 물을 가하여 100 mL로 한 액을 표준용액으로 한다($2 \mu\text{g/mL}$).

5) 시험용액의 조제

세절한 시료 1 g을 정밀히 달아 250 mL 삼각플라스크에 취하고 알칼리분해액 50 mL를 넣은 후 염화마그네슘 400 mg과 0.1 M 인산염완충액 0.5 mL를 가하여 5분간 잘 섞는다. 이를 $90\sim 95^\circ\text{C}$ 가열기 위에서 60분간 저어주며 가열하고 상온으로 식힌 다음 $0.45 \mu\text{m}$ 필터를 사용하여 여과한다. 이어서 여액에 5 M 질산을 한 방울씩 가하여 pH를 7.5 ± 0.5 로 맞춘 다음 물을 가하여 100 mL로 한 액을 시험용액으로 한다. 따로 알칼리분해액 50 mL를 취하여 시료와 동일하게 처리한 액을 공시험용액으로 한다.

6) 시험조작

가) 검량선 작성

표준용액 1 mL, 10 mL 및 25 mL(6가크롬 2 µg, 20 µg 및 50 µg 함유)를 취하여 100 mL 메스플라스크에 각각 넣고 물을 메스플라스크의 절반정도로 가한다. 각 액에 디페닐카바지드시액 2 mL씩을 가하고 10% 황산으로 pH 2±0.5로 맞춘 다음 물을 가하여 100 mL로 한다. 각 액을 10분간 방치한 후 파장 540 nm에서 흡광도를 측정하여 검량선을 작성한다.

나) 시험

시험용액 50 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 이에 디페닐카바지드시액 2 mL를 가하고 10% 황산으로 pH 2±0.5로 맞춘 다음 물을 가하여 100 mL로 한다. 이 액을 10분간 방치한 후 파장 540 nm에서 흡광도를 측정하여 미리 작성한 검량선으로부터 시료 중 6가크롬의 양을 구한다. 따로 공시험용액 50 mL를 사용하여 시험용액과 동일하게 처리하여 파장 540 nm에서 흡광도를 측정하여 보정한다.

나. 용출시험

1) 분석원리

금속제에서 용출되는 6가크롬을 분광광도계로 측정한다.

2) 장치

분광광도계

3) 시액

디페닐카바지드시액 : 1,5-디페닐카바지드 0.25 g을 아세톤 50 mL에 녹인다. 발색 병에 보관하고 조제 후 7일 내에 사용한다.

4) 표준용액

크롬산나트륨(sodium chromate, Na_2CrO_4) 311.5 mg을 정밀히 달아 물에 녹여 1,000 mL로 한다. 이 액 2 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 물을 가하여 100 mL로 한 액을 표준용액으로 한다(2 µg/mL).

5) 시험용액의 조제

다음 표의 제1란에 있는 식품의 기구 및 용기·포장은 각각 제2란에 있는 용매를 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다. 다만, pH 5를 초과하는 식품 및 pH 5 이하인 식품에 모두 사용되는 기구 및 용기·포장에 대해서는 0.5% 구연산용액을 침출용액으로 사용한다.

제 1 란	제 2 란
pH 5를 초과하는 식품	물
pH 5 이하인 식품	0.5% 구연산용액

6) 시험조작

시험용액과 표준용액에 대해 가. 잔류시험 6) 시험조작에 따라 시험하여 시험용액 중 6가크롬의 양을 구한다. 다만, 침출용액으로 물을 사용하여 조제한 시험용액의 경우 시험용액 100 mL에 질산 5 방울을 떨어뜨리고, 0.5% 구연산용액을 침출용액으로 하는 경우에는 검량선을 작성할 때 물 대신 0.5% 구연산용액을 사용한다.

2-5 열 충격 강도 시험법

가. 분석원리

급격한 온도변화에 대한 유리제 가열조리용 기구의 내구력을 측정한다.

나. 장치

항온기

다. 시험조작

다음 표에 나타낸 온도차를 만족시키는 일정한 온도로 조정된 항온기 속에 유리제 가열조리용 기구를 30분간 넣은 후 이것을 꺼내어 즉시 냉수 속에 1분간 담가서 깨지거나 균열의 유무를 조사한다.

사용용도 및 열 충격 강도		시험온도차	허용차
직화용	400℃ 이상	400℃ 이상	+ 20℃ 이하
	150℃ 이상	150℃ 이상	+ 10℃ 이하
오븐용	120℃ 이상	120℃ 이상	+ 8℃ 이하
전자레인지용	120℃ 이상	120℃ 이상	+ 8℃ 이하
열탕용	120℃ 이상	120℃ 이상	+ 8℃ 이하

2-6 재질별 용출시험용액의 조제

별도의 규정이 없는 한, 다음 표 제1란에 있는 식품과 접촉하여 사용되는 기구 및 용기·포장은 물로 잘 씻은 후 식품에 접촉하는 면에 대하여 각각 제2란의 용매를 침출용액으로 사용하여 각 재질별로 다음의 가항부터 아항까지에 따라 용출시험 용액을 조제하며, 조제 중 침출용액이 줄어 든 경우에는 침출용액을 추가하여 처음의 액량으로 맞춘다. 다만, 알코올 함량이 20% 이하인 주류 및 알코올 함량이 20%를 초과하는 주류에 모두 사용되는 기구 및 용기·포장에 대해서는 50% 에탄올을 침출용액으로 사용한다. 또한, 특정 용도로만 사용하는 기구에 대해서는 사용대상 식품에 해당되는 침출용액만을 사용할 수 있다.

제 1 란		제 2 란
유지 및 지방성식품 (식품 전체, 표면 또는 표면일부의 유지 함유량이 20% 이상인 식품)		n-헵탄
주 류	알코올 함량이 20% 이하인 주류	20% 에탄올
	알코올 함량이 20%를 초과하는 주류	50% 에탄올
유지 및 지방성식품과 주류 이외의 식품	pH 5 이하인 식품	4% 초산
	pH 5를 초과하는 식품	물

가. 합성수지제 용출시험용액의 조제

- 1) 액체를 넣을 수 있는 시료(액체를 넣을 수 있는 형태로 된 기구·용기류를 말하며 일반적인 포장류는 제외한다)

70℃로 가온한 침출용액을 가득 채워 시계접시로 덮고 70℃를 유지하면서 30분간 방치한 액을 시험용액으로 한다. 다만, 통상적인 사용온도가 70℃ 이상인 시료의 경우에 있어서 물 또는 4% 초산을 침출용액으로 하는 경우에는 100℃를 유지하면서 30분간 방치한 액을 각각 시험용액으로 한다. 또한, n-헵탄을 침출용액으로 하는 경우에는 25℃를 유지하면서 1시간 방치한 액을 시험용액으로 한다.

- 2) 액체를 넣을 수 없는 시료(액체를 넣을 수 없는 형태로 된 기구·용기류와 포장류를 말한다)

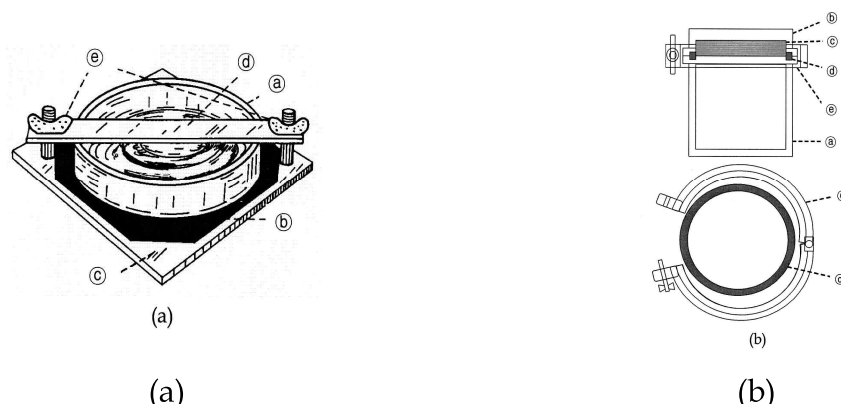
가) 표리가 동일한 시료의 경우

표면적(양면의 표면적을 합하여 계산한다) 1 cm² 당 2 mL 비율의 70℃로 가온한 침출용액에 시료를 담근 후 시계접시로 덮고 70℃를 유지하면서 30분간 방치한 액을 시험용액으로 한다. 다만, 통상적인 사용온도가 70℃ 이상인 시료의 경우에 있어서 물 또는 4% 초산을 침출용액으로 하는 경우에는 100℃를 유지하면서 30분간 방치한 액을 각각 시험용액으로 한다. 또한, n-헵탄을 침출용액으로 하는 경우에는 25℃를 유지하면서 1시간 방치한 액을 시험용액으로 한다.

나) 표리가 동일치 않은 시료의 경우

식품과 접촉하는 면에 대하여 표면적 1 cm² 당 2 mL 비율의 70℃로 가온한 침출용액에 접촉시킨 후 70℃를 유지하면서 30분간 방치한 액을 시험용액으로 한다. 필요시 그림 I의 (a) 또는 (b) 단면용출기구를 사용하여 시험용액을 조제할 수 있다. (a) 용출기구를 사용하는 경우, 고무제 대판 위에 시료를 식품과 접촉하는 면을 위로 향하게 놓고 스테인리스제 또는 유리제 원통상의 통을 올려놓고 금속조절나사를 이용하여 단단히 고정시키고 표면적 1 cm² 당 2 mL 비율의 70℃로 가온한 침출용액을 넣은 후 시계접시로 덮고 70℃를 유지하면서 30분간 방치한 액을 시험용액으로 한다. (b) 용출기구를 사용하는 경우, 셀에 표면적 1 cm² 당 2 mL 비율의 70℃로 가온한 침출용액을 넣은 후 시료를 식품과 접촉하는 면을 아래로 향하게 놓는다. 그 위에 테플론 가스킷을 놓고 뚜껑을 닫은 후 용매가 새지 않도록 클램프로 단단히 조여 준다. 그 다음 셀을 거꾸로 하여 침출용액과 시료를 접촉시킨 후 70℃를 유지하면서 30분간 방치한 액을 시험용액으로 한다. 다만, 통상적인 사용온도가 70℃ 이상인 시료의 경우에 있어서 물 또는 4% 초산을 침출용액으로 하는 경우에는 100℃를 유지하면서 30분간 방치한 액을 각각 시험용액으로 한다. 또한, n-헵탄을 침출용액으로 하는 경우에는

25℃를 유지하면서 1시간 방치한 액을 시험용액으로 한다.



- | | |
|---|--|
| (a) : 용출표면적을 정확히 100 cm ² 로 한
경질 유리제 및 스테인리스스틸제의 링
(직경 112.8 ± 0.1 mm, 높이 35 mm) | (a) : 용출표면적을 정확히 100 cm ² 로 한
스테인리스스틸제의 원통형 셀(직경
112.8 ± 0.1 mm, 높이 50 mm 이상) |
| (b) : 실리콘 고무매트 | (b) : 스테인리스스틸제 뚜껑 |
| (c) : 스테인리스스틸제 대판
(약 150×150 mm) | (c) : 테플론 매트 |
| (d) : 스테인리스스틸제 내리누르는 막대기 | (d) : 테플론 가스킷 |
| (e) : 고정조절나사 (폭 약 30 mm) | (e) : 스테인리스스틸제 클램프 |

그림 1. 단면용출법에 사용하는 용출용 기구

다) 병마개(가스킷)의 경우

병마개(가스킷)가 사용되는 해당 용기 본체를 물로 잘 씻은 후 70℃로 가온한 침출용액을 해당 용기의 내용물 용량만큼 채우고 병마개(가스킷)로 밀전한 후 거꾸로 세워 70℃를 유지하면서 30분간 방치한 액을 시험용액으로 한다. 따로, 해당 용기 본체를 물로 잘 씻은 후 70℃로 가온한 침출용액을 해당 용기의 내용물 용량만큼 채우고 시계접시로 덮고 70℃를 유지하면서 30분간 방치한 액을 공시험용액으로 하고, 공시험용액에 대한 시험결과치를 제외한 양을 시험용액에 대한 시험결과치로 한다. 병마개(가스킷)가 사용되는 해당 용기 본체를 사용하여 시험할 수 없는 경우 가. 2) 나)에 따라 식품과 접촉하는 병마개(가스킷)의 표면적 1 cm² 당 2 mL 비율의 70℃로 가온한 침출용액에 접촉시킨 후 70℃를 유지하면서 30분간 방치한 액을 시험용액으로 한다.

다만, 통상적인 사용온도가 70℃ 이상인 시료의 경우에 있어서 물 또는 4% 초산을 침출용액으로 하는 경우에는 100℃를 유지하면서 30분간 방치한 액을 각각 시험용액으로 한다. 또한, n-헵탄을 침출용액으로 하는 경우에는 25℃를 유지하면서 1시간 방치한 액을 시험용액으로 한다.

나. 가공셀룰로오스제 용출시험용액의 조제

가. 합성수지제 용출시험용액의 조제에 따른다.

다. 고무제 용출시험용액의 조제

1) 고무젓꼭지 이외의 고무제

가. 합성수지제 용출시험용액의 조제에 따른다.

2) 고무젓꼭지

시료를 물로 잘 씻은 후 시료의 무게 1 g 당 20 mL에 해당하는 40℃로 가온한 침출용액에 시료를 담그고 40℃를 유지하면서 24시간 방치한다.

라. 종이제 용출시험용액의 조제

1) 액체를 넣을 수 있는 시료(액체를 넣을 수 있는 형태로 된 기구·용기류를 말하며 일반적인 포장류는 제외한다)

침출용액을 가득 채워 시계접시로 덮고 25℃를 유지하면서 10분간 방치한 액을 시험용액으로 한다.

2) 액체를 넣을 수 없는 시료(액체를 넣을 수 없는 형태로 된 기구·용기류와 포장류를 말한다)

가) 표리가 동일한 시료의 경우

표면적(양면의 표면적을 합하여 계산한다) 1 cm² 당 2 mL 비율의 침출용액에 시료를 담근 후 시계접시로 덮고 25℃를 유지하면서 10분간 방치한 액을 시험용액으로 한다. 다만, 다류봉지류 및 커피여과지 등 통상적인 사용온도가 70℃ 이상인 시료는 100℃로 가열한 침출용액에 시료를 담근 후 시계접시로 덮고 100℃를 유지하면서 5분간 방치한 액을 시험용액으로 한다.

나) 표리가 동일치 않은 시료의 경우

식품과 접촉하는 면에 대하여 표면적 1 cm² 당 2 mL 비율의 침출용액에 접촉시킨 후 25℃를 유지하면서 10분간 방치한 액을 시험용액으로 한다. 필요시 그림 I 의 (a) 또는 (b) 단면용출기구를 사용하여 시험용액을 조제할 수 있다. 다만, 다류봉지류 및 커피여과지 등 통상적인 사용온도가 70℃ 이상인 시료는 100℃로 가열한 침출용액에 시료를 담근 후 시계접시로 덮고 100℃를 유지하면서 5분간 방치한 액을 시험용액으로 한다.

마. 금속제 용출시험용액의 조제

1) 액체를 넣을 수 있는 시료(액체를 넣을 수 있는 형태로 된 기구·용기류를 말하며 일반적인 포장류는 제외한다)

70℃로 가온한 침출용액을 가득 채워 시계접시로 덮고 70℃를 유지하면서 30분간 방치한 액을 시험용액으로 한다. 다만, 통상적인 사용온도가 70℃ 이상인 시료의 경우에 있어서 물, 4% 초산 또는 0.5% 구연산용액을 침출용액으로 하는 경우에는 100℃를 유지하면서 30분간 방치한 액을 각각 시험용액으로 한다.

- 2) 액체를 넣을 수 없는 시료(액체를 넣을 수 없는 형태로 된 기구·용기류와 포장류를 말한다)

식품과 접촉하는 면에 대하여 표면적 1 cm² 당 2 mL 비율의 70℃로 가온한 침출용액에 접촉시킨 후 70℃를 유지하면서 30분간 방치한 액을 시험용액으로 한다. 다만, 통상적인 사용온도가 70℃ 이상인 시료의 경우에 있어서 물, 4% 초산 또는 0.5% 구연산용액을 침출용액으로 하는 경우에는 100℃를 유지하면서 30분간 방치한 액을 각각 시험용액으로 한다.

바. 목재류 용출시험용액의 조제

- 1) 액체를 넣을 수 있는 시료(액체를 넣을 수 있는 형태로 된 기구·용기류를 말하며 일반적인 포장류는 제외한다)

70℃로 가온한 침출용액을 가득 채워 시계접시로 덮고 70℃를 유지하면서 30분간 방치한 액을 시험용액으로 한다. 다만, 통상적인 사용온도가 70℃ 이상인 시료의 경우에 있어서 물 또는 4% 초산을 침출용액으로 하는 경우에는 100℃를 유지하면서 30분간 방치한 액을 시험용액으로 한다.

- 2) 액체를 넣을 수 없는 시료(액체를 넣을 수 없는 형태로 된 기구·용기류와 포장류를 말한다)

식품과 접촉하는 면에 대하여 표면적 1 cm² 당 2 mL 비율의 70℃로 가온한 침출용액에 접촉시킨 후 70℃를 유지하면서 30분간 방치한 액을 시험용액으로 한다. 다만, 통상적인 사용온도가 70℃ 이상인 시료의 경우에 있어서 물 또는 4% 초산을 침출용액으로 하는 경우에는 100℃를 유지하면서 30분간 방치한 액을 시험용액으로 한다.

사. 유리제, 도자기제, 법랑 및 용기류 용출시험용액의 조제

- 1) 액체를 넣었을 때 깊이가 2.5 cm 이상인 시료(다만, 법랑의 경우 용량이 3 L 이상인 것은 제외한다)

액체를 넣었을 때 넘쳐흐르는 면으로부터 시료 면을 따라 5 mm 아래까지 침출용액을 채워 시계접시로 덮고 암소에서 25℃를 유지하면서 24시간 방치한 액을 시험용액으로 한다.

- 2) 액체를 넣었을 때 깊이가 2.5 cm 미만이거나 액체를 넣을 수 없는 시료 또는 법랑의

경우 용량이 3 L 이상인 시료

가) 액체를 넣었을 때 깊이가 2.5 cm 미만인 시료

액체를 채웠을 때 넘쳐흐르는 면으로부터 시료면을 따라 5 mm아래까지 침출 용액을 채워 시계접시로 덮고 암소에서 25℃를 유지하면서 24시간 방치한 액을 시험용액으로 한다.

나) 액체를 넣을 수 없는 시료 또는 범량의 경우 용량이 3 L 이상인 시료

식품과 접촉하는 면에 대하여 표면적 1 cm² 당 2 mL 비율의 침출용액에 접촉시킨 후 암소에서 25℃를 유지하면서 24시간 방치한 액을 시험용액으로 한다.

아. 전분제 용출시험용액의 조제

1) 액체를 넣을 수 있는 시료(액체를 넣을 수 있는 형태로 된 기구·용기류를 말하며 일반적인 포장류는 제외한다)

침출용액을 가득 채워 시계접시로 덮고 25℃를 유지하면서 10분간 방치한 액을 시험용액으로 한다. 다만, 열탕용은 100℃로 가열한 침출용액을 가득 채워 시계접시로 덮고 100℃를 유지하면서 5분간 방치한 액을 시험용액으로 한다.

2) 액체를 넣을 수 없는 시료(액체를 넣을 수 없는 형태로 된 기구·용기류와 포장류를 말한다)

표면적(양면의 표면적을 합하여 계산한다) 1 cm² 당 2 mL 비율의 침출용액에 시료를 담근 후 시계접시로 덮고 25℃를 유지하면서 10분간 방치한 액을 시험용액으로 한다.

2-7 과망간산칼륨소비량 시험법

가. 분석원리

합성수지제(페놀수지, 멜라민수지, 요소수지 제외), 전분제에서 용출되는 용출물 중 과망간산칼륨에 의해 산화되는 유기물의 양을 과망간산칼륨소비량을 지표로 하여 측정한다.

나. 시약 및 시액

1) 희석한 황산(1→3)

물 200 mL에 황산 100 mL를 저으면서 천천히 넣어 제조한다.

2) 0.005 M 수산나트륨용액

150~200℃에서 1~1.5시간 건조시키고 데시케이터에서 식힌 수산나트륨(sodium oxalate) 0.6700 g을 물에 녹여 1,000 mL로 하여 갈색병에 보존하고, 조제 후 1개월 내에 사용한다.

3) 0.002 M 과망간산칼륨용액

과망간산칼륨(potassium permanganate) 0.31 g을 물에 녹여 1,000 mL로 한 후 갈색병에 보존한다. 사용 시 0.005 M 수산나트륨용액을 사용하여 표정한다.

<0.002 M 과망간산칼륨용액의 표정>

삼각플라스크에 물 100 mL, 희석한 황산(1→3) 5 mL 및 0.002 M 과망간산칼륨용액 5 mL를 넣고 5분간 끓여준다. 이어 가열을 중지하고 즉시 0.005 M 수산나트륨용액 10 mL를 가하여 탈색시킨 후 0.002 M 과망간산칼륨용액으로 옅은 홍색이 소실되지 않고 남을 때까지 첨가한다. 이 액에 다시 희석한 황산(1→3) 5 mL와 0.002 M 과망간산칼륨용액 5 mL를 넣고 5분간 끓인 다음 0.005 M 수산나트륨용액 10 mL를 가해주고 즉시 0.002 M 과망간산칼륨용액으로 적정하고 이 때 적정에 소비된 0.002 M 과망간산칼륨용액의 양으로부터 다음 식에 따라 역가(f)를 구한다.

$$f = \frac{10}{5 + 0.002 \text{ M 과망간산칼륨용액의 적정량(mL)}}$$

다. 시험용액의 조제

물을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

라. 시험조작

삼각플라스크에 물 100 mL, 희석한 황산(1→3) 5 mL 및 0.002 M 과망간산칼륨용액 5 mL를 넣고 5분간 끓인 후 액을 버리고 물로 씻는다. 이 삼각플라스크에 시험용액 100 mL를 취하여 희석한 황산(1→3) 5 mL를 가하고 다시 0.002 M 과망간산칼륨용액 10 mL를 가하여 5분간 끓인 다음 가열을 중지하고 즉시 0.005 M 수산화나트륨용액 10 mL를 가하여 탈색시킨 후 0.002 M 과망간산칼륨용액으로 옅은 홍색이 없어지지 아니하고 남을 때까지 적정한다. 따로 같은 방법으로 공시험을 행하고 다음 식에 따라 과망간산칼륨소비량을 구한다.

$$\text{과망간산칼륨소비량(mg/L)} = \frac{(a-b) \times f \times 1,000}{100} \times 0.316$$

a : 본시험의 0.002 M 과망간산칼륨용액의 적정량(mL)

b : 공시험의 0.002 M 과망간산칼륨용액의 적정량(mL)

f : 0.002 M 과망간산칼륨용액의 역가

2-8 총용출량 시험법

가. 분석원리

사용 대상 식품에 대응하는 침출용액을 이용하여 조제한 시험용액을 증발 건조시킨 후 105℃에서 2시간 가열하여 그 잔류물의 무게를 측정한다.

나. 시험용액의 조제

1) 합성수지제

별도의 규정이 없는 한, 2-6 재질별 용출시험용액조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다. 다만, 유지, 지방성식품, 주류 및 그 밖의 모든 식품에 사용되는 기구에 대해서는 침출용매로 n-헵탄, 4% 초산 및 물을 적용한다.

2) 가공셀룰로오스제

4% 초산을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다. 이 때 사용하는 시험용액은 종이·섬유 등의 부유물이 혼입되지 않도록 잘 침전시킨 상층액을 취하여 시험한다.

3) 고무제

가) 고무젓꼭지 이외의 고무제의 경우

2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다. 단, 기구의 경우 물을, 유지 및 지방성식품의 용기·포장에 대하여는 20% 에탄올을 침출용액으로 사용한다.

나) 고무젓꼭지의 경우

물을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

4) 금속제

2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

다. 시험조작

시험용액 200~300 mL(n-헵탄을 침출용액으로 한 경우에는 시험용액 200~300 mL를 가지형 플라스크에 취하여 감압 농축하여 2~6 mL로 한 농축액과 그 플라스크를 n-헵탄 5 mL씩으로 2회 씻은 세액)를 미리 105℃에서 건조시킨 무게를 알고 있는 백금제, 석영제 또는 유리제의 증발접시에 취하여 수욕상에서 증발건고한다. 이어서 105℃에서 2시간 건조시킨 후 데시케이터 중에 방냉한다. 이를 식힌 후 칭량하여

증발접시의 전후의 무게차 a(mg)를 구하고 다음 식에 따라 총용출량을 구한다.

$$\text{총용출량(mg/L)} = \frac{(a-b) \times 1,000}{\text{시험용액 채취량(mL)}}$$

b : 시험용액과 같은 양의 침출용액에 대하여 얻은 공시험치(mg)

2-9 비소 시험법

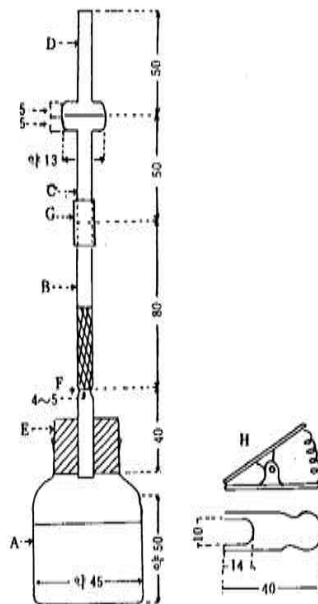
가. 분석원리

폴리락타이드, 부틸렌숙시네이트-아디페이트 공중합체 및 부틸렌숙시네이트 공중합체, 가공셀룰로스제, 종이제, 금속제, 목재류, 용기류, 전분제에서 용출되는 비소의 허용 한도량을 시험하는 방법으로, 그 양은 삼산화이비소의 양으로 나타낸다.

나. 굿짜이트(Gutzeit)법

1) 장치

다음 그림과 같다(단위 : mm).



A : 발생병, 용량 약 60 mL로서 40 mL에 표선이 있다.

B : 안지름 약 6.5 mm의 유리관

C 및 D : 접속부가 안지름 6.5 mm, 바깥지름 약 18 mm로서 갈아 맞춘 유리관으로 접속부의 내연과 외연이 동심원을 이루고 있는 것

E : 고무마개

F : 유리관 B의 협소부, 유리솜을 그 위치까지 넣는다.

G : 고무관

H : 집게

유리관 B에는 유리솜을 F로부터 약 30 mm 높이까지 채우고 초산납시액 및 물을 같은 양의 혼합용액으로 고르게 적시고 관의 하단으로부터 조용히 흡인하여 유리솜 및 기벽에서 과잉의 액을 제거한다. 사용직전 유리관 C 및 D의 접속부에 브롬제2수은지를 끼우고, 집게 H로 양관을 고정한다.

2) 시약 및 시액

가) 산성염화제1주석시액

염화제1주석($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 4 g을 정밀히 달아 염산 125 mL에 녹이고 물을 가하여 250 mL로 한 액을 산성염화제1주석시액으로 한다. 밀봉하여 보존하고, 조제 후 1개월 내에 사용한다.

나) 사상아연

아연(무비소, 약 1,000~1,410 μm)을 쓴다.

다) 요오드칼륨시액

요오드칼륨(KI) 16.5 g을 물에 녹여 100 mL로 한 액을 요오드칼륨시액으로 한다. 갈색병에 보존한다.

라) 초산납시액

초산납 11.8 g을 물에 녹여 100 mL로 한 후 초산 2방울을 가한 액을 초산납시액으로 한다. 밀봉하여 보존한다.

마) 브롬제2수은지

크로마토그래피용 여과지를 폭 약 3 cm, 길이 약 10 cm로 잘라서 이를 브롬제2수은(HgBr_2) 5 g을 에탄올 100 mL에 녹인 액에 담그어 때때로 흔들어 주면서 1시간 이상 어두운 곳에 방치한 다음 꺼내어 어두운 곳에서 수평을 유지하면서 자연건조 시키고 지름 약 18 mm의 원형으로 잘라서 갈색병에 보존한다. 정색하는 부분에 손을 대어서는 아니된다.

3) 표준용액

삼산화아비소(arsenic trioxide, As_2O_3)를 미세한 분말로 하여 데시케이타(황산)에서 건조한 다음 0.10 g을 정밀히 달아 20% 수산화나트륨시액 5 mL에 녹인다. 이 액을 희석한 황산(1→20)으로 중화하고 다시 희석한 황산(1→20) 10 mL를 추가한 다음 새로 끓여서 식힌 물을 가하여 1,000 mL로 한다. 다시 이 액 10 mL에 희석한 황산(1→20) 10 mL를 넣고 새로 끓여서 식힌 물을 넣어 1,000 mL로 한 액을 표준용액으로 한다. 이 액은 쓸 때 만들어 밀봉하여 보존한다.

$$\text{표준용액 } 1 \text{ mL} = 1.0 \mu\text{g As}_2\text{O}_3$$

4) 시험용액의 조제

가) 합성수지제, 목재류, 전분제

4% 초산을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 시험용액 10 mL를 사용한다. 다만, 2-9 비소 시험법 중 라항에 따를 경우 시험용액을 증발시켜 10배 농축한 액을 사용하여 시험한다.

나) 가공셀룰로오스제, 종이제

4% 초산을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 시험용액 10 mL를 사용한다. 다만, 2-9 비소 시험법 중 라항에 따를 경우 시험용액을 증발시켜 10배 농축한 액을 사용하여 시험한다.

다) 금속제

2-1 납 시험법 나. 용출시험 2) 금속제 마) 시험용액의 조제에 따라 조제한 시험용액 5 mL를 사용한다. 다만, 2-9 비소 시험법 중 라항에 따를 경우 시험용액을 증발시켜 5배 농축한 액을 사용하여 시험한다.

라) 용기류

4% 초산을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 시험용액 20 mL를 사용한다. 다만, 2-9 비소 시험법 중 라항에 따를 경우 시험용액을 증발시켜 20배 농축한 액을 사용하여 시험한다.

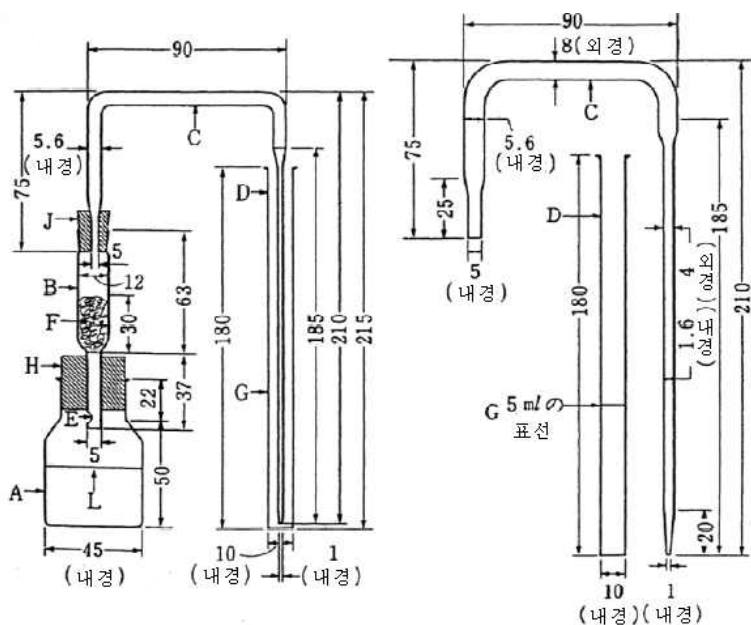
5) 시험조작

각 재질별로 정한 양의 시험용액을 발생병에 넣고 이에 희석한 염산(1→2) 5 mL 및 요오드칼륨시액 5 mL를 가하여 2~3분간 방치한 다음 산성염화제1주석시액 5 mL를 가하여 10분간 방치한다. 이어 물을 가하여 40 mL로 하고 사상아연 2 g을 가하여 즉시 유리관 B, C 및 D를 꽂은 고무마개 E를 막고 25℃의 수욕조에 발생병의 약 4분의 3까지 넣어 1시간 방치한다. 따로, 발생병에 비소표준용액 1 mL를 넣고 위의 시험용액과 동일하게 처리한다. 시험용액 및 표준용액에 대하여 얻어진 브롬제2수은지를 꺼내어 직사광선을 피하여 즉시 색을 비교한다. 이 때 시험용액에 대하여 얻어진 색이 표준용액에 대하여 얻어진 색보다 진하여서는 아니된다.

다. 디메틸디티오카아바민산은법

1) 장치

다음 그림과 같다(단위 : mm).



- A : 발생병(어깨부분까지의 용량 약 70 mL)
- B : 배기관
- C : 유리관(내경 5.6 mm, 흡수관에 넣는 부분은 선단을 내경 1 mm로 늘린다)
- D : 흡수관(내경 10 mm)
- E : 작은 구멍
- F : 유리섬유(약 0.2 g)
- G : 5 mL의 표선
- H 및 J : 고무마개
- L : 40 mL의 표선

배기관 B의 약 30 mm의 높이에 유리섬유 F를 채우고 초산납시액 및 물의 1:1 혼합용액으로 균등하게 축인 후 하단에서 약하게 흡인하여 과량의 액을 제거한다. 이것을 고무마개 H의 중심에 수직으로 꼽고 B 하부의 작은 구멍 E는 아래로 약간 튀어나오도록 하여 발생병 A에 접촉시킨다. B의 상단에는 유리관 C를 수직으로 고정하고 고무마개 J를 부착시킨다. C 배기관측의 하단은 고무마개 J의 하단과 동일 평면으로 한다.

2) 시약 및 시액

가) 브로모페놀블루시액

브로모페놀블루 0.1 g을 50% 에탄올 100 mL에 녹인 액을 브로모페놀블루시액으로 한다. 필요하면 여과한다.

나) 암모니아시액

암모니아수 400 mL에 물을 넣어 1,000 mL로 한 액을 암모니아시액으로 한다.

다) 염화주석(II)시액

염화주석(II)이수화물 4 g을 정밀히 달아 염산(비소시험용) 125 mL를 가하여 녹인 후 물을 가하여 250 mL로 한 액을 염화주석(II)시액으로 한다. 밀봉하여 보관하고 조제 후 1개월 이내에 사용한다.

라) 디에틸디티오카아바민산은시액

디에틸디티오카바미드산은(silver N,N-diethyl dithiocarbamate) 0.50 g을 정밀히 달아 피리딘에 녹여 100 mL로 한 액을 디에틸디티오카아바민산은시액으로 한다. 차광한 유리병에 넣어 냉장 보관한다.

3) 표준용액

나. 굿짜이트법 3) 표준용액에 따라 조제한 액을 표준용액으로 한다.

4) 시험용액의 조제

나. 굿짜이트법 4) 시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

5) 시험조작

각 재질별로 정한 양의 시험용액을 발생병에 넣고 브로모페놀블루시액 한 방울을 떨어뜨리고 암모니아수 또는 암모니아 시액으로 중화시킨다. 단 침출용액이 물인 경우에는 중화를 생략할 수 있다. 이 용액에 염산(1→2) 5 mL 및 요오드화칼륨시액 5 mL를 넣고 2~3분간 방치한 후 염화주석(II)시액 5 mL를 넣고 실온에서 10분간 방치한다. 이어서 물을 넣어 40 mL로 만들고 아연(비소시험용) 2 g을 첨가하여 바로 B 및 C를 연결한 고무마개 H를 발생병에 설치한다. C 세관부의 끝은 미리 비화수소흡수액 5 mL를 넣은 흡수관 D의 바닥에 도달하도록 넣어 둔다. 이어서 발생병은 25℃의 물속에 어깨까지 잠기도록 하여 1시간 방치한다. 흡수관을 제거하고 필요하다면 피리딘을 넣어 5 mL로 만들어 흡수액의 색을 관찰할 때 이 색은 다음 표준색보다도 진해서는 안 된다.

표준색의 조제는 시험용액의 시험과 동시에 실시한다. 시험용액과 동량의 침출용액과 표준용액 1 mL를 발생병에 넣고 이하 시험용액과 동일하게 조작하여 얻은 흡수액의 색을 표준색으로 한다.

라. 유도결합플라즈마 발광강도측정법

1) 장치

유도결합플라즈마 발광강도측정기

2) 표준용액

나. 굿짜이트법 3) 표준용액에 따라 조제한 액을 비소표준용액으로 한다. 다만, 시판 중인 비소표준용액을 사용할 경우 삼산화비소(As_2O_3)로 환산한다.

3) 시험용액의 조제

나. 굿짜이트법 4) 시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

4) 시험조작

시험용액과 표준용액에 대해 2-12 유도결합플라즈마 발광강도측정법(파장 : 193.7 nm)에 따라 시험할 때 시험용액에 대하여 얻어진 발광강도는 표준용액에 대하여 얻어진 발광강도 보다 커서는 아니된다.

마. 유도결합플라즈마/질량분석법

1) 장치

유도결합플라즈마/질량분석기

2) 표준용액

나. 굿짜이트법 3) 표준용액에 따라 조제한 액을 사용하여 측정에 적절한 농도가 되도록 각 시험법에 규정된 침출용액을 가하여 희석하여 사용한다. 다만, 시판 중인 비소표준용액을 사용할 경우 삼산화이비소(As_2O_3)로 환산한다.

3) 시험용액의 조제

나. 굿짜이트법 4) 시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

4) 시험조작

시험용액과 표준용액에 대해 유도결합플라즈마/질량분석법(m/z 74.9)에 따라 시험할 때 시험용액에 대하여 얻어진 질량수의 감응세기는 표준용액에 대하여 얻어진 질량수의 감응세기 보다 커서는 아니된다.

2-10 안티몬 시험법

가. 잔류시험

1) 분석원리

금속제 시료에 잔류하는 안티몬을 원자흡광광도기, 유도결합플라즈마 발광강도 측정기 또는 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정한다.

2) 장치

원자흡광광도기, 유도결합플라즈마 발광강도측정기 또는 유도결합플라즈마/질량 분석기

3) 표준용액

염화안티몬(III)(antimony trichloride) 1.874 g을 정밀히 달아 소량의 희석한 염산 (1→2)에 녹인 후 희석한 염산(1→10)을 가하여 1,000 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 0.1 M 질산을 가하여 100 mL로 한다. 다시 이 액 1 mL를 취하여 10 mL 메스플라스크에 넣고 0.1 M 질산을 가하여 10 mL로 한 액을 표준용액으로 한다(1.0 µg/mL). 다만, 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정할 경우 측정에 적절한 농도가 되도록 0.1 M 질산으로 희석하여 사용한다.

4) 시험용액의 조제

2-1 납 시험법 가. 잔류시험 4) 시험용액의 조제 나) 금속제에 따라 조제한 시험용액 1 mL를 취하여 0.1 M 질산을 가하여 250 mL로 한 액을 시험용액으로 한다.

5) 시험조작

시험용액과 표준용액에 대해 2-11 원자흡광광도법(파장 217.6 nm), 2-12 유도결합 플라즈마 발광강도측정법(파장 206.8 nm) 또는 유도결합플라즈마/질량분석법 (m/z 120.9)에 따라 시험하여 시험용액 중 안티몬의 농도를 구하고 다음 계산식에 따라 시료 중 안티몬의 양을 구한다.

$$\text{안티몬(\%)} = \frac{\text{시험용액 중 안티몬의 농도}(\mu\text{g/mL}) \times 5,000(\text{mL})}{\text{시료의 채취량}(\text{g}) \times 10^6} \times 100$$

나. 용출시험

1) 합성수지제

가) 분석원리

폴리에틸렌테레프탈레이트, 폴리시클로헥산-1,4-디메틸테레프탈레이트에서 용출되는 안티몬을 원자흡광광도기, 유도결합플라즈마 발광강도측정기 또는 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정한다.

나) 장치

원자흡광광도기, 유도결합플라즈마 발광강도측정기 또는 유도결합플라즈마/질량분석기

다) 표준용액

염화안티몬(III)(antimony(III) chloride) 1.874 g을 정밀히 달아 소량의 염산으로 녹인 후 희석한 염산(3→10)을 가하여 1,000 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 4% 초산을 가하여 100 mL로 한다. 다시 이 액 4 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 4% 초산을 가하여 100 mL로 한 액을 표준용액으로 한다(0.4 µg/mL). 다만, 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정할 경우 측정에 적절한 농도가 되도록 4% 초산으로 희석하여 사용한다.

라) 시험용액의 조제

4% 초산을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액 200 mL를 비이커에 옮기고 증발시켜 20 mL로 한 액을 시험용액으로 한다. 다만, 유도결합플라즈마/질량분석법을 사용할 경우 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

마) 시험조작

시험용액과 표준용액에 대해 2-11 원자흡광광도법(파장 217.6 nm) , 2-12 유도결합플라즈마 발광강도측정법(파장 206.8 nm) 또는 유도결합플라즈마/질량분석법(m/z 120.9)에 따라 시험하여 시험용액 중 안티몬의 양을 구한다. 단, 농축배수 10을 보정해준다(유도결합플라즈마/질량분석법을 사용한 경우는 보정하지 않음)

2) 법랑

가) 분석원리

법랑에서 용출되는 안티몬을 원자흡광광도기, 유도결합플라즈마 발광강도측정기 또는 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정한다.

나) 장치

원자흡광광도기, 유도결합플라즈마 발광강도측정기 또는 유도결합플라즈마/질량 분석기

다) 표준용액

염화안티몬(III)(antimony(III) chloride) 1.874 g을 정밀히 달아 소량의 염산으로 녹인 후 희석한 염산(3→10)을 가하여 1,000 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 4% 초산을 가하여 100 mL로 한다. 다시 이 액 0.5 mL, 1 mL, 2 mL, 5 mL, 10 mL 씩을 취하여 100 mL 메스플라스크에 각각 넣고 4% 초산을 가하여 100 mL로 한 액을 안티몬표준용액으로 한다(각각 0.05 μ g/mL, 0.1 μ g/mL, 0.2 μ g/mL, 0.5 μ g/mL, 1 μ g/mL). 다만, 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정할 경우 측정에 적절한 농도가 되도록 4% 초산으로 희석하여 사용한다.

라) 시험용액의 조제

4% 초산을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

마) 시험조작

(1) 검량선의 작성

표준용액에 대해 2-11 원자흡광광도법(파장 : 217.6 nm), 2-12 유도결합플라즈마 발광강도측정법(파장 206.8 nm) 또는 유도결합플라즈마/질량분석법(m/z 120.9)에 따라 시험하여 얻어진 흡광도 또는 질량수에 대한 피크면적을 각각의 농도에 대하여 플롯(plot)하여 검량선을 작성한다.

(2) 시험

시험용액을 (1) 검량선의 작성의 경우와 동일한 방법으로 측정하여 얻어진 흡광도 또는 질량수에 대한 피크면적을 이용하여 미리 작성한 검량선으로부터 시험용액 중 안티몬의 양을 구한다. 다만, 액체를 채울 수 없거나 액체를 채웠을 때 깊이가 2.5 cm 미만인 시료 또는 용량이 3 L 이상인 시료에 대하여는 다음식에 따라 단위면적 안티몬의 양을 구한다.

$$\text{단위면적 당 용출량}(\mu\text{g}/\text{cm}^2) = \frac{C \times V}{S}$$

C : 검량선에 의한 시험용액 중 안티몬의 농도(μ g/mL)

V : 침출용액의 전량(mL)

S : 침출용액과 접촉한 시료의 표면적(cm^2)

2-11 원자흡광광도법

가. 분석원리

빛이 원자 증기층을 통과할 때 기저상태의 원자가 특정 파장의 빛을 흡수하는 현상을 이용하여 시험용액 중 목적하는 원소의 농도를 측정한다.

나. 장치

일반적으로 광원부, 시료원자화부, 분광부, 측광부 및 표시기록부로 구성된다. 광원부에는 중공음극램프를 사용한다. 시료원자화부는 프레임방식(직접분무법)에는 버너 및 가스유량조절기, 전기가열방식에는 전기가열로 및 전원부로 되어있다. 분광부에는 회절격자 또는 간섭필터를 사용한다. 측광부는 검출기 및 신호처리계로 되어있다. 표시기록부에는 디스플레이, 기록장치 등이 있다.

다. 표준용액

별도의 규정이 있는 것을 제외하고 피검원소에 대응하는 표준용액을 사용한다.

라. 조작법

별도의 규정이 없는 한 다음의 어느 한 방법에 따라 측정한다.

1) 화염방식(직접분무법)

광원램프(피검원소에 대응하는 중공음극관램프를 사용한다)를 끼우고 광원램프를 켜고, 분광기를 납 및 카드뮴에 대응하는 분석파장에 맞춘 다음 적당한 전류값과 슬릿폭을 설정하고, 가스(아세틸렌 가스 또는 수소를 사용한다)에 점화시킨 후 가스 및 압축공기의 유량을 조절하고 용매를 화염 중에 분무시켜서 영점(零點)을 맞춘다. 이어서 시험용액 또는 표준용액을 화염 중에 분무하여 그 흡광도를 측정한다.

2) 전기가열방식

광원램프(피검원소에 대응하는 중공음극관램프를 사용한다)를 점등시키고, 분광기를 납 및 카드뮴에 대응하는 분석파장에 맞춘 다음 적당한 전류값과 슬릿폭을 설정한다. 이어서 시험용액 또는 표준용액의 일정량을 전기가열로에 주입하고, 적당한 유량의 가스를 흘리고, 적당한 온도, 시간 및 가열 모드에서 건조시키고 회화시킨 다음 원자화하여 그 흡광도를 측정한다.

2-12 유도결합플라즈마 발광강도측정법

가. 분석원리

용액 중에 함유된 목적하는 원소를 유도결합플라즈마에 의해 원자화하고 여기하여 이들에 의해 얻어진 원자발광스펙트럼선의 발광강도로부터 시험용액 중 목적하는 원소의 농도를 측정한다.

나. 장치

일반적으로 여기원부, 시료도입부, 발광부, 분광부, 측광부 및 표시기록부로 되어 있다. 여기원부는 시료를 여기시키고, 발광시켜 전기에너지를 공급하고 제어하는 전원, 제어계 및 회로로 되어있고, 부속으로 가스공급원과 냉각장치를 포함한다. 시료도입부는 네블라이저와 분무기로 되어있다. 발광부는 토치관과 고주파유도코일 등으로 되어 있다. 분광부는 집광계, 회절격자 등의 분광기로 되어 있다. 측광부는 검출기와 신호처리계로 되어 있다. 표시기록부에는 디스플레이, 기록장치 등이 있다. 방식으로는 파장주사형 분광기를 이용하는 단원소 측차분석방식, 파장주사형 분광기를 이용하는 다원소 측차분석방식 및 파장고정형의 폴리카로메터를 이용하는 다원소 동시분석방식이 있다.

다. 표준용액

별도의 규정이 있는 것을 제외하고 피검원소에 대응하는 표준용액을 사용한다.

라. 조작법

일반적으로 전류가 통하는 부분에 이상이 없는 것을 확인한 후 여기원부 및 제어 장치의 전원 스위치를 켜다. 진공형분광기를 이용하는 진공자외역의 발광선을 측정하는 경우에는 발광부와 분광기 간의 광축을 알곤 또는 질소로 10분 간 치환한다. 알곤 또는 질소를 소정의 유량으로 설정하고, 고주파 전원을 켜고 플라즈마를 점화한다. 수은램프의 발광선을 이용하여 분광기의 파장교정을 행한다. 다음에, 시험용액 또는 표준용액의 일정량을 도입하여 적당한 발광 스펙트럼선의 발광강도를 측정한다.

시험용액에 대한 발광강도를 시험용액과 동일하게 조작하여 얻은 표준용액에 대한 발광강도와 비교하여 시험용액 중 목적하는 원소의 농도를 구한다.

2-13 벤조페논 시험법

가. 분석원리

직접 접촉하지 않는 면이 인쇄된 기구 및 용기·포장의 경우, 식품과 직접 접촉하는 면에 잔류하는 벤조페논을 액체크로마토그래프로 측정한다.

나. 장치

액체크로마토그래프

다. 표준용액

벤조페논 10 mg을 정밀히 달아 메탄올에 녹여 100 mL로 한다. 이 액 0.6 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 메탄올을 가하여 100 mL로 한 액을 표준용액으로 한다(0.6 µg/mL).

라. 시험용액의 조제

2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다. 다만, 침출용액으로 n-헵탄을 사용하여 조제한 시험용액의 경우 시험용액 10 mL를 취하여 감압 농축한 후 잔류물을 메탄올에 녹여 10 mL로 한 액을 최종 시험용액으로 한다.

마. 시험조작

1) 액체크로마토그래프/자외부흡광검출기 측정조건

- 칼럼 : C₁₈(4.6 mm I.D. × 250 mm, 5 µm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃
- 검출기 : 자외부흡광검출기(파장 : 254 nm)
- 이동상 : 70% 아세토니트릴
- 유속 : 분당 1 mL

2) 정성시험

시험용액 및 표준용액 각각 20 µL씩을 사용하여 1) 액체크로마토그래프 측정조건에 따라 액체크로마토그래피를 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 벤조페논 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의

벤조페논 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 각 시험용액 및 표준용액 크로마토그램의 벤조페논 피크면적을 측정하여 시험용액 중 벤조페논의 양을 구한다.

2-14 톨루엔 시험법

가. 분석원리

내용물을 투입시 형태가 달라지는 합성수지 포장재에 잔류하는 톨루엔을 기체크로마토그래프로 측정한다.

나. 장치

기체크로마토그래프

다. 전처리

시료를 가로 40 cm, 세로 50 cm(0.2 m^2)를 적당한 크기($2 \text{ cm} \times 3 \text{ cm}$ 정도)로 세절하여 500 mL 삼각플라스크에 넣고 실리콘 고무마개로 밀봉한 후 내부표준물질로 테트라하이드로퓨란 1 μL 를 실리콘 고무마개를 통하여 주입하고 80℃의 건조기에서 30분간 방치한다.

라. 시험조작

1) 기체크로마토그래프 측정조건

- 칼럼 : DB-1 캐필러리 칼럼($0.25 \text{ mm I.D.} \times 30 \text{ m}$, $0.25 \mu\text{m}$) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃에서 5분간 유지하고 분당 10℃씩 온도를 높여 80℃에 도달하도록 한 후 5분간 유지한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 주입부온도 : 230℃
- 주입방식 : 스플릿(10 : 1)
- 검출기 : 불꽃이온화검출기
- 검출기온도 : 250℃
- 운반기체 : 질소 또는 헬륨(유속 : 분당 1 mL)

2) 검량선의 작성

실리콘 고무마개로 밀봉한 500 mL 삼각플라스크 각각에 0.5 μL , 1.0 μL , 1.5 μL , 2.0 μL 의 톨루엔(toluene) 및 내부표준물질로 테트라하이드로퓨란 1 μL 를 실리콘 고무마개를 통하여 가하고 80℃의 건조기에서 30분간 방치한다. 삼각플라스크를 꺼낸 즉시 가스타이트 주사기로 실리콘 고무마개를 통하여 취한 헤드스페이스 부분의 기체를 1 mL 씩 사용하여 1) 기체크로마토그래프 측정조건에 따라 기체크로마토그래피를 행하고, 얻어진 크로마토그램으로부터 톨루엔의 피크면적과 테트라하이드로퓨란의 피크면적과의 비를 구하고 이를 톨루엔의 농도에 대하여 플롯(plot)하여 검량선을 작성한다.

3) 시험

다. 전처리에 따라 80℃의 건조기에서 30분간 방치한 삼각플라스크를 꺼낸 즉시 가스타이트 주사기로 실리콘 고무마개를 통하여 취한 헤드스페이스 부분의 기체 1 mL를 사용하여 2) 검량선의 작성과 동일한 방법으로 기체크로마토그래피를 행하고, 얻어진 크로마토그램으로부터 톨루엔의 피크면적과 테트라하이드로퓨란의 피크면적의 비를 구한다. 미리 작성한 검량선을 이용하여 톨루엔의 양(μL)을 구하고 다음 계산식에 따라 시료 중 톨루엔의 함량을 구한다.

$$\text{톨루엔}(\text{mg}/\text{m}^2) = \frac{\text{검량선에서 얻은 톨루엔의 양}(\mu\text{L}) \times 0.866}{0.2 \text{ m}^2}$$

0.866 : 톨루엔의 비중

2-15 착색료 시험법

가. 분석원리

시료에서 용출되는 착색료를 박층크로마토그래프, 여지크로마토그래프, 액체크로마토그래프 등으로 측정한다.

나. 산성색소

물을 침출용액으로 하여 시료에서 용출된 색소를 산성 상태에서 탈지양모에 염색된 산성색소에 적용한다.

1) 장치

- 가) 실리카겔 또는 폴리아미드 박층 : 박층크로마토그래피용
- 나) 여지(거름종이) : 여지크로마토그래피용
- 다) 전개조
- 라) 액체크로마토그래프-광다이오드배열 검출기(HPLC-PDA)

2) 시약 및 시액

가) 탈지양모

- (1) 1법 : 백색양모 100 g을 강암모니아수 1~4 mL를 적당히 물로 희석한 용액 중에 담그고 가끔 저으면서 45℃에서 30~60분간 방치한 다음 건져내어 가볍게 짜고 다음에 희석한 암모니아수(1→100)에 잠시 방치하였다가 건져내어 처음에는 온탕, 다음에는 냉수로 씻고 가볍게 짜서 바람에 말린다.
- (2) 2법 : 속슬렛추출장치에서 석유 에테르로 백색양모를 충분히 탈지한 다음 에테르를 실온에서 증발시켜 물로 충분히 씻고 가볍게 짜서 바람에 말린다.

나) 전개용매

(1) 박층크로마토그래피(실리카겔 박층)

- (가) 초산에틸 : 메탄올 : 28% 암모니아수(4.5:1:1 또는 3:1:1)
- (나) 아밀알코올 : 에탄올 : 28% 암모니아수(10:10:1)
- (다) 메틸에틸케톤 : 에틸렌글리콜모노메틸에테르 : 에탄올 : 28% 암모니아수(20:15:12:1)

(2) 박층크로마토그래피(폴리아미드 박층)

- (가) 메탄올 : 에탄올 : 이소아밀알코올 : 28% 암모니아수(15:10:5:3)
- (나) 피리딘 : 메탄올 : 28% 암모니아수 : 물(5:6:1:16)

(3) 여지크로마토그래피

- (가) 아세톤 : 이소아밀알코올 : 물(6 : 5 : 5)
- (나) n-부탄올 : 무수에탄올 : 1% 암모니아수(6 : 2 : 3)
- (다) 25% 에탄올용액 : 5% 암모니아수(1 : 1)

다) 색소표준용액 : 색소표준원액을 물에 녹여 적정 농도가 되도록 희석하여 사용한다. 단, 4) 시험조작 중 다)항에 따른 경우 색소표준원액을 10 mM 아세트산 암모늄 용액으로 희석하여 사용한다.

3) 시험용액의 조제

물을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액 20 mL에 1%초산 1 mL를 가하고 탈지양모 0.1 g을 넣고 잘 흔들어 섞은 다음 수욕 중에서 30분간 가온한 다음 양모를 건져내어, 양모가 염색되지 않으면 불검출로 하고 양모가 염색되면 이 염색된 양모를 1% 암모니아용액 5 mL 중에 넣고 30 분간 가온한 다음 양모를 건져내고 초산으로 중화하여 농축한 액을 시험용액으로 한다.

4) 시험조작

가) 박층크로마토그래피

실리카겔 또는 폴리아미드 박층의 하단에서 2 cm의 일직선상에 시험용액 및 색소표준용액을 직경 약 3 mm로 1 cm의 간격으로 찍고 말린다. 이를 박층의 하단 0.5~1 cm를 전개용매에 담그고 8~15 cm 전개시킨다. 전개가 끝나면 시험용액과 색소표준용액에서 얻은 반점의 위치와 색을 자연광 및 자외선(약 365 nm) 조사 하에서 비교 관찰한다.

나) 여지크로마토그래피

크로마토그래피용 여과지의 끝에서 40 mm의 곳에 연필로 줄을 긋고 그 위에 시험용액과 색소표준용액을 각각 20 mm의 간격으로 미량 피펫 또는 모세관으로 직경 약 5 mm의 원이 되게 찍고 말린다. 이 여과지를 규정의 전개용매를 넣은 용기에 여과지가 기벽에 닿지 않도록 주의하여 수직으로 매달고 하단 약 10 mm를 전개용매 중에 담그고 뚜껑을 닫고 방치한다. 용매가 반점에서 13~25 cm의 높이까지 상승하였을 때 여과지를 건져내어 말린 다음 시험용액과 색소표준용액으로부터 전개된 반점의 위치와 색을 자연광 및 자외선(약 365 nm) 조사 하에서 비교 관찰한다.

다) 액체크로마토그래피

(1) 측정조건

- 칼럼 : C₁₈(4.6 mm I.D. × 250 mm, 5 μm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃
- 검출기 : 광다이오드배열 검출기(PDA, 파장 : 350~650 nm)
- 이동상 : A : 10 mM 아세트산암모늄 용액, B : 아세트니트릴
- 농도기울기 : A : B(95 : 5)에서 A : B(50 : 50)까지의 직선 농도기울기를 30분간 실시한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.

- 유속 : 분당 1 mL

(2) 정성시험

시험용액, 표준용액 각각 10 μ L씩 사용하여 (1) 측정조건에 따라 액체크로마토그래피를 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 각 성분의 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

(3) 정량시험

(2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 각 성분의 피크검출시간이 일치할 때에는 (2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 표준용액 크로마토그램의 각 성분의 피크면적을 측정하여 미리 작성한 검량선을 이용하여 시험용액 중 착색료의 양을 구한다.

다. 모든 색소

2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 용출된 착색료에 적용한다.

1) 장치

가) 액체크로마토그래프-광다이오드배열 검출기

나) 액체크로마토그래프-질량분석기/질량분석기

2) 표준용액

색소표준품 10 mg씩 정밀히 달아 메탄올에 녹여 10 mL로 한 액을 각각의 표준원액으로 한다(1,000 mg/L). 표준원액 0.1 mL를 취하여 10 mL 용량플라스크에 넣고 메탄올을 가하여 10 mL로 한다(10 mg/L). 이 액 0.1 mL를 취하여 10 mL 용량플라스크에 넣고 메탄올을 가하여 10 mL로 한 액을 표준용액으로 한다(0.1 mg/L).

3) 시험용액의 조제

2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다. 다만, 침출용액으로 n-헵탄을 사용하여 조제한 시험용액의 경우 시험용액 2 mL를 취하여 40℃에서 질소 건고한 후 메탄올 2 mL를 가하여 잔류물을 녹여 최종 시험용액으로 한다.

4) 시험조작

가) 액체크로마토그래피

(1) 측정조건

- 칼럼 : C₁₈(3.0 mm I.D. × 150 mm, 3 μ m) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 35℃
- 검출기 : 광다이오드배열 검출기(파장 : 350~650 nm)

- 이동상 : A : 0.1% 개미산, B : 메탄올
- 농도기울기 : A : B(100 : 0)에서 A : B(0 : 100)까지의 직선 농도기울기를 30 분간 실시한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 유속 : 분당 0.3 mL

(2) 정성시험

시험용액, 표준용액 각각 10 μ L씩 사용하여 (1) 측정조건에 따라 액체크로마토 그래피를 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 각 성분의 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

(3) 정량시험

(2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 각 성분의 피크검출시간이 일치할 때에는 (2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 표준용액 크로마토그램의 각 성분의 피크 면적을 측정하여 미리 작성한 검량선을 이용하여 시험용액 중 착색료의 양을 구한다.

나) 액체크로마토그래프-질량분석기/질량분석기

(1) 측정조건

- 칼럼 : C₁₈(2.1 mm I.D. $\times$ 50 mm, 1.8 μ m) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 35 $^{\circ}$ C
- 검출기 : 질량분석기/질량분석기
 - 이온화방법 : 전자분무이온화(ESI, +)
 - 이온소스 온도 : 200 $^{\circ}$ C
 - 충돌가스 : N₂
 - 충돌전압 : 10~100 V
- 이동상 : A : 0.1% 개미산, B : 메탄올
- 농도기울기 : A : B(100 : 0)에서 A : B(0 : 100)까지의 직선 농도기울기를 30 분간 실시한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 유속 : 분당 0.3 mL

※ 색소 및 질량분석기 특이이온(예시)

	물질명	Precursor Ion (m/z)	Fragment Ion (m/z)
1	Solvent Yellow 14	249.1	93.0, 186.9
2	Solvent Yellow 16	279.1	93.1, 148.9
3	Solvent Yellow 33	274.1	104.9, 76.8
4	Solvent Yellow 56	254.2	77.0, 133.9
5	Solvent Yellow 82	695.1	373.9, 120.0

6	Solvent Yellow 93	359.2	77.0, 132.8
7	Solvent Yellow 98	556.8	103.8, 380.9
8	Solvent Yellow 114	290.1	215.9, 241.9
9	Solvent Yellow 185	334.2	290.1, 233.8
10	Solvent Green 3	419.2	293.0, 106.9
11	Solvent Green 5	453.2	295.0, 99.8
12	Solvent Orange 3	213.1	77.0, 120.7
13	Solvent Orange 7	277.1	121.2, 198.9
14	Solvent Orange 60	271.1	243.0, 139.9
15	Solvent Orange 63	337.1	307.9, 275.9
16	Solvent Orange 86	240.9	181.0, 162.9
17	Solvent Red 1	278.8	123.2, 107.7
18	Solvent Red 3	293.1	121.1, 76.8
19	Solvent Red 23	353.0	77.0, 127.8
20	Solvent Red 24	381.1	91.0, 223.8
21	Solvent Red 26	395.0	349.1, 316.8
22	Solvent Red 27	409.2	104.8, 91.0
23	Solvent Red 48	786.6	742.5, 701.4
24	Solvent Red 111	237.8	223.0, 219.9
25	Solvent Red 122	728.0	390.2
26	Solvent Red 135	408.9	236.8, 331.0
27	Solvent Red 179	321.1	292.0, 263.8
28	Solvent Red 195	500.2	186.1, 215.2
29	Solvent Red 197	382.2	338.1, 309.4
30	Solvent Red 242	296.7	253.0, 239.8
31	Solvent Violet 11	239.1	166.1, 139.1
32	Solvent Violet 13	329.9	312.2, 252.1
33	Solvent Violet 59	423.1	346.0, 240.9
34	Solvent Blue 35	351.2	251.0, 294.0
35	Solvent Blue 36	323.0	265.2, 280.0
36	Solvent Blue 97	531.1	383.0, 516.5
37	Solvent Blue 101	419.2	327.1, 106.8
38	Solvent Blue 104	475.2	355.0, 106.8
39	Solvent Black 3	457.2	194.2, 246.3
40	Solvent Black 27	423.2	358.9, 409.0

(2) 정성시험

시험용액, 색소표준용액을 각각 10 μ L씩 사용하여 1) 액체크로마토그래프-질량 분석기/질량분석기 측정조건에 따라 액체크로마토그래피/질량분석을 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 각 성분의

피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

(3) 정량시험

(2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 각 성분의 피크검출시간이 일치할 때에는 (2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 표준용액 크로마토그램의 각 성분의 피크면적을 측정하여 미리 작성한 검량선을 이용하여 시험용액 중 착색료의 양을 구한다.

2-16 염화비닐 시험법

가. 분석원리

폴리염화비닐에 잔류하는 염화비닐을 N,N-디메틸아세트아미드로 추출한 후 기체 크로마토그래프/질량분석기로 측정한다.

나. 장치

기체크로마토그래프/질량분석기

다. 표준용액

1) 표준원액

염화비닐(vinyl chloride) 표준품을 N,N-디메틸아세트아미드에 녹여 5 μ g/mL의 농도가 되도록 한 액을 염화비닐표준원액으로 한다.

2) 표준용액

20 mL 헤드스페이스용 바이알에 N,N-디메틸아세트아미드 5 mL, 표준원액 0.1 mL 및 내부표준용액 0.2 mL를 넣고 밀전한 다음 90°C로 유지하면서 30분간 일정한 속도로 교반하여 내부를 안정화시킨 액을 표준용액으로 한다.

3) 내부표준용액

1-클로로프로판(1-chloropropane) 50 mg을 정밀히 달아 N,N-디메틸아세트아미드에 녹여 100 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 N,N-디메틸아세트아미드를 가하여 100 mL로 한 액을 내부표준용액으로 한다(5 μ g/mL).

라. 시험용액의 조제

시료를 5 × 5 mm 이하로 잘게 자른 다음 0.5 g을 정밀히 달아 20 mL 헤드스페이스용 바이알에 넣고 N,N-디메틸아세트아미드 5.1 mL, 내부표준용액 0.2 mL, 마그네틱바를 넣고 밀전한 다음 표준용액과 동일하게 처리한 액을 시험용액으로 한다.

마. 시험조작

1) 기체크로마토그래프/질량분석기 측정조건

- 칼럼 : PLOT Q 캐필러리 칼럼(0.32 mm I.D. × 30 m, 20 μ m), DB-624(0.25 mm I.D. × 30 m, 1.4 μ m)또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40°C에서 2분간 유지하고 분당 10°C씩 온도를 높여 200°C에 도달하도록 한 후 5분간 유지한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 주입부온도 : 240°C
- 주입방식 : 스플릿(10 : 1)
- 검출기 : 질량분석기(질량수 : 62(정량), 61, 64(확인), 내부표준물질 : 42)

- 이온화방법 : EI mode
- 이온화전압 : 70 eV
- 운반기체 : 헬륨(유속 : 분당 1 mL)

2) 정성시험

시험용액 및 표준용액 각각의 바이알 헤드스페이스 부분에 가스타이트 주사기를 꽂아 기체 0.5 mL씩을 취하여 가) 기체크로마토그래프/질량분석기 측정조건에 따라 기체크로마토그래피/질량분석을 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출 시간과 표준용액 크로마토그램의 염화비닐 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 염화비닐 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 표준용액 크로마토그램의 1-클로로프로판 피크면적에 대한 염화비닐 피크면적의 비를 구하여 다음 식에 따라 시료 중 염화비닐 함량을 구한다.

$$\text{함량(mg/kg)} = w \times \frac{R_t}{R_s} \times \frac{1}{\text{시료의 채취량(g)}}$$

w : 표준용액 중 염화비닐 양(μ g)

R_t : 시험용액 크로마토그램의 1-클로로프로판 피크면적에 대한 염화비닐 피크면적의 비

R_s : 표준용액 크로마토그램의 1-클로로프로판 피크면적에 대한 염화비닐 피크면적의 비

2-17 디부틸주석화합물 시험법

가. 분석원리

폴리염화비닐에 잔류하는 디부틸주석화합물을 산성 조건 하에서 아세톤·헥산 혼합액[3:7(v/v)]으로 추출한 후 테트라에틸붕산나트륨으로 유도체화하여 기체크로마토그래프/질량분석기로 측정한다.

나. 장치

기체크로마토그래프/질량분석기

다. 시약 및 시액

1) 테트라에틸붕산나트륨시액

테트라에틸붕산나트륨(sodium tetraethylborate)을 물에 녹여 20 mg/mL의 농도가 되도록 조제한 액을 테트라에틸붕산나트륨시액으로 한다. 사용 시 조제한다.

2) 초산·초산나트륨완충액

초산 12 g을 물에 녹여 100 mL로 한 액과 초산나트륨 16.4 g을 물에 녹여 100 mL로 한 액을 3:7(v/v)로 혼합한 액을 초산·초산나트륨완충액으로 한다.

라. 표준용액

이염화디부틸주석(dibutyltin dichloride) 100 mg을 정밀히 달아 아세톤 50 mL 및 염산 2~3방울을 가하여 녹인 후 다시 아세톤을 가하여 100 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 1000 mL 메스플라스크에 넣고 n-헥산 100 mL 및 염산 2~3방울을 가하여 혼합한 후 다시 n-헥산을 가하여 1,000 mL로 한 액을 표준용액으로 한다(1 µg/mL).

마. 시험용액의 조제

시료를 5×5 mm 이하로 잘게 잘라 0.5 g을 정밀히 달아 플라스크에 넣고 아세톤·헥산혼합액[3:7(v/v)] 20 mL 및 염산 1방울을 가하여 마개를 막고 약 40℃로 유지하면서 때때로 흔들어 주면서 하룻밤 방치한다. 식힌 다음 이 액을 여과하여 여액 및 세액을 합하고 감압농축기로 40℃ 이하에서 약 1 mL 까지 농축한다. 이 액 전량을 헥산을 사용하여 25 mL 메스플라스크에 옮기고 헥산을 가하여 25 mL로 한다. 필요하면 이 액을 2,500 rpm으로 10분간 원심분리한 상등액을 시험용액으로 한다.

바. 시험조작

1) 기체크로마토그래프/질량분석기 측정조건

- 칼럼 : DB-5 캐필러리 칼럼(0.25 mm I.D. × 30 m, 0.25 μm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 70℃에서 3분간 유지하고 분당 10℃씩 온도를 높여 280℃에 도달하도록 한 후 10분간 유지한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 주입부온도 : 240℃
- 주입방식 : 스플릿(10 : 1)
- 검출기 : 질량분석기(질량수 : 263(정량), 207, 235(확인))
- 이온화방법 : EI mode
- 이온화전압 : 70 eV
- 운반기체 : 헬륨(유속 : 분당 1 mL)

2) 정성시험

시험용액 및 표준용액 2 mL씩을 취하여 각각 20 mL 유리제 바이알에 넣고 각각에 초산·초산나트륨완충액 5 mL 및 테트라에틸붕산나트륨시액 1 mL를 넣고 잘 밀봉한다. 밀봉한 각 바이알을 20분간 격렬히 흔들어 섞어준 후 실온에서 1시간 정치한 다음 헥산층을 분취한다. 이를 각각 1 μL씩 사용하여 1) 기체크로마토그래프/질량분석기 측정조건에 따라 기체크로마토그래피/질량분석을 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 디부틸주석화합물 유도체 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 디부틸주석화합물 유도체 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻은 시험결과를 토대로 시험용액 및 표준용액 크로마토그램의 디부틸주석화합물 유도체 피크면적을 측정하여 다음 계산식에 따라 시료 중 디부틸주석화합물의 함량을 구한다.

$$\text{함량(mg/kg)} = c \times \frac{A_t}{A_s} \times \frac{25(\text{mL})}{\text{시료의 채취량(g)}}$$

c : 표준용액의 디부틸주석표준용액의 농도(μg/mL)

A_t : 시험용액 크로마토그램의 디부틸주석화합물 유도체 피크면적

A_s : 표준용액 크로마토그램의 디부틸주석화합물 유도체 피크면적

2-18 크레졸인산에스테르 시험법

가. 분석원리

폴리염화비닐에 잔류하는 크레졸인산에스테르를 아세토니트릴로 추출한 후 액체 크로마토그래프로 측정한다.

나. 장치

액체크로마토그래프

다. 표준용액

크레졸인산에스테르[tricresyl phosphate(tritolyl phosphate)] 100 mg을 정밀히 달아 아세토니트릴에 녹여 100 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 100 mL 플라스크에 넣고 아세토니트릴·물혼합액[2:1(v/v)]을 가하여 100 mL로 한 액을 표준용액으로 한다(10 µg/mL).

라. 시험용액의 조제

시료를 5×5 mm 이하로 잘게 잘라 0.5 g을 정밀히 달아 플라스크에 넣고 아세토니트릴 15 mL를 가하여 마개를 막고 약 40℃로 유지하면서 때때로 흔들어 주면서 하룻밤 방치한다. 식힌 다음 이 액을 여과하여 여액 및 세액을 합하고 아세토니트릴을 가하여 25 mL로 한 액을 아세토니트릴 추출액으로 한다. 미리 아세토니트릴 5 mL 및 아세토니트릴·물혼합액[1:1(v/v)] 5 mL를 각각 통과시켜 활성화시킨 C₁₈ 카트리지에 아세토니트릴 추출액 5 mL와 물 5 mL를 혼합한 액을 서서히 주입한다. 이어서 아세토니트릴·물혼합액[2:1(v/v)]으로 서서히 용출시킨 액 10 mL를 취하여 시험용액으로 한다.

마. 시험조작

1) 액체크로마토그래프 측정조건

- 칼럼 : C₁₈(4.6 mm I.D. × 250 mm, 5 µm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃
- 검출기 : 자외부흡광검출기(파장 : 264 nm)
- 이동상 : 물:아세토니트릴(1:2)
- 유속 : 분당 1 mL

2) 정성시험

시험용액 및 표준용액을 각각 20 µL씩 사용하여 1) 액체크로마토그래프 측정조건에

따라 액체크로마토그래피를 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 크레졸인산에스테르 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 크레졸인산에스테르 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 표준용액 크로마토그램의 크레졸인산에스테르 피크면적을 측정하여 다음 계산식에 따라 시료 중 크레졸인산에스테르의 함량을 구한다.

$$\text{함량(mg/kg)} = c \times \frac{A_t}{A_s} \times \frac{25(\text{mL}) \times 2}{\text{시료의 채취량(g)}}$$

c : 표준용액의 크레졸인산에스테르 농도($\mu\text{g/mL}$)

A_t : 시험용액 크로마토그램의 크레졸인산에스테르 피크면적

A_s : 표준용액 크로마토그램의 크레졸인산에스테르 피크면적

2-19 디부틸프탈레이트, 벤질부틸프탈레이트, 디에틸헥실프탈레이트, 디-n-옥틸프탈레이트, 디이소노닐프탈레이트, 디이소데실프탈레이트 및 디에틸헥실아디페이트 시험법

가. 분석원리

폴리염화비닐에서 용출되는 디부틸프탈레이트, 벤질부틸프탈레이트, 디에틸헥실프탈레이트, 디-n-옥틸프탈레이트, 디이소노닐프탈레이트, 디이소데실프탈레이트 및 디에틸헥실아디페이트를 기체크로마토그래프/질량분석으로 측정한다.

나. 장치

기체크로마토그래프/질량분석기

다. 표준용액

1) 표준원액

디부틸프탈레이트(di-n-butyl phthalate, DBP) 30 mg, 벤질부틸프탈레이트(benzyl-n-butyl phthalate, BBP) 3,000 mg, 디에틸헥실프탈레이트[di-(2-ethylhexyl) phthalate, DEHP] 150 mg, 디-n-옥틸프탈레이트(di-n-octyl phthalate, DNOP) 500 mg, 디이소노닐프탈레이트(diisononyl phthalate, DINP) 900 mg, 디이소데실프탈레이트(diisodecyl phthalate, DIDP) 900 mg 및 디에틸헥실아디페이트[di-(2-ethylhexyl) adipate, DEHA] 1,800 mg을 정밀히 달아 각각 아세톤에 녹여 100 mL로 한 액을 각각의 표준원액으로 한다.

2) 혼합표준용액

각 표준원액(디부틸프탈레이트, 벤질부틸프탈레이트, 디에틸헥실프탈레이트, 디-n-옥틸프탈레이트 및 디에틸헥실아디페이트 표준원액) 5 mL씩을 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣은 다음 아세톤을 가하여 100 mL로 한다. 다시 이 액 2 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 아세톤을 가하여 100 mL로 한 액을 혼합표준용액으로 한다(디부틸프탈레이트 0.3 µg/mL, 벤질부틸프탈레이트 30 µg/mL, 디에틸헥실프탈레이트 1.5 µg/mL, 디-n-옥틸프탈레이트 5.0 µg/mL 및 디에틸헥실아디페이트 18 µg/mL).

3) 디이소노닐프탈레이트표준용액

디이소노닐프탈레이트표준원액 5 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣은 다음 아세톤을 가하여 100 mL로 한다. 다시 이 액 2 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 아세톤을 가하여 100 mL로 한 액을 디이소노닐프탈레이트표준용액으로 한다(9 µg/mL).

4) 디이소데실프탈레이트표준용액

디이소데실프탈레이트표준원액 5 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 아세톤을 가하여 100 mL로 한다. 이 액 2 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 아세톤을 가하여 100 mL로 한 액을 디이소데실프탈레이트표준용액으로 한다 (9 µg/mL).

라. 시험용액의 조제

- 1) 유지 또는 지방성식품을 함유하는 식품과 접촉하여 사용하는 기구 및 용기·포장의 경우

n-헵탄을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다. 따로, 시료 대신 n-헵탄을 사용하여 동일하게 조작하여 얻은 액을 공시험용액으로 한다. 다만, 용출시험에 사용하는 유리기구(는) 미리 침출용액인 n-헵탄으로 세정하거나 또는 180~200℃에서 수 시간 가열한 것을 사용한다. 또한 침출용액인 n-헵탄은 디에틸헥실프탈레이트 등에 오염된 경우가 있으므로 사용 전에 오염여부를 확인한 후 사용한다.

- 2) 유지 또는 지방성식품을 함유하는 식품 이외의 식품과 접촉하여 사용하는 기구 및 용기·포장의 경우

다음 표 제1란에 있는 식품과 접촉하여 사용하는 기구 및 용기·포장은 각각 제2란에 있는 용매를 침출용액으로 사용하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액 25 mL를 분액여두에 옮겨 아세톤·헥산혼합액[1:1(v/v)] 50 mL를 가하여 5분간 격렬하게 진탕한 후 정치하여 아세톤·헥산층을 250 mL 플라스크에 옮긴다. 남은 여액에 아세톤·헥산혼합액 50 mL를 가하고 위와 동일하게 2회 조작하여 아세톤·헥산층을 위의 플라스크에 합하여 감압농축한 후 잔류물을 아세톤에 녹여 25 mL로 한 액을 시험용액으로 한다. 따로, 시료 대신 침출용액을 사용하여 동일하게 조작하여 얻은 액을 공시험용액으로 한다. 용출시험에 사용하는 유리기구(는) 미리 침출용액으로 세정하거나 또는 180~200℃에서 수 시간 가열한 것을 사용한다. 또한 침출용액으로 사용하는 용매는 오염가능성을 배제하기 위하여 사용 전에 디에틸헥실프탈레이트 등의 오염여부를 확인한 후 사용한다. 다만, 알코올 함량이 20% 이하인 주류 및 알코올 함량이 20%를 초과하는 주류에 모두 사용되는 기구 및 용기·포장에 대해서는 50% 에탄올을 침출용액으로 사용한다.

제1란		제2란
주 류	알코올 함량이 20% 이하인 주류	20% 에탄올
	알코올 함량이 20%를 초과하는 주류	50% 에탄올
유지 또는 지방성식품을 함유하는 식품과 주류 이외의 식품	pH 5 이하인 식품	4% 초산
	pH 5를 초과하는 식품	물

마. 시험조작

1) 기체크로마토그래프/질량분석기 측정조건

- 칼럼 : DB-1701 캐필러리칼럼(0.25 mm I.D. × 30 m, 0.25 μm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 120℃에서 2분간 유지하고 분당 10℃씩 온도를 높여 280℃에 도달하도록 한 후 10분간 유지한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 주입부온도 : 240℃
- 주입방식 : 스플릿(10 : 1)
- 검출기 : 질량분석기

성분	질량수	
	정량	확인
디부틸프탈레이트(DBP)	149	223
벤질프탈레이트(BBP)	149	206
디에틸헥실프탈레이트(DEHP)	149	167
디-n-옥틸프탈레이트(DNOP)	149	279
디이소노닐프탈레이트(DINP)	293	149
디이소데실프탈레이트(DIDP)	307	149
디에틸헥실아디페이트(DEHA)	129	147

- 이온화방법 : EI mode
- 이온화전압 : 70 eV
- 운반기체 : 헬륨(유속 : 분당 1 mL)

2) 정성시험

시험용액, 혼합표준용액, 디이소노닐프탈레이트표준용액 및 디이소데실프탈레이트표준용액을 각각 1 μL씩 사용하여 1) 기체크로마토그래프 측정조건에 따라 기체크로마토그래피/질량분석을 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 혼합표준용액, 디이소노닐프탈레이트표준용액 또는 디이소데실프탈레이트표준용액 크로마토그램의 각 성분의 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 혼합표준용액, 디이소노닐프탈레이트표준용액 또는 디이소데실프탈레이트표준용액 크로마토그램의 각 성분의 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액, 혼합표준용액, 디이소노닐프탈레이트표준용액, 디이소데실프탈레이트표준용액 크로마토그램의 각 성분 피크면적을 측정하여 시험용액 중 각 성분의 양을 구한다. 따로, 공시험용액 중 각 성분의 양을 구하고 그 값을 보정해 준다.

2-20 1-헥센 및 1-옥텐 시험법

가. 분석원리

폴리에틸렌에서 용출되는 1-헥센 및 1-옥텐을 기체크로마토그래프/질량분석기로 측정한다.

나. 장치

기체크로마토그래프/질량분석기

다. 표준용액

1) 표준원액

1-헥센(1-hexene) 30 mg 및 1-옥텐(1-octene) 150 mg을 정밀히 달아 각각 디메틸아세트아미드에 녹여 100 mL로 한 액을 각각의 표준원액으로 한다.

2) 혼합표준용액

각 표준원액 1 mL씩을 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣은 다음 침출용액을 가하여 100 mL로 한 액을 혼합표준용액으로 한다(1-헥센 3 µg/mL 및 1-옥텐 15 µg/mL).

3) 내부표준용액

이소옥탄[iso-octane(2,2,4-trimethylpentane)] 50 mg을 정밀히 달아 디메틸아세트아미드에 녹여 100 mL로 한 액을 내부표준용액으로 한다(500 µg/mL).

라. 시험용액의 조제

2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따르며, 조제 시 적절한 뚜껑을 덮고 침출용액이 휘발되지 않도록 한 상태를 유지하며 30분간 용출한 후 상온에서 충분히 식힌 액을 시험용액으로 한다.

마. 시험조작

1) 기체크로마토그래프/질량분석기 측정조건

- 칼럼 : HP-1 캐필러리 칼럼(0.25 mm I.D. × 60 m, 1 µm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 60℃에서 5분간 유지하고 분당 5℃씩 온도를 높여 80℃에 도달하도록 한 후 3분간 유지한다. 다시 분당 10℃씩 온도를 높여 180℃에 도달하도록 한 후 5분간 유지한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 주입부온도 : 150℃
- 주입방식 : 스플릿(5 : 1)
- 검출기 : 질량분석기(질량수 : 1-헥센 : 56, 84, 1-옥텐 : 70, 112, 이소옥탄 : 41, 57)

- 이온화방법 : EI mode
- 이온화전압 : 70 eV
- 운반기체 : 헬륨(유속 : 분당 1 mL)

2) 정성시험

가) n-헵탄을 침출용액으로 하는 경우

시험용액 및 혼합표준용액 각각 1 μ L씩을 사용하여 1) 기체크로마토그래프/질량분석기 측정조건에 따라 기체크로마토그래피/질량분석을 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 혼합표준용액 크로마토그램의 1-헵센 또는 1-옥텐의 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

나) 물, 4% 초산, 20% 에탄올 또는 50% 에탄올을 침출용액으로 하는 경우

시험용액 및 혼합표준용액 5 mL씩을 취하여 각각 20 mL 유리제 바이알에 넣고 각 액에 내부표준용액 50 μ L씩과 마그네틱바를 넣고 잘 밀봉한다. 밀봉한 각 바이알을 70℃로 유지하면서 40분간 일정한 속도로 교반하여 내부를 안정화시킨다. 각 바이알의 헤드스페이스 부분에 가스타이트 주사기를 꽂아 기체 0.5 mL를 취하여 1) 기체크로마토그래프/질량분석기 측정조건에 따라 기체크로마토그래피/질량분석을 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 혼합표준용액 크로마토그램의 1-헵센 또는 1-옥텐의 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 혼합표준용액 크로마토그램의 1-헵센 또는 1-옥텐 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

가) n-헵탄을 침출용액으로 하는 경우

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 혼합표준용액 크로마토그램의 1-헵센 또는 1-옥텐 피크면적을 측정하여 시험용액 중 1-헵센 또는 1-옥텐의 양을 구한다.

나) 물, 4% 초산, 20% 에탄올 또는 50% 에탄올을 침출용액으로 하는 경우

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 혼합표준용액 크로마토그램의 이소옥탄 피크면적에 대한 1-헵센 또는 1-옥텐 피크면적의 비를 구하여 시험용액 중 1-헵센 또는 1-옥텐의 양을 구한다.

2-21 휘발성물질 시험법

가. 분석원리

폴리스티렌, 아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌 공중합체, 아크릴로니트릴-스티렌 공중합체, 폴리메타크릴스티렌, 폴리페닐렌에테르, 메틸메타크릴레이트-아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌 공중합체에 잔류하는 스티렌, 톨루엔, 에틸벤젠, 이소프로필벤젠 및 n-프로필벤젠을 테트라하이드로퓨란으로 추출한 후 기체크로마토그래프로 측정한다.

나. 장치

기체크로마토그래프

다. 표준용액

1) 혼합표준원액

스티렌(styrene), 톨루엔(toluene), 에틸벤젠(ethyl benzene), 이소프로필벤젠(iso-propyl benzene) 및 n-프로필벤젠(n-propyl benzene) 50 mg씩을 각각 정밀히 달아 테트라하이드로퓨란에 녹여 100 mL로 한 액을 혼합표준원액으로 한다.

2) 혼합표준용액

혼합표준원액 1 mL, 2 mL, 3 mL, 4 mL 및 5 mL씩을 취하여 각각 20 mL 메스플라스크에 넣고 각 액에 내부표준용액 1 mL씩을 가한 후 테트라하이드로퓨란을 가하여 20 mL씩으로 한 액을 각 혼합표준용액으로 한다(스티렌, 톨루엔, 에틸벤젠, 이소프로필벤젠, n-프로필벤젠 각각에 대하여 25 µg/mL, 50 µg/mL, 75 µg/mL, 100 µg/mL 및 125 µg/mL).

3) 내부표준용액

싸이클로펜탄올(cyclopentanol) 1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 테트라하이드로퓨란을 가하여 100 mL로 한다. 이 액 10 mL를 취하여 테트라하이드로퓨란을 가하여 100 mL로 한 액을 내부표준용액으로 한다.

라. 시험용액의 조제

시료를 5×5 mm 이하로 잘게 잘라 0.5 g을 정밀히 달아 20 mL 메스플라스크에 넣고 테트라하이드로퓨란을 적당량 가한다. 시료가 녹은 다음 내부표준용액 1 mL를 가해 주고 테트라하이드로퓨란을 가하여 20 mL로 한 액을 시험용액으로 한다. 필요시 원심분리하여 상등액을 사용한다.

마. 시험조작

1) 기체크로마토그래프 측정조건

- 칼럼 : DB-Wax 캐필러리 칼럼(0.25 mm I.D. × 30 m, 0.25 μm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃에서 3분간 유지하고 분당 5℃씩 온도를 높여 150℃에 도달하도록 한 후 5분간 유지한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 주입부온도 : 240℃
- 주입방식 : 스플릿리스
- 검출기 : 불꽃이온화검출기
- 검출기온도 : 280℃
- 운반기체 : 질소 또는 헬륨(유속 : 분당 0.7 mL)

2) 검량선의 작성

각 혼합표준용액 1 μL씩 사용하여 1) 기체크로마토그래프 측정조건에 따라 기체크로마토그래피를 행하고, 얻어진 크로마토그램으로부터 스티렌, 톨루엔, 에틸벤젠, 이소프로필벤젠 또는 n-프로필벤젠의 각 피크면적과 싸이클로펜탄올의 피크면적과의 비를 구하고 이를 각 성분의 농도에 대하여 플롯(plot)하여 각각의 검량선을 작성한다.

3) 시험

시험용액 1 μL를 사용하여 2) 검량선의 작성의 경우와 동일한 방법으로 기체크로마토그래피를 행하고, 얻어진 크로마토그램으로부터 스티렌, 톨루엔, 에틸벤젠, 이소프로필벤젠 또는 n-프로필벤젠 피크면적과 싸이클로펜탄올의 피크면적과의 비를 구한다. 미리 작성한 각각의 검량선을 이용하여 시험용액 중 스티렌, 톨루엔, 에틸벤젠, 이소프로필벤젠 또는 n-프로필벤젠의 농도를 구하고 다음의 계산식에 따라 시료 중 각 성분의 함량을 구한다.

$$\text{함량(mg/kg)} = \frac{\text{각 성분의 농도}(\mu\text{g/mL}) \times 20(\text{mL})}{\text{시료의 채취량(g)}}$$

2-22 염화비닐리덴 시험법

가. 분석원리

폴리염화비닐리덴에 잔류하는 염화비닐리덴을 N,N-디메틸아세트아미드로 추출한 후 기체크로마토그래프/질량분석기로 측정한다.

나. 장치

기체크로마토그래프/질량분석기

다. 표준원액

염화비닐리덴(vinylidene chloride) 표준품을 N,N-디메틸아세트아미드에 녹여 6 µg/mL의 농도가 되도록 한 액을 염화비닐리덴표준원액으로 한다.

라. 내부표준용액

1-클로로프로판(1-chloropropane) 50 mg을 정밀히 달아 N,N-디메틸아세트아미드에 녹여 100 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 N,N-디메틸아세트아미드를 가하여 100 mL로 한 액을 내부표준용액으로 한다(5 µg/mL).

마. 시험조작

1) 기체크로마토그래프/질량분석기 측정조건

- 칼럼 : PLOT Q 캐필러리 칼럼(0.32 mm I.D. × 30 m, 20 µm), DB-624(0.25 mm I.D. × 30 m, 1.4 µm)또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃에서 2분간 유지하고 분당 10℃씩 온도를 높여 200℃에 도달하도록 한 후 5분간 유지한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 주입부온도 : 240℃
- 주입방식 : 스플릿(10:1)
- 검출기 : 질량분석기(질량수 : 61(정량), 96, 98(확인), 내부표준물질 : 42)
- 이온화방법 : EI mode
- 이온화전압 : 70 eV
- 운반기체 : 헬륨(유속 : 분당 1 mL)

2) 정성시험

시료를 5×5 mm 이하로 잘게 자른 다음 0.5 g을 정밀히 달아 20 mL 헤드스페이스용 바이알에 넣고 N,N-디메틸아세트아미드 5.5 mL, 내부표준용액 0.2 mL, 마그네틱바를 넣고 밀전한 다음 90℃로 유지하면서 30분간 일정한 속도로 교반하여 내부를

안정화시킨 액을 시험용액으로 한다. 따로, 별도의 20 mL 헤드스페이스용 바이알에 N,N-디메틸아세트아미드 5 mL, 표준원액 0.5 mL 및 내부표준용액 0.2 mL를 넣고 밀전한 다음 시험용액과 동일하게 처리한 액을 표준용액으로 한다. 시험용액 및 표준용액 각각의 바이알 헤드스페이스 부분에 가스타이트 주사기를 꽂아 기체 0.5 mL씩을 취하여 1) 기체크로마토그래프/질량분석기 측정조건에 따라 기체크로마토그래프/질량분석을 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 염화비닐리덴 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 염화비닐리덴 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 표준용액 크로마토그램의 1-클로로프로판 피크면적에 대한 염화비닐리덴 피크면적의 비를 구하여 다음 식에 따라 시료 중 염화비닐리덴 함량을 구한다.

$$\text{함량(mg/kg)} = w \times \frac{R_t}{R_s} \times \frac{1}{\text{시료의 채취량(g)}}$$

w : 표준용액 중 염화비닐리덴 양(μg)

R_t : 시험용액 크로마토그램의 1-클로로프로판 피크면적에 대한 염화비닐리덴 피크면적의 비

R_s : 표준용액 크로마토그램의 1-클로로프로판 피크면적에 대한 염화비닐리덴 피크면적의 비

2-23 바륨 시험법

가. 분석원리

폴리염화비닐리덴에서 용출되는 바륨을 원자흡광광도기, 유도결합플라즈마 발광강도측정기 또는 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정한다.

나. 장치

원자흡광광도기, 유도결합플라즈마 발광강도측정기 또는 유도결합플라즈마/질량분석기

다. 표준용액

질산바륨(barium nitrate) 190.3 mg을 정밀히 달아 0.1 M 질산에 녹여 100 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 1,000 mL 용량플라스크에 넣고 4% 초산을 가하여 1,000 mL로 한 액을 표준용액으로 한다($1.0 \mu\text{g/mL}$). 다만, 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정할 경우 측정에 적절한 농도가 되도록 4% 초산으로 희석하여 사용한다.

라. 시험용액의 조제

4% 초산을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

마. 시험조작

시험용액과 표준용액에 대해 2-11 원자흡광광도법(파장 : 553.6 nm), 2-12 유도결합플라즈마 발광강도측정법(파장 455.4 nm) 또는 유도결합플라즈마/질량분석법(m/z 137.9)에 따라 시험하여 시험용액 중 바륨의 양을 구한다.

2-24 게르마늄 시험법

가. 분석원리

폴리에틸렌테레프탈레이트에서 용출되는 게르마늄을 원자흡광광도기, 유도결합플라즈마 발광강도측정기 또는 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정한다.

나. 장치

원자흡광광도기, 유도결합플라즈마 발광강도측정기 또는 유도결합플라즈마/질량분석기

다. 표준용액

이산화게르마늄(germanium dioxide) 144 mg을 백금제 도가니에 넣고 탄산나트륨 1 g을 첨가하여 충분히 혼합하여 가열해서 녹이고 냉각 후 물을 넣어 녹인다. 염산을 넣어 중화한 후 1 mL 이상의 염산을 넣고 여기에 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 4% 초산을 가하여 100 mL로 한다. 다시 이 액 10 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 4% 초산을 가하여 100 mL로 한 액을 표준용액으로 한다($1.0 \mu\text{g/mL}$). 다만, 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정할 경우 측정에 적절한 농도가 되도록 4% 초산으로 희석하여 사용한다.

라. 시험용액의 조제

4% 초산을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다. 다만, 유도결합플라즈마 발광강도측정법을 사용할 경우 용출용액 200 mL를 비이커에 옮기고 증발시켜 20 mL로 한 액을 시험용액으로 한다.

마. 시험조작

시험용액과 표준용액에 대해 2-11 원자흡광광도법(파장 265.2 nm), 2-12 유도결합플라즈마 발광강도측정법(파장 265.1 nm) 또는 유도결합플라즈마/질량분석법(m/z 73.9)에 따라 시험하여 시험용액 중 게르마늄의 양을 구한다. 단, 농축배수 10을 보정해준다(유도결합플라즈마/질량분석법을 사용한 경우는 보정하지 않음)

2-25 테레프탈산 및 이소프탈산 시험법

가. 분석원리

폴리에틸렌테레프탈레이트, 폴리부틸렌테레프탈레이트, 폴리부틸렌아디페이트테레프탈레이트, 폴리아릴레이트, 폴리시클로헥산-1,4-디메틸렌테레프탈레이트, 경화 폴리에스터수지에서 용출되는 테레프탈산 및 이소프탈산을 액체크로마토그래프로 측정한다.

나. 장치

액체크로마토그래프

다. 혼합표준용액

테레프탈산(terephthalic acid) 75 mg 및 이소프탈산(isophthalic acid) 50 mg을 정밀히 달아 1 N 수산화나트륨 용액 2 mL를 가하여 녹인 후 다시 50% 아세토니트릴을 가하여 100 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 50% 아세토니트릴을 가하여 100 mL로 한 액을 혼합표준용액으로 한다(테레프탈산 7.5 µg/mL 및 이소프탈산 5.0 µg/mL).

라. 시험용액의 조제

2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다. 다만, 침출용액으로 n-헵탄을 사용하여 조제한 시험용액의 경우 시험용액 10 mL를 취하여 감압 농축한 후 잔류물을 1 N 수산화나트륨 용액 200 µL에 녹인 후 50% 아세토니트릴을 가하여 10 mL로 한 액을 최종 시험용액으로 한다.

마. 시험조작

1) 액체크로마토그래프 측정조건

- 칼럼 : C₁₈(4.6 mm I.D. × 250 mm, 5 µm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃
- 검출기 : 자외부흡광검출기(파장 : 230 nm)
- 이동상 : A : 물 1 L에 인산 2.5 mL를 가한 액
B : 95% 아세토니트릴 1 L에 인산 2.5 mL를 가한 액
- 농도기울기 : A : B(100 : 0)에서 A : B(0 : 100)까지의 직선 농도기울기를 20분간 실시한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 유속 : 분당 1 mL

2) 정성시험

시험용액 및 혼합표준용액을 각각 10 μ L씩 사용하여 1) 액체크로마토그래프 측정 조건에 따라 액체크로마토그래피를 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출 시간과 혼합표준용액 크로마토그램의 테레프탈산 또는 이소프탈산 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 혼합표준용액 크로마토그램의 테레프탈산 또는 이소프탈산 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 혼합표준용액 크로마토그램의 테레프탈산 또는 이소프탈산 피크면적을 측정하여 시험용액 중 테레프탈산 또는 이소프탈산의 양을 구한다.

2-26 페놀 시험법

가. 분석원리

페놀수지, 멜라민수지, 요소수지, 고무제에서 용출되는 페놀을 액체크로마토그래프로 측정한다.

나. 장치

액체크로마토그래프

다. 표준용액

페놀(phenol) 50 mg을 정밀히 달아 4% 초산에 녹여 100 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 4% 초산을 가하여 100 mL로 한 액을 표준용액으로 한다(5 µg/mL).

라. 시험용액의 조제

4% 초산을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

마. 시험조작

1) 액체크로마토그래프 측정조건

- 칼럼 : C₁₈(4.6 mm I.D. × 250 mm, 5 µm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃
- 검출기 : 형광검출기(여기파장 : 275 nm, 형광파장 : 300 nm)
- 이동상 : A : 물, B : 아세토니트릴
- 농도기울기 : A : B(100 : 0)에서 A : B(0 : 100)까지 직선 농도기울기를 30분간 실시한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 유속 : 분당 1 mL

2) 정성시험

시험용액 및 표준용액을 각각 10 µL씩 사용하여 1) 액체크로마토그래프 측정조건에 따라 액체크로마토그래피를 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 페놀 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 페놀 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 표준용액 크로마토그램의 페놀 피크면적을 측정하여 시험용액 중 페놀의 양을 구한다.

2-27 포름알데히드 시험법

가. 분석원리

페놀수지, 멜라민수지, 요소수지, 폴리아세탈, 폴리락타이드, 부틸렌숙시네이트-아디페이트 공중합체 및 부틸렌숙시네이트 공중합체, 고무제, 종이제, 전분제에서 용출되는 포름알데히드를 액체크로마토그래프로 측정한다.

나. 장치

액체크로마토그래프

다. 시약 및 시액

1) 2,4-디니트로페닐하이드라진 인산액

2,4-디니트로페닐하이드라진(2,4-dinitrophenylhydrazine, DNPH) 4 g을 정밀히 달아 에탄올 30 mL에 녹이고 인산을 가하여 100 mL로 한 액을 2,4-디니트로페닐하이드라진 인산 원액으로 한다. 원액 1 mL에 물 1 mL 및 아세트니트릴 8 mL를 가한 액을 2,4-디니트로페닐하이드라진 인산액으로 한다.

라. 표준용액

포름알데히드(formaldehyde)를 4% 초산에 녹여 4 $\mu\text{g/mL}$ 의 농도가 되도록 한 액을 포름알데히드표준용액으로 한다. 다만, 종이제의 경우 포름알데히드를 물에 녹여 4 $\mu\text{g/mL}$ 의 농도가 되도록 한 액을 포름알데히드 표준용액으로 한다.

마. 시험용액의 조제

4% 초산을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다. 다만, 종이제에 대해서는 물을 침출용액으로 한다.

바. 유도체화

시험용액 및 표준용액 0.7 mL씩을 각각 취하여 2 mL 바이알에 넣고, 2,4-디니트로페닐하이드라진 인산액 0.1 mL를 가한 후 밀봉하여 흔들어 준다. 상온에서 30분 방치한 후 아세트니트릴 0.7 mL를 가한다.

사. 시험조작

1) 액체크로마토그래프 측정조건

- 칼럼 : C_{18} (4.6 mm I.D. $\times$ 250 mm, 5 μm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40 $^{\circ}\text{C}$

- 검출기 : 자외부흡광검출기(파장 : 354 nm)
- 이동상 : 55% 아세토니트릴
- 유속 : 분당 1 mL

2) 정성시험

바. 유도체화에 따라 처리한 시험용액 및 표준용액을 각각 10 μ L씩 사용하여 1) 액체크로마토그래프 측정조건에 따라 액체크로마토그래피를 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 포름알데히드 유도체 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 포름알데히드 유도체 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 표준용액 크로마토그램의 포름알데히드 유도체 피크면적을 측정하여 시험용액 중 포름알데히드의 양을 구한다.

2-28 멜라민 시험법

가. 분석원리

멜라민수지에서 용출되는 멜라민을 액체크로마토그래프로 측정한다.

나. 장치

액체크로마토그래프

다. 시약 및 시액

1) 0.1 M 인산완충액

0.1 M 인산이수소칼륨(potassium dihydrogen phosphate)용액에 인산을 가하여 pH 3.0으로 한 액을 0.1 M 인산완충액으로 한다.

라. 표준용액

멜라민[melamine(2,4,6-triamino-1,3,5-triazine)] 100 mg을 정밀히 달아 물에 녹여 100 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 10 mL를 메스플라스크에 넣고 0.1M 인산완충액을 가하여 10 mL로 한다. 다시 이 액 2.5 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 0.1 M 인산완충액을 가하여 100 mL로 한 액을 표준용액으로 한다 (2.5 µg/mL).

마. 시험용액의 조제

4% 초산을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

바. 시험조작

1) 액체크로마토그래프 측정조건

- 칼럼 : C₁₈(4.6 mm I.D. × 250 mm, 5 µm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃
- 검출기 : 자외부흡광검출기(파장 : 235 nm)
- 이동상 : 0.1M 인산완충액(pH 3.0)
- 유속 : 분당 0.8 mL

2) 정성시험

시험용액 및 표준용액을 각각 10 µL씩 사용하여 1) 액체크로마토그래프 측정조건에 따라 액체크로마토그래피를 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준

용액 크로마토그램의 멜라민 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 멜라민 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 표준용액 크로마토그램의 멜라민 피크면적을 측정하여 시험용액 중 멜라민의 양을 구한다.

2-29 메틸메타크릴레이트 시험법

가. 분석원리

아크릴수지, 폴리메타크릴스티렌, 메틸메타크릴레이트-아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌 공중합체에서 용출되는 메틸메타크릴레이트를 기체크로마토그래프로 측정한다.

나. 장치

기체크로마토그래프

다. 표준용액

메틸메타크릴레이트(methyl methacrylate) 60 mg을 정밀히 달아 20% 에탄올에 녹여 100 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 20% 에탄올을 가하여 100 mL로 한 액을 표준용액으로 한다(6 µg/mL).

라. 시험용액의 조제

20% 에탄올을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

마. 시험조작

1) 기체크로마토그래프 측정조건

- 칼럼 : DB-1 캐필러리 칼럼(0.25 mm I.D. × 60 m, 0.25 µm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃에서 10분간 유지하고 분당 10℃씩 온도를 높여 180℃에 도달하도록 한 후 5분간 유지한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 주입부온도 : 200℃
- 주입방식 : 스플릿리스
- 검출기 : 불꽃이온화검출기
- 검출기온도 : 250℃
- 운반기체 : 질소 또는 헬륨(유속 : 분당 1 mL)

2) 정성시험

시험용액 및 표준용액을 각각 2 µL씩 사용하여 1) 기체크로마토그래프 측정조건에 따라 기체크로마토그래피를 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 메틸메타크릴레이트 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 메틸메타크릴레이트 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 표준용액 크로마토그램의 메틸메타크릴레이트 피크면적을 측정하여 시험용액 중 메틸메타크릴레이트의 양을 구한다.

2-30 카프로락탐 및 라우로락탐 시험법

가. 분석원리

폴리아미드에서 용출되는 카프로락탐 및 라우로락탐을 기체크로마토그래프로 측정한다.

나. 장치

기체크로마토그래프

다. 표준원액

카프로락탐(caprolactam) 150 mg 및 라우로락탐(lauro lactam) 50 mg을 정밀히 달아 각각 에테르에 녹여 100 mL로 한 액을 각각의 표준원액으로 한다.

라. 혼합표준용액

각 표준원액 1 mL 씩을 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣은 다음 에테르를 가하여 100 mL로 한 액을 혼합표준용액으로 한다(카프로락탐 15 µg/mL 및 라우로락탐 5 µg/mL).

마. 시험용액의 조제

20% 에탄올을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액 50 mL를 분액여두에 옮겨 에테르 20 mL를 가하여 격렬하게 진탕한 후 정치하여 에테르 층을 50 mL 메스플라스크에 옮긴다. 남은 여액에 에테르 20 mL를 가하고 위와 동일하게 조작하여 에테르 층을 위의 메스플라스크에 합한 후 에테르를 가하여 50 mL로 한 액을 시험용액으로 한다.

바. 시험조작

1) 기체크로마토그래프 측정조건

- 칼럼 : DB-5 캐필러리 칼럼(0.25 mm I.D. × 30 m, 0.25 µm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 80℃에서 2분간 유지하고 분당 10℃씩 온도를 높여 240℃에 도달하도록 한 후 2분간 유지한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 주입부온도 : 220℃
- 주입방식 : 스플릿(10:1)
- 검출기 : 불꽃이온화검출기
- 검출기온도 : 240℃

- 운반기체 : 질소 또는 헬륨(유속 : 분당 1 mL)

2) 정성시험

시험용액 및 혼합표준용액을 각각 2 μ L씩 사용하여 1) 기체크로마토그래프 측정 조건에 따라 기체크로마토그래피를 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출 시간과 혼합표준용액 크로마토그램의 카프로락탐 및 라우로락탐 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 혼합표준용액 크로마토그램의 카프로락탐 및 라우로락탐 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 혼합표준용액 크로마토그램의 카프로락탐 및 라우로락탐 피크면적을 측정하여 시험용액 중 카프로락탐 및 라우로락탐의 양을 구한다.

2-31 일차방향족아민(아닐린, 4,4'-메틸렌디아닐린, 2,4-톨루엔디아민에 한함) 시험법

가. 분석원리

폴리아미드, 폴리우레탄, 에폭시수지에서 용출되는 일차방향족아민(아닐린, 4,4'-메틸렌디아닐린, 2,4-톨루엔디아민)을 액체크로마토그래프/질량분석기/질량분석기로 측정한다.

나. 장치

액체크로마토그래프/질량분석기/질량분석기

다. 표준용액

1) 표준원액

아닐린(aniline), 4,4'-메틸렌디아닐린(4,4'-methylenedianiline), 2,4-톨루엔디아민(2,4-toluenediamine) 10 mg을 정밀히 달아 각각 4% 초산에 녹여 100 mL로 한 액을 각각의 표준원액으로 한다.

2) 혼합표준원액

각 표준원액 1 mL씩을 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣은 다음 4% 초산을 가하여 100 mL로 한 액을 혼합표준원액으로 한다(1 µg/mL).

3) 혼합표준용액

혼합표준원액 1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 4% 초산을 가하여 100 mL로 한 액을 혼합표준용액으로 한다(0.01 µg/mL).

라. 시험용액의 조제

4% 초산을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

마. 시험조작

1) 액체크로마토그래프/질량분석기/질량분석기 측정조건

- 칼럼 : C₁₈(2 mm I.D. × 150 mm, 3 µm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃
- 검출기 : 질량분석기

- Ionization : ESI(positive)
- Capillary Temperature : 330℃
- Collision gas : Ar
- 특이이온

	Precursor Ion (m/z)	Fragment Ion (m/z)
아닐린	94	51, 77
4,4'-메틸렌디아닐린	199	106, 182, 165
2,4-톨루엔디아민	123	106, 108

필요에 따라 적절히 조절한다.

- 이동상 : A : 4.7 mM 펜타플루오로프로피온산을 포함하는 수용액
B : 4.7 mM 펜타플루오로프로피온산을 포함하는 메탄올 용액
- 농도기울기 : A:B(100:0)에서 A:B(0:100)까지의 직선 농도기울기를 15분간 실시하
고, A:B(0:100)으로 5분간 유지한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 유속 : 분당 0.2 mL

2) 정성시험

시험용액 및 혼합표준용액을 각각 20 μ L씩 사용하여 1) 액체크로마토그래프/질량 분석기/질량분석기 측정조건에 따라 액체크로마토그래피/질량분석을 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 혼합표준용액 크로마토그램의 각 성분의 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 혼합표준용액 크로마토그램의 아닐린, 4,4'-메틸렌디아닐린 또는 2,4-톨루엔디아민의 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 크로마토그램의 아닐린, 4,4'-메틸렌디아닐린 또는 2,4-톨루엔디아민의 피크면적을 측정하여 미리 작성한 검량선을 이용하여 시험용액 중 아닐린, 4,4'-메틸렌디아닐린 또는 2,4-톨루엔디아민의 양을 구한다.

<검량선의 작성>

혼합표준원액을 단계별로 희석하고 각각 20 μ L씩 사용하여 1) 액체크로마토그래

프 측정조건에 따라 액체크로마토그래피를 행하고, 얻어진 크로마토그램으로부터 아닐린, 4,4'-메틸렌디아닐린 또는 2,4-톨루엔디아민의 피크면적을 측정한 후 이를 각 성분의 농도에 대하여 플롯(plot)하여 각각의 검량선을 작성한다.

2-32 에틸렌디아민 및 헥사메틸렌디아민 시험법

가. 분석원리

폴리아미드에서 용출되는 에틸렌디아민 및 헥사메틸렌디아민을 기체크로마토그래프로 측정한다.

나. 장치

기체크로마토그래프

다. 표준용액

1) 표준원액

에틸렌디아민(ethylenediamine) 120 mg 및 헥사메틸렌디아민(hexamethylenediamine) 24 mg을 정밀히 달아 각각 물에 녹여 100 mL로 한 액을 각각의 표준원액으로 한다.

2) 혼합표준용액

표준원액 1 mL씩을 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 물을 가하여 100 mL로 한 액을 혼합표준용액으로 한다(에틸렌디아민 12 µg/mL 및 헥사메틸렌디아민 2.4 µg/mL).

3) 내부표준용액

1,3-프로필렌디아민(1,3-propylenediamine) 25 mg을 정밀히 달아 물에 녹여 100 mL로 한 액을 내부표준용액으로 한다(250 µg/mL).

라. 시험용액의 조제

2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다. 다만, 침출용액으로 n-헵탄을 사용하여 조제한 시험용액의 경우 시험용액 50 mL를 100 mL 분액여두에 옮겨 3% 초산 25 mL를 가하여 10분간 격렬하게 진탕한 후 정치하여 3% 초산 층을 250 mL 분액여두에 옮긴다. 남은 여액에 3% 초산 25 mL를 가하고 위와 동일하게 2회 조작하여 3% 초산 층을 위의 250 mL 분액여두에 합한다. 이어서 디에틸에테르 100 mL를 가하여 진탕한 후 3% 초산 층을 취한다. 이 과정을 2회 반복한 후 3% 초산 층을 100 mL로 한 액을 최종 시험용액으로 한다.

마. 시험조작

1) 기체크로마토그래프 측정조건

- 칼럼 : HP-1 캐필러리 칼럼(0.25 mm I.D. × 30 m, 0.25 µm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 100℃에서 3분간 유지하고 분당 25℃씩 온도를 높여 270℃에 도달하도록 한 후 4분간 유지한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.

- 주입부온도 : 250℃
- 주입방식 : 스플릿(10 : 1)
- 검출기 : 불꽃이온화검출기
- 검출기온도 : 300℃
- 운반기체 : 질소 또는 헬륨(유속 : 분당 1 mL)

2) 정성시험

시험용액 및 혼합표준용액을 각각 2.5 mL씩 취한 다음 각각에 내부표준용액 0.1 mL, 3% 암모니아수 2.5 mL, 5 M 수산화나트륨용액 7.5 mL 및 톨루엔 5 mL을 가하여 혼합한다. 이 혼합액에 에틸클로로포메이트 0.25 mL를 한 방울씩 가해주면서 15분간 교반(약 1000 rpm)한 다음 정치시킨 후 상층액 1 mL를 취하여 질소 가스를 이용하여 건조시킨 후 이에 다시 톨루엔 0.5 mL를 가하여 녹인 액 1 μ L를 사용하여 1) 기체크로마토그래프 측정조건에 따라 기체크로마토그래피를 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 혼합표준용액 크로마토그램의 피크검출시간이 일치하는지 확인한다. 필요시 다음의 <측정조건>에 따라 기체크로마토그래피/질량분석을 행하고, 얻어진 질량스펙트럼으로부터 검출된 피크가 해당물질인 것을 확인한다. 에틸렌디아민의 경우 유도체의 특성이온 m/z 87, 102 및 115가 확인되어야 하며, 헥사메틸렌디아민의 경우 유도체의 특성이온 m/z 74, 102 및 130이 확인되어야 한다. 이때 내부표준물질인 1,3-프로필렌디아민 유도체는 특성이온 m/z 56, 102 및 116이 확인되어야 한다.

<측정조건>

- 칼럼 : HP-1 캐필러리 칼럼(0.25 mm I.D. $\times$ 30 m, 0.25 μ m) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼 온도 : 100℃에서 3분간 유지하고 분당 25℃씩 온도를 높여 270℃에 도달하도록 한 후 4분간 유지한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 주입부 온도 : 250℃
- 주입방식 : 스플릿(10:1)
- 검출기 : 질량분석기(스캔모드)
- 이온화 방법 : EI 모드
- 이온화 전압 : 70 eV
- 이동가스 및 유량 : 헬륨(유속 : 분당 1 mL)

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 혼합표준용액 크로마토그램의 에틸렌디아민 및 헥사메틸렌디아민 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 혼합표준용액 크로마토

그램의 1,3-프로필디아민 피크면적에 대한 에틸렌디아민 또는 헥사메틸렌디아민 피크면적의 비를 구하여 시험용액 중 에틸렌디아민 또는 헥사메틸렌디아민의 양을 구한다. 다만, 침출용액으로 n-헵탄을 사용하여 조제한 시험용액의 경우 회석배수를 보정하여 농도를 구한다.

2-33 4-메틸-1-펜텐 시험법

가. 분석원리

폴리메틸펜텐에서 용출되는 4-메틸-1-펜텐을 기체크로마토그래프/질량분석기로 측정한다.

나. 장치

기체크로마토그래프/질량분석기

다. 표준용액

1) 표준원액

4-메틸-1-펜텐(4-methyl-1-pentene)을 N,N-디메틸아세트아미드에 녹여 5 µg/mL의 농도가 되도록 한 액을 4-메틸-1-펜텐표준원액으로 한다.

2) 표준용액

4-메틸-1-펜텐표준원액 1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 침출용액을 가하여 100 mL로 한 액을 4-메틸-1-펜텐표준용액으로 한다(0.05 µg/mL).

라. 내부표준용액

1-클로로프로판(1-chloropropane)을 N,N-디메틸아세트아미드에 녹여 5 µg/mL의 농도가 되도록 한 액을 내부표준용액으로 한다.

마. 시험용액의 조제

2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

바. 시험조작

1) 기체크로마토그래프/질량분석기 측정조건

- 칼럼 : PLOT Q 캐필러리 칼럼(0.32 mm I.D. × 30 m, 20 µm), DB-624(0.25 mm I.D. × 30 m, 1.4 µm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃에서 2분간 유지하고 분당 10℃씩 온도를 높여 200℃에 도달하도록 한 후 5분간 유지한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 주입부온도 : 240℃
- 주입방식 : 스플릿(10:1)(다만, 침출용액이 n-헵탄인 경우 스플릿리스)
- 검출기 : 질량분석기(질량수 : 56(정량), 69, 84(확인), 내부표준물질 : 42)
- 이온화방법 : EI mode

- 이온화전압 : 70 eV
- 운반기체 : 헬륨(유속 : 분당 1 mL)

2) 정성시험

가) n-헵탄을 침출용액으로 하는 경우

시험용액 및 표준용액 5 mL씩을 취하여 각각 20 mL 유리제 바이알에 넣고 각 액에 내부표준용액 0.2 mL씩을 가하여 혼합한 다음 이를 각각 2 μ L씩 사용하여 1) 기체크로마토그래프/질량분석기 측정조건에 따라 기체크로마토그래프/질량분석을 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 4-메틸-1-펜텐 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

나) 물, 4% 초산, 20% 에탄올 또는 50% 에탄올을 침출용액으로 하는 경우

시험용액 및 표준용액 5 mL씩을 취하여 각각 20 mL 헤드스페이스용 바이알에 넣고 각 액에 내부표준용액 0.2 mL씩과 마그네틱바를 넣고 밀전한 다음 90℃로 유지하면서 30분간 일정한 속도로 교반하여 내부를 안정화시킨다. 시험용액 및 표준용액 각각의 바이알 헤드스페이스 부분에 가스타이트 주사기를 꽂아 기체 0.5 mL씩을 취하여 1) 기체크로마토그래프/질량분석기 측정조건에 따라 기체크로마토그래프/질량분석을 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 4-메틸-1-펜텐 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 4-메틸-1-펜텐 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 표준용액 크로마토그램의 1-클로로프로판 피크면적에 대한 4-메틸-1-펜텐 피크면적의 비를 구하여 시험용액 중 4-메틸-1-펜텐의 양을 구한다.

2-34 아민류(트리에틸아민 및 트리부틸아민에 한함) 시험법

가. 분석원리

폴리카보네이트, 에폭시수지에 잔류하는 트리에틸아민 및 트리부틸아민을 디클로로메탄으로 추출한 후 기체크로마토그래프로 측정한다.

나. 장치

기체크로마토그래프

다. 표준용액

1) 표준원액

트리에틸아민(triethylamine) 및 트리부틸아민(tributylamine) 10 mg씩을 정밀히 달아 각각 아세톤에 녹여 100 mL로 한 액을 각각의 표준원액으로 한다.

2) 혼합표준용액

표준원액 0.5 mL씩을 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣은 다음 아세톤을 가하여 100 mL로 한 액을 혼합표준용액으로 한다(각각 0.5 µg/mL).

라. 시험용액의 조제

시료를 5×5 mm 이하로 잘게 잘라 1.0 g을 정밀히 달아 200 mL의 삼각플라스크에 넣고 디클로로메탄 20 mL를 가하여 시료를 녹인 후 잘 교반하면서 아세톤 100 mL를 서서히 떨어뜨려 중합체를 석출시킨다. 3,000 rpm으로 10분간 원심분리한 후 상등액을 감압농축기를 이용하여 2 mL로 한 액을 시험용액으로 한다.

마. 시험조작

1) 기체크로마토그래프 측정조건

- 칼럼 : DB-5 캐필러리 칼럼(0.25 mm I.D. × 30 m, 0.25 µm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃에서 5분간 유지하고 분당 20℃씩 온도를 높여 250℃에 도달하도록 한 후 5분간 유지한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 주입부 온도 : 200℃
- 주입방식 : 스플릿(10 : 1)
- 검출기 : 질소·인검출기
- 검출기온도 : 250℃
- 운반기체 : 헬륨(유속 : 분당 1 mL)

2) 정성시험

시험용액 및 혼합표준용액을 각각 1 μL 씩 사용하여 1) 기체크로마토그래프 측정 조건에 따라 기체크로마토그래피를 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 혼합표준용액 크로마토그램의 트리에틸아민 및 트리부틸아민 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 혼합표준용액 크로마토그램의 트리에틸아민 또는 트리부틸아민 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 크로마토그램의 트리에틸아민 또는 트리부틸아민 피크면적을 측정하여 미리 작성한 검량선을 이용하여 시험용액 중 트리에틸아민 또는 트리부틸아민의 양을 구하고, 다음 계산식에 따라 시료 중 각 성분의 함량을 구한다.

$$\text{함량}(\text{mg/kg}) = \frac{\text{각 성분의 농도}(\mu\text{g/mL}) \times 2(\text{mL})}{\text{시료의 채취량}(\text{g})}$$

<검량선의 작성>

표준원액을 단계별로 희석하고 각각 1 μL 씩 사용하여 1) 기체크로마토그래프 측정 조건에 따라 기체크로마토그래피를 행하고, 얻어진 크로마토그램으로부터 트리에틸아민 또는 트리부틸아민의 피크면적을 측정한 후 이를 각 성분의 농도에 대하여 플롯(plot)하여 각각의 검량선을 작성한다.

2-35 비스페놀 A(페놀 및 p-터셔리부틸페놀 포함) 시험법

가. 분석원리

폴리카보네이트, 폴리아릴설폰, 폴리아릴레이트, 에폭시수지에서 용출되는 비스페놀 A, 페놀 및 p-터셔리부틸페놀을 액체크로마토그래프로 측정한다.

나. 장치

액체크로마토그래프

다. 표준용액

1) 혼합표준원액

비스페놀 A(bisphenol A), 페놀(phenol) 및 p-터셔리부틸페놀(p-tert-butylphenol) 10 mg씩을 각각 정밀히 달아 메탄올에 녹여 100 mL로 한 액을 혼합표준원액으로 한다.

2) 혼합표준용액

혼합표준원액 4 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 물을 가하여 100 mL로 한다. 이 액 0.5 mL, 5 mL, 10 mL, 15 mL 및 20 mL씩을 취하여 각각 100 mL 메스플라스크 넣고 물을 가하여 100 mL씩으로 한 액을 각 혼합표준용액으로 한다(비스페놀 A, 페놀, p-터셔리부틸페놀 각각에 대하여 0.02 µg/mL, 0.2 µg/mL, 0.4 µg/mL, 0.6 µg/mL 및 0.8 µg/mL).

라. 시험용액의 조제

2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다. 다만, 침출용액으로 n-헵탄을 사용하여 조제한 시험용액의 경우 시험용액 25 mL를 분액여두에 옮겨 아세토니트릴 10 mL를 가하여 5분간 격렬하게 진탕한 후 정치하여 아세토니트릴층을 25 mL 메스플라스크에 옮긴다. 남은 여액에 아세토니트릴 10 mL를 가하고 위와 동일하게 조작하여 아세토니트릴층을 위의 메스플라스크에 합한다. 이어서 아세토니트릴을 가하여 25 mL로 한 액을 최종 시험용액으로 한다.

마. 시험조작

1) 액체크로마토그래프 측정조건

- 칼럼 : C₁₈(4.6 mm I.D. × 250 mm, 5 µm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃
- 검출기 : 형광검출기(여기파장 : 275 nm, 형광파장 : 300 nm)

- 이동상 : A : 물, B : 아세토니트릴
- 농도기울기 : A : B(70 : 30)에서 A : B(0 : 100)까지 직선 농도기울기를 35분간 실시한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 유속 : 분당 1 mL

2) 검량선의 작성

각 혼합표준용액 20 μ L씩 사용하여 1) 액체크로마토그래프 측정조건에 따라 액체크로마토그래피를 행하고, 얻어진 크로마토그램으로부터 비스페놀 A, 페놀 및 p-터셔리부틸페놀의 피크면적을 측정한 후 이를 각 성분의 농도에 대하여 플롯(plot)하여 각각의 검량선을 작성한다.

3) 시험

시험용액 20 μ L를 사용하여 2) 검량선의 작성과 동일한 방법으로 액체크로마토그래피를 행하여 얻어진 크로마토그램으로부터 비스페놀 A, 페놀 또는 p-터셔리부틸페놀의 피크면적을 측정하여 시험용액 중 비스페놀 A, 페놀 또는 p-터셔리부틸페놀의 양을 구한다.

2-36 디페닐카보네이트 시험법

가. 분석원리

폴리카보네이트에서 용출되는 디페닐카보네이트를 액체크로마토그래프로 측정한다.

나. 장치

액체크로마토그래프

다. 표준용액

디페닐카보네이트(diphenylcarbonate) 50 mg을 정밀히 달아 50% 아세토니트릴에 녹여 100 mL로 한다. 이 액 0.1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 50% 아세토니트릴을 가하여 100 mL로 한 액을 표준용액으로 한다(0.5 µg/mL). 이 용액은 시간이 경과함에 따라 변화하므로 사용 시 조제한다.

라. 시험용액의 조제

2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액 50 mL를 분액여두에 옮겨 n-헵탄 30 mL를 가하여 격렬하게 진탕한 후 정치하여 n-헵탄 층을 250 mL 플라스크에 옮긴다. 남은 여액에 n-헵탄 30 mL를 가하고 위와 동일하게 조작하여 n-헵탄 층을 위의 플라스크에 합하여 감압 농축한 후 잔류물을 아세토니트릴에 녹여 5 mL로 한 액을 시험용액으로 한다. 다만, 침출용액으로 n-헵탄을 사용하여 조제한 시험용액의 경우 시험용액 50 mL를 취하여 감압 농축한 후 잔류물을 아세토니트릴에 녹여 5 mL로 한 액을 최종 시험용액으로 한다.

마. 시험조작

1) 액체크로마토그래프 측정조건

- 칼럼 : C₁₈(4.6 mm I.D. × 250 mm, 5 µm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃
- 검출기 : 자외부흡광검출기(파장 : 217 nm)
- 이동상 : 70% 아세토니트릴
- 유속 : 분당 1 mL

2) 정성시험

시험용액 및 표준용액을 각각 20 µL씩 사용하여 1) 액체크로마토그래프 측정조건에 따라 액체크로마토그래피를 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 디페닐카보네이트 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 디페닐카보네이트 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 표준용액 크로마토그램의 디페닐카보네이트 피크면적을 측정하여 시험용액 중 디페닐카보네이트의 양을 구한다.

2-37 비닐아세테이트 시험법

가. 분석원리

폴리비닐알코올, 에틸렌-초산비닐 공중합체에서 용출되는 비닐아세테이트를 기체 크로마토그래프로 측정한다.

나. 장치

기체크로마토그래프

다. 표준용액

비닐아세테이트(vinyl acetate)를 물에 녹여 12 ug/mL의 농도가 되도록 한 액을 비닐아세테이트 표준용액으로 한다.

라. 내부표준용액

메틸프로피오네이트(methyl propionate)를 물에 녹여 500 ug/mL의 농도가 되도록 한 액을 내부표준용액으로 한다.

마. 시험용액의 조제

물을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

바. 시험조작

1) 기체크로마토그래프 측정조건

- 칼럼 : PLOT Q 캐필러리 칼럼(0.32 mm I.D. × 30 m, 20 μm), DB-624(0.25 mm I.D. × 30 m, 1.4 μm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃에서 2분간 유지하고 분당 10℃씩 온도를 높여 200℃에 도달하도록 한 후 5분 간 유지한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 주입부온도 : 140 ℃
- 주입방식 : 스플릿리스
- 검출기 : 불꽃이온화검출기
- 검출기온도 : 200 ℃
- 운반기체 : 질소(유속 : 분당 1 mL)

2) 정성시험

시험용액 및 표준용액 5 mL씩을 취하여 각각 20 mL 유리제 바이알에 넣고 각

액에 내부표준용액 100 μL 씩과 마그네틱바를 넣고 잘 밀봉한다. 밀봉한 각 바이알을 80 $^{\circ}\text{C}$ 로 유지하면서 30분간 일정한 속도로 교반하여 내부를 안정화시킨다. 각 바이알의 헤드스페이스 부분에 가스타이트 주사기를 꽂아 기체 1 mL를 취하여 1) 기체크로마토그래프 측정조건에 따라 기체크로마토그래피를 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 비닐아세테이트 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 비닐아세테이트 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 표준용액 크로마토그램의 메틸프로피오네이트 피크면적에 대한 비닐아세테이트 피크면적의 비를 구하여 시험용액 중 비닐아세테이트의 양을 구한다.

2-38 이소시아네이트 시험법

가. 분석원리

폴리우레탄에서 용출되는 이소시아네이트를 나프틸에틸디아민시액으로 발색시켜 분광광도계로 측정한다.

나. 장치

분광광도계

다. 시약 및 시액

1) 염산·빙초산혼합액

염산(35%) 35 mL와 빙초산 22 mL를 혼합하고 물을 가하여 1,000 mL로 한 액을 염산·빙초산혼합액으로 한다.

2) 디아조화시액

아질산나트륨 3 g 및 브롬화나트륨 5 g을 물에 녹여 100 mL로 한 액을 디아조화시액으로 한다.

3) 설파민산시액

설파민산 10 g을 물에 녹여 100 mL로 한 액을 설파민산시액으로 한다.

4) 나프틸에틸디아민시액

N-(1-나프틸)-에틸디아민이염산염 50 mg에 물 25 mL와 염산(35%) 1 mL를 가하여 녹이고 물을 가하여 50 mL로 한 액을 나프틸에틸디아민시액으로 한다.

5) 탄산나트륨시액

무수탄산나트륨 160 g을 물에 녹여 1,000 mL로 한 액을 탄산나트륨시액으로 한다.

라. 표준용액

디페닐메탄-4,4'-다이소시아네이트(diphenylmethane-4,4'-diisocyanate) 100 mg을 정밀히 달아 100 mL 메스플라스크에 넣고 빙초산 60 mL를 가하여 녹인 후 물을 가하여 100 mL로 한다. 이 액 5 mL를 취하여 1,000 mL 메스플라스크에 넣고 빙초산 19 mL, 염산 35 mL 및 물을 가하여 1,000 mL로 한 액을 표준용액으로 한다(5 µg/mL).

마. 시험용액의 조제

2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

바. 검량선의 작성

표준용액과 염산·빙초산혼합액 및 아세톤을 아래 표와 같은 방법으로 25 mL 메스플라스크에 넣고 각각에 디아조화시액 0.5 mL를 가하여 혼합한 후 3분간 방치한다. 각각에 설파민산시액 1 mL를 가하여 진탕하고 3분간 방치한 후 나프틸에틸디아민시액 1 mL 및 탄산나트륨시액 1 mL를 가하여 혼합하고 15분간 방치한다. 다시 각각에 물을 가하여 25 mL로 하고 잘 흔들어 섞은 후 공시험액을 대조로 하여 파장 550 nm에서 흡광도를 측정한다. 얻어진 흡광도를 각각의 디페닐메탄-4,4'-다이소시아네이트의 양에 대하여 플롯(plot)하여 검량선을 작성한다.

디페닐메탄-4,4'-다이소시아네이트의 양(μ g) 시액	공시험	5	10	20	30
표준용액(mL)	0	1	2	4	6
염산·빙초산혼합액(mL)	15	14	13	11	9
아세톤	1	1	1	1	1

사. 시험조작

시험용액 50 mL를 100 mL 가지형 플라스크에 취하여 염산(35%) 1 mL를 가하고 65~70℃에서 감압 건고한 후 염산·빙초산혼합액 15 mL 및 아세톤 1 mL를 가하여 용해한 후 25 mL 메스플라스크에 옮겨 넣는다. 이 액에 디아조화시액 0.5 mL를 가하여 혼합한 후 3분간 방치한다. 각각에 설파민산시액 1 mL를 가하여 진탕하고 3분간 방치한 후 나프틸에틸디아민시액 1 mL 및 탄산나트륨시액 1 mL를 가하여 혼합하고 15분간 방치한다. 다시 각각에 물을 가하여 25 mL로 하고 잘 흔들어 섞은 후 공시험액을 대조로 하여 파장 550 nm에서 흡광도를 측정한다. 미리 작성한 검량선을 이용하여 시험용액 중 이소시아네이트모노머의 양을 구한다.

2-39 1,3-부타디엔 시험법

가. 분석원리

아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌 공중합체, 메틸메타크릴레이트-아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌 공중합체, 고무제에 잔류하는 1,3-부타디엔을 N,N-디메틸아세트아미드로 추출한 후 기체크로마토그래프/질량분석기로 측정한다.

나. 장치

기체크로마토그래프/질량분석기

다. 표준원액

1,3-부타디엔(1,3-butadiene) 표준품을 N,N-디메틸아세트아미드에 녹여 5 µg/mL의 농도가 되도록 한 액을 1,3-부타디엔표준원액으로 한다.

라. 내부표준용액

1-클로로프로판(1-chloropropane) 50 mg을 정밀히 달아 N,N-디메틸아세트아미드에 녹여 100 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 N,N-디메틸아세트아미드를 가하여 100 mL로 한 액을 내부표준용액으로 한다(5 µg/mL).

마. 시험조작

1) 기체크로마토그래프/질량분석기 측정조건

- 칼럼 : PLOT Q 캐필러리 칼럼(0.32 mm I.D. × 30 m, 20 µm), DB-624(0.25 mm I.D. × 30 m, 1.4 µm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃에서 2분간 유지하고 매분 10℃씩 온도를 높여 200℃에 도달하도록 한 후 5분간 유지한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 주입부온도 : 240℃
- 주입방식 : 스플릿(10:1)
- 검출기 : 질량분석기(질량수 : 54(정량), 39, 53(확인), 내부표준물질 : 42)
- 이온화방법 : EI mode
- 이온화전압 : 70 eV
- 운반기체 : 헬륨(유속 : 분당 1 mL)

2) 정성시험

시료를 5×5 mm 이하로 잘게 자른 다음 0.5 g을 정밀히 달아 20 mL 헤드스페이스용 바이알에 넣고 N,N-디메틸아세트아미드 5.1 mL, 내부표준용액 0.2 mL, 마그네

틱바를 넣고 밀전한 다음 90℃로 유지하면서 30분간 일정한 속도로 교반하여 내부를 안정화시킨 액을 시험용액으로 한다. 따로, 별도의 20 mL 헤드스페이스용 바이알에 N,N-디메틸아세트아미드 5 mL, 표준원액 0.1 mL 및 내부표준용액 0.2 mL를 넣고 밀전한 다음 시험용액과 동일하게 처리한 액을 표준용액으로 한다. 시험용액 및 표준용액 각각의 바이알 헤드스페이스 부분에 가스타이트 주사기를 꽂아 기체 0.5 mL씩을 취하여 1) 기체크로마토그래프/질량분석기 측정조건에 따라 기체크로마토그래피/질량분석을 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 1,3-부타디엔 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 1,3-부타디엔 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 표준용액 크로마토그램의 1-클로로프로판 피크면적에 대한 1,3-부타디엔 피크면적의 비를 구하여 다음식에 따라 시료 중 1,3-부타디엔 함량을 구한다.

$$\text{함량(mg/kg)} = w \times \frac{R_t}{R_s} \times \frac{1}{\text{시료의 채취량(g)}}$$

w : 표준용액 중 1,3-부타디엔 양(μg)

R_t : 시험용액 크로마토그램의 1-클로로프로판 피크면적에 대한 1,3-부타디엔 피크면적의 비

R_s : 표준용액 크로마토그램의 1-클로로프로판 피크면적에 대한 1,3-부타디엔 피크면적의 비

2-40 아크릴로니트릴 시험법

가. 분석원리

아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌 공중합체, 아크릴로니트릴-스티렌 공중합체, 폴리 아크릴로니트릴, 메틸메타크릴레이트-아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌 공중합체에서 용출되는 아크릴로니트릴을 시료흡착용화이버에 흡착시켜 기체크로마토그래프로 측정한다.

나. 장치

- 1) 기체크로마토그래프
- 2) 시료흡착용 화이버

75 μm 카르복센/폴리디메틸실록산(carboxen/polydimethylsiloxane) 또는 이와 동등한 것(사용 전 기체크로마토그래프 주입부에 화이버를 5분간 노출시켜 불순물을 제거한다)

다. 표준용액

100 mL의 메스플라스크에 물 20 mL를 넣고 마개를 한 다음 그 무게를 정밀히 측정한다. 이에 시린지로 아크릴로니트릴(acrylonitrile) 약 100 mg을 주입하여 그 무게를 정밀히 측정한다. 전후의 무게차로부터 첨가한 아크릴로니트릴의 양을 구한 다음 시린지로 물을 주입하여 100 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 물을 가하여 100 mL로 한다. 다시 이 액 0.2 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 물을 가하여 100 mL로 한 액을 표준용액으로 한다 ($0.02 \mu\text{g/mL}$).

라. 내부표준용액

100 mL 메스플라스크에 물 20 mL를 넣고 마개를 한 다음 그 무게를 정밀히 측정한다. 이에 시린지로 프로피오니트릴(propionitrile) 약 100 mg을 주입하여 그 무게를 정밀히 측정한다. 전후의 무게차로부터 첨가한 프로피오니트릴의 양을 구한 다음 시린지로 물을 주입하여 100 mL로 한다. 다시 이 액 0.1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 물을 가하여 100 mL로 한 액을 내부표준용액으로 한다($1.0 \mu\text{g/mL}$).

마. 시험용액의 조제

물을 침출용액으로 하여 2-6 제질별 용출시험용액의 조제에 따르며, 조제 시 적절

한 뚜껑을 덮고 침출용액이 휘발되지 않도록 한 상태를 유지하며 30분간 용출한 후 상온에서 충분히 식힌 액을 시험용액으로 한다.

바. 시험조작

1) 기체크로마토그래프 측정조건

- 칼럼 : DB-5 캐필러리 칼럼(0.17 mm I.D. × 50 m, 0.32 μm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 50℃, 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 주입부온도 : 260℃
- 주입방식 : 스플릿리스
- 검출기 : 질소·인검출기
- 검출기온도 : 270℃
- 운반기체 : 헬륨(유속 : 분당 1 mL)

2) 정성시험

시험용액 및 표준용액 5 mL씩을 취하여 각각 10 mL 유리제 바이알에 넣은 다음 각각에 내부표준용액 0.5 mL, 염화나트륨 1.75 g 및 마그네틱바를 넣고 잘 밀봉한다. 밀봉한 각 바이알을 40℃로 유지하면서 10분간 일정한 속도로 교반하여 바이알 내부를 안정화시킨다. 바이알의 헤드스페이스 부분에 시료흡착용 화이버[solid phase microextraction (SPME) fiber]를 꽂아 30분간 휘발성물질을 흡착시킨다. 이어서 흡착된 화이버를 기체크로마토그래프에 주입하여 1) 기체크로마토그래프 측정조건에 따라 기체크로마토그래프를 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 아크릴로니트릴 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 아크릴로니트릴 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 표준용액 크로마토그램의 프로피오니트릴 피크면적에 대한 아크릴로니트릴 피크면적의 비를 구하여 시험용액 중 아크릴로니트릴의 양을 구한다.

2-41 1,4-부탄디올 시험법

가. 분석원리

폴리부틸렌테레프탈레이트, 폴리부틸렌아디페이트테레프탈레이트, 부틸렌숙시네이트-아디페이트 공중합체 및 부틸렌숙시네이트 공중합체에서 용출되는 1,4-부탄디올을 기체크로마토그래프로 측정한다.

나. 장치

기체크로마토그래프

다. 표준용액

1,4-부탄디올(1,4-butanediol) 50 mg을 에틸아세테이트에 녹여 100 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 n-헵탄을 가하여 100 mL로 한 액을 1,4-부탄디올 표준용액으로 한다(5 µg/mL).

라. 내부표준용액

1,5-펜탄디올(1,5-pentanediol) 150 mg을 에틸아세테이트에 녹여 100 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 n-헵탄을 가하여 100 mL로 한 액을 내부표준용액으로 한다(15 µg/mL).

마. 시험용액의 조제

n-헵탄을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

바. 시험조작

1) 기체크로마토그래프 측정조건

- 칼럼 : DB-17 캐필러리 칼럼(0.25 mm I.D. × 30 m, 0.25 µm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃에서 2분간 유지하고 분당 10℃씩 온도를 높여 250℃에 도달하도록 한 후 5분 간 유지한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 주입부온도 : 240 ℃
- 주입방식 : 스플릿리스
- 검출기 : 불꽃이온화검출기
- 검출기온도 : 250 ℃
- 운반기체 : 질소(유속 : 분당 1 mL)

2) 정성시험

시험용액 및 표준용액 600 μL 씩을 취하여 각각 2 mL 유리제 바이알에 넣고 각 액에 에틸아세테이트 200 μL , 내부표준용액 200 μL , 비스트리메틸실릴트리플루오로아세트아미드(bis(trimethylsilyl) trifluoroacetamide, BSTFA) 200 μL 씩을 넣고 잘 밀봉한다. 밀봉한 각 바이알을 30분간 초음파 처리하고 90 $^{\circ}\text{C}$ 로 유지하면서 60분간 반응시킨 액 1 μL 씩을 사용하여 1) 기체크로마토그래프 측정조건에 따라 기체크로마토그래피를 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 1,4-부탄디올 유도체 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 1,4-부탄디올 유도체 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 표준용액 크로마토그램의 1,5-펜탄디올 유도체 피크면적에 대한 1,4-부탄디올 유도체 피크면적의 비를 구하여 시험용액 중 1,4-부탄디올의 양을 구한다.

2-42 4,4'-디클로로디페닐설폰 시험법

가. 분석원리

폴리아릴설폰, 폴리에테르설폰에서 용출되는 4,4'-디클로로디페닐설폰을 액체크로마토그래프로 측정한다.

나. 장치

액체크로마토그래프

다. 표준용액

4,4'-디클로로디페닐설폰(4,4'-dichlorodiphenyl sulfone) 10 mg을 정밀히 달아 메탄올에 녹여 100 mL로 한다. 이 액 5 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 메탄올을 가하여 100 mL로 한다. 다시 이 액 1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 메탄올을 가하여 100 mL로 한 액을 4,4'-디클로로디페닐설폰표준용액으로 한다(0.05 µg/mL).

라. 시험용액의 조제

2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다. 다만, 침출용액으로 n-헥산을 사용하여 조제한 시험용액의 경우 시험용액 50 mL를 분액여두에 옮겨 아세토니트릴 20 mL를 가하여 격렬히 진탕하고 정치하여 하단의 아세토니트릴 층을 50 mL 메스플라스크에 옮긴다. 다시 n-헥산 층에 아세토니트릴 20 mL를 가하여 격렬히 진탕하고 정치하여 하단의 아세토니트릴 층을 50 mL 메스플라스크에 옮겨 합한 후, 아세토니트릴을 가하여 50 mL로 한 액을 최종 시험용액으로 한다.

마. 시험조작

1) 액체크로마토그래프 측정조건

- 칼럼 : C₁₈(4.6 mm I.D. × 250 mm, 5 µm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃
- 검출기 : 자외부흡광검출기(파장 : 247 nm)
- 이동상 : A : 물, B : 아세토니트릴
- 농도기울기 : A : B(70 : 30)에서 A : B(20 : 80)까지 직선 농도기울기를 20분간 실시한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 유속 : 분당 1 mL

2) 정성시험

시험용액 및 혼합표준용액을 각각 50 μ L씩 사용하여 1) 액체크로마토그래프 측정 조건에 따라 액체크로마토그래피를 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 4,4'-디클로로디페닐설펜 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 4,4'-디클로로디페닐설펜 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 표준용액 크로마토그램의 4,4'-디클로로디페닐설펜 피크면적을 측정하여 시험용액 중 4,4'-디클로로디페닐설펜의 양을 구한다.

2-43 2,6-디메틸나프탈렌디카르복실레이트 시험법

가. 분석원리

폴리에틸렌나프탈레이트에서 용출되는 2,6-디메틸나프탈렌디카르복실레이트를 액체크로마토그래프로 측정한다.

나. 장치

액체크로마토그래프

다. 표준용액

2,6-디메틸나프탈렌디카르복실레이트(2,6-dimethylnaphthalene dicarboxylate) 10 mg 을 정밀히 달아 100 mL 메스플라스크에 넣고 아세톤 30 mL를 가하여 녹인 후, 아세토니트릴을 가하여 100 mL로 한 액을 표준원액으로 한다. 표준원액 0.5 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 아세토니트릴을 가하여 100 mL로 한 액을 2,6-디메틸나프탈렌디카르복실레이트 표준용액으로 한다(0.5 µg/mL).

라. 시험용액의 조제

2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액 20 mL를 미리 아세토니트릴 5 mL 및 물 5 mL를 통과시켜 활성화 시킨 C₁₈ 카트리지에 각각 서서히 주입한다. 이어서 아세토니트릴로 서서히 용출시킨 액 2 mL를 취하여 시험용액으로 한다.

마. 시험조작

1) 액체크로마토그래프 측정조건

- 칼럼 : C₁₈ 칼럼 (4.6 mm × 250 mm, 5 µm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃
- 검출기 : 자외부흡광검출기(파장 : 244 nm)
- 이동상 : A : 물 1 L에 인산 1.25 mL를 가한 액
B : 아세토니트릴 1 L에 인산 1.25 mL를 가한 액
- 농도기울기 : A : B(100 : 0)에서 A : B(0 : 100)까지의 직선 농도기울기를 20분간 실시한다.
- 유속 : 분당 1 mL

2) 정성시험

시험용액 및 표준용액 20 µL 씩을 이용하여 1) 액체크로마토그래프 측정조건에 따라 액체크로마토그래피를 실시하여 얻어진 시험용액 크로마토그램의 피크검출

시간과 표준용액 크로마토그램의 2,6-디메틸나프탈렌디카르복실레이트의 피크검출 시간이 일치하는지 확인한다(단, 농축배수 10을 보정해 준다).

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 2,6-디메틸나프탈렌디카르복실레이트의 피크검출시간이 일치하는 경우 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 각 크로마토그램의 2,6-디메틸나프탈렌디카르복실레이트의 피크면적을 구하여 시험용액 중 2,6-디메틸나프탈렌디카르복실레이트의 농도를 구한다.

2-44 비스페놀 A 디글리시딜에테르(비스페놀 A 디글리시딜에테르 이염화물과 비스페놀 A 디글리시딜에테르 이수화물 포함) 및 비스페놀 F 디글리시딜에테르(비스페놀 F 디글리시딜에테르 이염화물과 비스페놀 F 디글리시딜에테르 이수화물 포함)시험법

가. 분석원리

에폭시수지에서 용출되는 비스페놀 A 디글리시딜에테르(비스페놀 A 디글리시딜에테르 이염화물과 비스페놀 A 디글리시딜에테르 이수화물 포함) 및 비스페놀 F 디글리시딜에테르(비스페놀 F 디글리시딜에테르 이염화물과 비스페놀 F 디글리시딜에테르 이수화물 포함)를 액체크로마토그래프로 측정한다.

나. 장치

액체크로마토그래프/형광검출기 또는 액체크로마토그래프/질량분석기/질량분석기

다. 표준용액

1) 혼합표준원액

비스페놀 A 디글리시딜에테르(bisphenol A diglycidyl ether, BADGE), 비스페놀 A 디글리시딜에테르 이염화물(BADGE · 2HCl), 비스페놀 A 디글리시딜에테르 이수화물(BADGE · 2H₂O), 비스페놀 F 디글리시딜에테르(bisphenol F diglycidyl ether, BFDGE), 비스페놀 F 디글리시딜에테르 이염화물(BFDGE · 2HCl) 및 비스페놀 F 디글리시딜에테르 이수화물(BFDGE · 2H₂O) 10 mg씩을 각각 정밀히 달아 100 mL 메스플라스크에 넣고 테트라하이드로퓨란에 녹여 100 mL로 한 액을 혼합표준원액으로 한다.

2) 혼합표준용액

혼합표준원액 1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 메탄올을 가하여 100 mL로 한 액을 혼합표준용액으로 한다. 단, 마. 2)에 따를 때는 50% 메탄올을 가하여 100 mL로 한 액을 혼합표준용액으로 한다(비스페놀 A 디글리시딜에테르, 비스페놀 A 디글리시딜에테르 이염화물, 비스페놀 A 디글리시딜에테르 이수화물, 비스페놀 F 디글리시딜에테르, 비스페놀 F 디글리시딜에테르 이염화물, 비스페놀 F 디글리시딜에테르 이수화물 각각에 대하여 1 µg/mL).

라. 시험용액의 조제

2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다. 다만, 침출용액으로 n-헵탄을 사용하여 조제한 시험용액의 경우 시험용액 25 mL를 취하여 감압 농축한 후 잔류물을 메탄올에 녹여 25 mL로 한 액을 최종 시험용액으로 한다.

단, 마. 2)에 따를 때는 잔류물을 50% 메탄올에 녹여 25 mL로 한 액을 최종 시험용액으로 한다.

마. 시험조작

1) 액체크로마토그래프/형광검출기 측정조건

- 칼럼 : C₁₈(4.6 mm I.D. × 250 mm, 5 μm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃
- 검출기 : 형광검출기(여기파장 : 275 nm, 형광파장 : 300 nm)
- 이동상 : A : 물, B : 메탄올 또는 아세트니트릴
- 농도기울기 : A : B(60 : 30)에서 A : B(10 : 90)까지의 직선 농도기울기를 50분간 실시한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 유속 : 분당 1 mL

2) 액체크로마토그래프/질량분석기/질량분석기 측정조건

- 칼럼 : C₁₈(2.1 mm I.D. × 100 mm, 1.8 μm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃
- 검출기 : 질량분석기/질량분석기
 - 이온화방법 : 전자분무이온화(ESI, +)
 - 이온소스 온도 : 500℃
 - 충돌가스 : N₂
 - 충돌전압 : 10 ~ 110 V
 - 특이이온

	Precursor Ion (m/z)	Fragment Ion (m/z)
비스페놀 A 디글리시딜 에테르	358.1	191.1, 135.0, 161.0
비스페놀 A 디글리시딜 에테르 이염화물	430.1	227.0, 135.1, 107.1
비스페놀 A 디글리시딜 에테르 이수화물	394.1	209.3, 135.0, 107.0
비스페놀 F 디글리시딜 에테르	330.0	163.1, 133.1, 189.0
비스페놀 F 디글리시딜 에테르 이염화물	402.0	199.0, 385.0, 181.0
비스페놀 F 디글리시딜 에테르 이수화물	366.1	349.1, 181.0, 133.1

필요에 따라 적절히 조절한다.

- 이동상 : A : 0.01 M 포름산암모늄, B : 메탄올

- 농도기울기 : A : B(55 : 45)에서 A : B(5 : 95)까지 직선 농도기울기를 7분간 실시하고, 3분 동안 A : B(55 : 45)로 조성을 바꾼 후 2분간 유지한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.

- 유속 : 분당 0.3 mL

3) 정성시험

1)에 따를 경우에는 시험용액 및 혼합표준용액을 각각 20 μ L씩, 2)에 따를 경우에는 시험용액 및 혼합표준용액을 각각 10 μ L씩 사용하여 1) 또는 2)의 측정조건에 따라 액체크로마토그래피/형광검출 또는 액체크로마토그래피/질량분석을 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 혼합표준용액 크로마토그램의 비스페놀 A 디글리시딜에테르, 비스페놀 A 디글리시딜에테르 이염화물, 비스페놀 A 디글리시딜에테르 이수화물, 비스페놀 F 디글리시딜에테르, 비스페놀 F 디글리시딜에테르 이염화물 또는 비스페놀 F 디글리시딜에테르 이수화물 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

4) 정량시험

3) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 혼합표준용액 크로마토그램의 비스페놀 A 디글리시딜에테르, 비스페놀 A 디글리시딜에테르 이염화물, 비스페놀 A 디글리시딜에테르 이수화물, 비스페놀 F 디글리시딜에테르, 비스페놀 F 디글리시딜에테르 이염화물 또는 비스페놀 F 디글리시딜에테르 이수화물 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

3) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 크로마토그램의 비스페놀 A 디글리시딜에테르, 비스페놀 A 디글리시딜에테르 이염화물, 비스페놀 A 디글리시딜에테르 이수화물, 비스페놀 F 디글리시딜에테르, 비스페놀 F 디글리시딜에테르 이염화물 또는 비스페놀 F 디글리시딜에테르 이수화물 피크면적을 측정하여 미리 작성한 검량선을 이용하여 시험용액 중 비스페놀 A 디글리시딜에테르, 비스페놀 A 디글리시딜에테르 이염화물, 비스페놀 A 디글리시딜에테르 이수화물, 비스페놀 F 디글리시딜에테르, 비스페놀 F 디글리시딜에테르 이염화물 또는 비스페놀 F 디글리시딜에테르 이수화물의 양을 구한다.

<검량선의 작성>

혼합표준원액을 단계별로 희석하고 1)에 따를 경우에는 시험용액 및 혼합표준용액을 각각 20 μ L씩, 2)에 따를 경우에는 시험용액 및 혼합표준용액을 각각 10 μ L씩 사용하여 1) 또는 2)의 측정조건에 따라 액체크로마토그래피/형광검출 또는 액체크로마토그래피/질량분석을 행하고, 얻어진 크로마토그램으로부터 비스페놀 A 디글리시딜에테르, 비스페놀 A 디글리시딜에테르 이염화물, 비스페놀 A 디글리시딜에테르 이수화물, 비스페놀 F 디글리시딜에테르, 비스페놀 F 디글리시딜에테르 이염화물 또는 비스페놀 F 디글리시딜에테르 이수화물의 양을 구한다.

리시딜에테르 이염화물 또는 비스페놀 F 디글리시딜에테르 이수화물의 피크면적을 측정한 후 이를 각 성분의 농도에 대하여 플롯(plot)하여 각각의 검량선을 작성한다.

2-45 에피클로로히드린 시험법

가. 분석원리

에폭시수지에서 용출되는 에피클로로히드린을 기체크로마토그래프/질량분석기로 측정한다.

나. 장치

기체크로마토그래프/질량분석기

다. 표준용액

에피클로로히드린(epichlorohydrin) 100 mg 을 정밀히 달아 n-헵탄에 녹여 100 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 n-헵탄을 가하여 100 mL로 한다. 다시 이 액 5 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 n-헵탄을 가하여 100 mL로 한 액을 표준용액으로 한다(0.5 µg/mL).

라. 시험용액의 조제

n-헵탄을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

마. 시험조작

1) 기체크로마토그래프/질량분석기 측정조건

- 칼럼 : DB-Wax 캐필러리 칼럼(0.25 mm I.D. × 30 m, 0.25 µm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃에서 2분간 유지하고 분당 20℃씩 온도를 높여 200℃에 도달하도록 한 후 5분간 유지한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 주입부온도 : 240℃
- 주입방식 : 스플릿(10 : 1)
- 검출기 : 질량분석기(질량수 : 49(정량), 57, 62(확인))
- 이온화방법 : EI mode
- 이온화전압 : 70 eV
- 운반기체 : 헬륨(유속 : 분당 0.6 mL)

2) 정성시험

시험용액 및 표준용액을 각각 1 µL씩 사용하여 1) 기체크로마토그래프/질량분석기 측정조건에 따라 기체크로마토그래피/질량분석을 행하고, 시험용액 크로마토

그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 에피클로로히드린 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 에피클로로히드린 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 표준용액 크로마토그램의 에피클로로히드린 피크면적을 측정하여 시험용액 중 에피클로로히드린의 양을 구한다.

2-46 1,4-디클로로벤젠 시험법

가. 분석원리

폴리페닐렌설파이드에서 용출되는 1,4-디클로로벤젠을 액체크로마토그래프로 측정한다.

나. 장치

액체크로마토그래프

다. 표준용액

1,4-디클로로벤젠(1,4-dichlorobenzene) 120 mg을 정밀히 달아 메탄올에 녹여 100 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 메탄올을 가하여 100 mL로 한 액을 표준용액으로 한다(12 µg/mL).

라. 시험용액의 조제

2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다. 다만, 침출용액으로 n-헵탄을 사용하여 조제한 시험용액의 경우는 시험용액 25 mL를 정확히 취하여 분액여두에 옮겨 주고 이에 아세토니트릴 10 mL를 가하여 5분간 격렬하게 진탕한 후 정치하여 아세토니트릴 층을 25 mL 메스플라스크에 옮겨 주고 남은 여액에 아세토니트릴 10 mL를 가하여 위와 동일하게 조작하여 아세토니트릴 층을 앞의 메스플라스크에 합한 다음 아세토니트릴을 가하여 25 mL로 한 액을 최종 시험용액으로 한다.

마. 시험조작

1) 액체크로마토그래프 측정조건

- 칼럼 : C₁₈(4.6 mm I.D. × 250 mm, 5 µm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃
- 검출기 : 자외부흡광검출기(파장 : 225 nm)
- 이동상 : 80% 메탄올
- 유속 : 분당 1 mL

2) 정성시험

시험용액 및 표준용액을 각각 20 µL씩을 사용하여 1) 액체크로마토그래프 측정조건에 따라 액체크로마토그래피를 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 1,4-디클로로벤젠 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 1,4-디클로로벤젠 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 표준용액 크로마토그램의 1,4-디클로로벤젠 피크면적을 측정하여 시험용액 중 1,4-디클로로벤젠의 양을 구한다.

2-47 4,4'-디히드록시디페닐설폰 시험법

가. 분석원리

폴리에테르설폰에서 용출되는 4,4'-디히드록시디페닐설폰을 액체크로마토그래프로 측정한다.

나. 장치

액체크로마토그래프

다. 표준용액

4,4'-디히드록시디페닐설폰(4,4'-dihydroxydiphenyl sulfone) 100 mg을 정밀히 달아 메탄올에 녹여 100 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 메탄올을 가하여 100 mL로 한다. 다시 이 액 0.5 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 메탄올을 가하여 100 mL로 한 액을 표준용액으로 한다(0.05 µg/mL).

라. 시험용액의 조제

2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다. 다만, 침출용액으로 n-헵탄을 사용하여 조제한 시험용액의 경우는 시험용액 50 mL를 정확히 취하여 분액여두에 옮겨 주고 이에 아세토니트릴 20 mL를 가하여 5분간 격렬하게 진탕한 후 정치하여 아세토니트릴 층을 50 mL 메스플라스크에 옮겨 주고 남은 여액에 아세토니트릴 20 mL를 가하여 위와 동일하게 조작하여 아세토니트릴 층을 앞의 메스플라스크에 합한 다음 아세토니트릴을 가하여 50 mL로 한 액을 최종 시험용액으로 한다.

마. 시험조작

1) 액체크로마토그래프 측정조건

- 칼럼 : C₁₈(4.6 mm I.D. × 250 mm, 5 µm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼 온도 : 40℃
- 검출기 : 자외부흡광검출기(파장 : 259 nm)
- 이동상 : A : 물, B : 아세토니트릴
- 농도기울기 : A : B(70 : 30)에서 A : B(20 : 80)까지 직선농도기울기를 20분간 실시한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 유속 : 분당 1 mL

2) 정성시험

시험용액 및 표준용액을 각각 50 μ L씩 사용하여 1) 액체크로마토그래프 측정조건에 따라 액체크로마토그래피를 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 4,4'-디히드록시디페닐설폰 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 4,4'-디히드록시디페닐설폰 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 표준용액 크로마토그램의 4,4'-디히드록시디페닐설폰 피크면적을 측정하여 시험용액 중 4,4'-디히드록시디페닐설폰의 양을 구한다.

2-48 히드로퀴논 시험법

가. 분석원리

폴리에테르에테르케톤에서 용출되는 히드로퀴논을 액체크로마토그래프로 측정한다.

나. 장치

액체크로마토그래프

다. 표준용액

히드로퀴논(hydroquinone) 60 mg을 정밀히 달아 10 mM 인산이수소칼륨(KH_2PO_4) 수용액 · 아세토니트릴혼합액[92 : 8(v/v)]을 가하여 100 mL로 한다. 이 액 0.1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 10 mM 인산이수소칼륨(KH_2PO_4) 수용액 · 아세토니트릴혼합액[92 : 8(v/v)]을 가하여 100 mL로 한 액을 표준용액으로 한다($0.6 \mu\text{g/mL}$).

라. 시험용액의 조제

2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다. 다만, 침출용액으로 n-헵탄을 사용하여 조제한 시험용액의 경우 시험용액 50 mL를 취하여 감압 농축한 후 잔류물을 10 mM 인산이수소칼륨(KH_2PO_4) 수용액 · 아세토니트릴혼합액[92 : 8(v/v)]에 녹여 50 mL로 한 액을 최종 시험용액으로 한다.

마. 시험조작

1) 액체크로마토그래프 측정조건

- 칼럼 : C_{18} (4.6 mm I.D. × 250 mm, 5 μm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃
- 검출기 : 자외부흡광검출기(파장 : 290 nm)
- 이동상 : 10 mM 인산이수소칼륨 수용액 : 아세토니트릴(92 : 8)
- 유속 : 분당 1 mL

2) 정성시험

시험용액 및 표준용액을 각각 10 μL 씩 사용하여 1) 액체크로마토그래프 측정조건에 따라 액체크로마토그래피를 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 히드로퀴논 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그

램의 히드로퀴논 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 표준용액 크로마토그램의 히드로퀴논 피크면적을 측정하여 시험용액 중 히드로퀴논의 양을 구한다.

2-49 2-머캅토이미다졸린 시험법

가. 분석원리

염소를 함유한 고무제에 잔류하는 2-머캅토이미다졸린을 속실판추출기를 이용하여 메탄올로 추출한 후 박층크로마토그래프로 측정한다.

나. 장치

- 1) 속실판추출기
- 2) 박층판 : 담체로써 박층크로마토그래피용 실리카겔을 사용하고, 120℃에서 1시간 건조한 것을 사용한다.

다. 시약 및 시액

- 1) 2,6-디클로로퀴논 · 클로로이미드시액
2,6-디클로로퀴논 · 클로로이미드 100 mg을 에탄올에 녹여 10 mL로 한 액을 2,6-디클로로퀴논 · 클로로이미드시액으로 한다.

라. 표준용액

2-머캅토이미다졸린(2-mercaptoimidazoline) 200 mg을 정밀히 달아 메탄올에 녹여 100 mL로 한다. 다시 이 액 1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 메탄올을 가하여 100 mL로 한 액을 표준용액으로 한다(20 µg/mL).

마. 시험용액의 조제

시료를 5×5 mm 이하로 잘게 잘라 1.0 g을 원통여지에 넣고 속실판추출기를 사용하여 메탄올 45 mL로 8시간 추출한다. 이 추출액을 농축하여 1 mL로 하여 시험용액으로 한다.

바. 시험조작

시험용액 및 2-머캅토이미다졸린표준용액 10 µL를 각각 미량피펫을 사용하여 박층판에 찍고 바람으로 건조한다. 이 박층판을 초산에틸 · 벤젠혼합액[5:1(v/v)] 및 초산에틸 · 메탄올 · 암모니아수 · 물혼합액[30:2:1:1(v/v/v/v)]을 각각 전개용매로 하여 박층크로마토그래피를 실시한다. 전개용매가 시험용액 또는 2-머캅토이미다졸린표준용액을 찍은 점에서 약 10 cm 높이로 올라갔을 때 전개를 멈추고, 바람에 말린 다음 2,6-디클로로퀴논 · 클로로이미드시액을 분무하여 120℃에서 10분간 가열하고 관찰한다. 사용한 두 가지 전개용매 모두에서 시험용액에 대하여 2-머캅

토이미다줄린표준용액으로부터 얻은 갈색 반점에 대응하는 반점이 관찰되는지 확인한다.

- 염소를 함유한 고무제 기구 및 용기·포장의 판별법

구리제 망(망의 간격 0.25 mm, 망의 두께 0.174 mm)을 가로 1.5 cm, 길이 5 cm 크기로 자른다. 별도로 준비한 구리제 선의 한쪽 끝에 잘라 낸 구리제 망을 감는다. 망 부분을 분젠버너의 무색 불꽃에 넣어서 불꽃이 녹색 또는 청색을 나타내지 않을 때까지 가열한 다음 식힌다. 이 조작을 반복하여 망에 산화구리의 피막을 완전히 입힌다. 식힌 후 이 망에 시료 1 mg을 부착하여 점화시켜 연소시킨다. 이 조작을 3회 반복한 후 망을 분젠버너의 무색 불꽃에 넣어 불꽃의 색을 관찰할 때, 염소를 함유한 고무제의 경우에는 녹색의 불꽃이 생긴다. 다만, 구리제 선에 구리제 망을 감지 않고 선의 끝을 직접 충분히 가열하여 그대로 시료에 눌러서 시료를 부착시켜 시험할 수 있다.

2-50 아연 시험법

가. 분석원리

고무제에서 용출되는 아연을 원자흡광광도기, 유도결합플라즈마 발광강도측정기 또는 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정한다.

나. 장치

원자흡광광도기, 유도결합플라즈마 발광강도측정기 또는 유도결합플라즈마/질량분석기

다. 표준용액

1) 표준원액

아연(zinc) 1.0 g을 정밀히 달아 6 M 염산에 녹여 수욕상에서 증발 건조하고 잔류물을 1 M 염산에 녹여 1,000 mL로 한다. 다시 이 액 1 mL를 취하여 50 mL 메스플라스크에 넣고 물을 가하여 50 mL로 한 액을 표준원액으로 한다(20 µg/mL).

2) 표준용액

가) 고무젓꼭지 이외의 고무제 시험용 표준용액

표준원액 1 mL를 취하여 20 mL 메스플라스크에 넣고 4% 초산을 가하여 20 mL로 한 액을 고무젓꼭지 이외의 고무제 시험용 표준용액으로 한다(1.0 µg/mL). 다만, 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정할 경우 측정에 적절한 농도가 되도록 4% 초산으로 희석하여 사용한다.

나) 고무젓꼭지 시험용 표준용액

표준원액 1 mL를 취하여 20 mL 메스플라스크에 넣고 물을 가하여 20 mL로 한 액에 초산 5 방울을 가한 액을 고무젓꼭지 시험용 표준용액으로 한다(1.0 µg/mL). 다만, 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정할 경우 측정에 적절한 농도가 되도록 4% 초산으로 희석하여 사용한다.

라. 시험용액의 조제

1) 고무젓꼭지 이외의 고무제의 경우

4% 초산을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

2) 고무젓꼭지의 경우

물을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액 20 mL에 초산 5 방울을 가한 액을 시험용액으로 한다.

마. 시험조작

시험용액과 표준용액에 대해 2-11 원자흡광광도법(파장 213.9 nm), 2-12 유도결합플라즈마 발광강도측정법(파장 206.2 nm) 또는 유도결합플라즈마/질량분석법(m/z 65.9)에 따라 시험하여 시험용액 중 아연의 양을 구한다.

2-51 니트로사민류 및 니트로사민류 생성 가능물질 시험법

가. 분석원리

고무제에서 용출되는 니트로사민류 및 니트로사민류 생성 가능물질을 액체크로마토그래프/질량분석기/질량분석기로 측정한다.

나. 장치

액체크로마토그래프/질량분석기/질량분석기

다. 시약 및 시액

1) 인공타액

탄산수소나트륨 4.2 g, 염화나트륨 0.5 g, 탄산칼륨 0.2 g, 아질산나트륨 30 mg에 물 900 mL를 가하여 녹인 후 0.1 M 염산용액 또는 0.1 M 수산화나트륨용액을 사용하여 pH를 9.0으로 조정 한 액에 물을 가하여 1 L로 한 액을 인공타액으로 한다.

라. 표준용액

1) 표준원액

N-니트로소디메틸아민(N-nitrosodimethylamine), N-니트로소디에틸아민(N-nitrosodiethylamine), N-니트로소디-n-프로필아민(N-nitrosodi-n-propylamine), N-니트로소디-n-부틸아민(N-nitrosodi-n-buthylamine), N-니트로소피페리딘(N-nitrosopiperidine), N-니트로소피롤리딘(N-nitrosopyrrolidine) 및 N-니트로소몰폴린(N-nitrosomorpholine) 10 mg을 정밀히 달아 각각 메탄올에 녹여 100 mL로 한 액을 각각의 표준원액으로 한다(니트로사민류 각각 100 µg/mL).

2) 혼합표준용액

1)의 각 표준원액 1 mL씩을 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣어 메탄올로 희석하여 제조한 용액을 혼합표준원액으로 한다(1 µg/mL). 차광하여 5℃ 이하에서 보관한다.

3) 내부표준용액

N-니트로소디-n-프로필아민-d₁₄(N-nitrosodi-n-propylamine-d₁₄) 또는 N-니트로소디이소프로필아민(N-nitrosodiisopropylamine) 10 mg을 정밀히 달아 메탄올에 녹여 100 mL로 한다. 이 액 10 mL를 취하여 메탄올로 희석하여 100 mL가 되도록 한다(10 µg/mL). 이 액을 취하여 인공타액으로 희석하여 1 µg/mL이 되도록 한 액을 내부표준용액으로 한다. 차광하여 5℃ 이하에서 보관하며 제조 후 사용기한은

1일로 한다.

4) 검량선 작성용 표준용액

2)를 인공타액으로 희석하여 0.001, 0.005, 0.01, 0.02, 0.05 µg/mL가 되도록 한다. 이 액 1 mL에 내부표준용액 0.01 mL를 넣어 혼합한 각 용액을 검량선 작성용 표준용액으로 한다. 차광하여 5℃ 이하에서 보관하며 제조 후 사용기한은 1일로 한다.

마. 시험조작

1) 액체크로마토그래프/ 질량분석기/ 질량분석기 측정조건

- 칼럼 : C₁₈(Acquity HSS T3, 2.1 mm I.D. × 150 mm, 1.8 µm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃
- 검출기 : 질량분석기
 - Ionization : APCI(positive)
 - Gas Temperature : 290℃
 - Vaporizer temp. : 350℃
 - Collision Voltage : 2,500 V
 - 특이이온

	Precursor ion(m/z)	Fragment ion(m/z)	
		정량	확인
N-니트로소디메틸아민	75.0	43.1	58.1
N-니트로소디에틸아민	103.0	75.1	47.2
N-니트로소디-n-프로필아민	131.0	43.1	89.0
N-니트로소디-n-부틸아민	159.1	57.2	103.2
N-니트로소피페리딘	115.0	41.2	69.1
N-니트로소피롤리딘	101.0	55.2	41.2
N-니트로소몰폴린	117.1	87.0	45.0
N-니트로소디-n-프로필아민-d ₁₄	145.0	50.2	97.1
N-니트로소다이소프로필아민	131.1	43.2	89.1

측정조건은 필요에 따라 적절히 조절한다.

- 이동상 : A : 0.1% 개미산 수용액, B : 메탄올(또는 0.1% 개미산 함유 메탄올)
- 농도기울기 : A : B(70 : 30)에서 A : B(0 : 100)까지의 직선 농도기울기를 10분간 실시하고, A : B(0 : 100)으로 5분간 유지한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.

- 유속 : 분당 0.2 mL

2) 니트로사민류

가) 시험용액의 조제

시료를 대칭이 되도록 세로로 둘로 잘라 약 5 g을 취한다. 필요 시 추가로 절단과정을 반복하여 시료를 채취한다. 시료가 잠길 정도의 끓는 물에 시료를 넣고 10분간 끓이고 식힌 후 시료를 꺼내 표면에 남아있는 물을 털어낸 뒤 갈색 플라스크에 옮겨 담는다. 이 플라스크에 40℃로 가온한 인공타액 20 mL를 가하여 잠기도록 한 후 마개로 막고 40℃를 유지하면서 24시간 방치한다. 이 액을 25 mL 갈색 플라스크에 옮기고 인공타액 2~3 mL로 씻어준 후 그 씻은 액을 합하고 인공타액을 가하여 25 mL로 한 액을 A액으로 한다. A액 1 mL에 내부표준용액 0.01 mL를 혼합한 액을 니트로사민류의 시험용액으로 한다.

나) 측정

시험용액 및 검량선 작성용 표준용액 각각 20 μ L 씩 사용하여 1) 액체크로마토그래프/질량분석기/질량분석기 측정조건에 따라 액체크로마토그래피/질량분석을 행한다.

다) 계산

시험용액 및 표준용액 크로마토그램의 내부표준물질 피크면적에 대한 니트로사민류 각각의 피크면적 비를 구하여 다음 식에 따라 검출된 각 니트로사민의 양을 시료 무게 당으로 산출(M_A)하고, 얻어진 결과를 모두 합하여 최종 니트로사민의 양을 구한다.

$$\text{니트로사민}(M_A, \text{mg/kg}) = c \times \frac{25}{\text{시료의 채취량(g)}}$$

c : 검량선에서 얻은 해당 니트로사민의 농도(μ g/mL)

3) 니트로사민류 생성 가능물질

가) 시험용액의 조제

2) 가)의 A액 10 mL에 1 M 염산용액 0.5 mL를 가한 후 밀전하여 암소에서 30분간 방치한다. 방치가 끝난 용액에 1 M 수산화나트륨용액 1 mL를 넣고 뚜껑을 닫고 혼합한다. 이 액 1 mL에 내부표준용액 0.01 mL를 혼합한 액을 니트로사민류 생성 가능물질의 시험용액으로 한다.

나) 측정

시험용액 및 검량선 작성용 표준용액 각각 20 μ L 씩 사용하여 1) 액체크로마토그래프/질량분석기/질량분석기 측정조건에 따라 액체크로마토그래피/질량분석을 행한다.

다) 계산

시험용액 및 표준용액 크로마토그램의 내부표준물질 피크면적에 대한 니트로사민류 각각의 피크면적 비를 구하여 다음 식에 따라 검출된 각 니트로사민의 양을 시료 무게 당으로 산출(M_B) 한다. 검출된 각 니트로사민에 대하여 $M_B - M_A$ 값을 구하고, 얻어진 결과를 모두 합하여 최종 니트로사민류 생성 가능물질의 양을 구한다.

$$\text{니트로사민}(M_B, \text{mg/kg}) = c \times 1.15 \times \frac{25}{\text{시료의 채취량(g)}}$$

c : 검량선에서 얻은 해당 니트로사민의 농도($\mu\text{g/mL}$)

2-52 PCBs 시험법

가. 분석원리

종이제에 잔류하는 PCBs를 n-헥산으로 추출하고 정제한 후 기체크로마토그래프/질량분석기로 측정한다.

나. 장치

기체크로마토그래프/질량분석기

다. 시약 및 시액

1) 용매

잔류농약 분석용 또는 이와 동등 이상인 것

2) 다층 실리카 카트리지

실리카겔이 아래서부터 중성 실리카겔 0.2 g, 산성 실리카겔 0.4 g, 염기성 실리카겔 0.2 g, 중성 실리카겔 0.1 g의 순서로 충전한 카트리지(6 mL, SUPELCO 52732-U) 또는 이와 동등 이상의 것)를 n-헥산 10 mL로 활성화 시킨다.

라. 표준용액

1) 표준원액

폴리염화비페닐 7종의 표준품을 노난에 녹여 각각 10 $\mu\text{g/mL}$ 가 되도록 한 액을 표준원액으로 한다.

<표 1> 분석대상 폴리염화비페닐(indicator PCBs 7종)의 표준물질

동족체		IUPAC 번호
3염화비페닐	2,4,4'-trichlorobiphenyl	28
4염화비페닐	2,2',5,5'-tetrachlorobiphenyl	52
5염화비페닐	2,2',4,5,5'-pentachlorobiphenyl	101
	2,3',4,4',5-pentachlorobiphenyl	118
6염화비페닐	2,2',3,4,4',5'-hexachlorobiphenyl	138
	2,2',4,4',5,5'-hexachlorobiphenyl	153
7염화비페닐	2,2',3,4,4',5,5'-heptachlorobiphenyl	180

2) 내부표준용액

$^{13}\text{C}_{12}$ 동족체로 된 폴리염화비페닐 7종의 내부표준품을 노난에 녹여 내부표준물질 각각이 5 $\mu\text{g/mL}$ 가 되도록 조제한 용액을 내부표준원액으로 한다. 이 액에 n-헥산을 가해 0.5 $\mu\text{g/mL}$ 가 되게 한용액을 내부표준용액으로 한다.

3) 검량선 작성용 표준용액

표준원액과 내부표준원액에 n-헥산을 가해 표준용액 5단계 이상의 농도 범위 0.025~1 $\mu\text{g/mL}$ 로 조제한 것을 사용한다. 단, 검량선 작성용 표준용액들은 직선성을 유지하여야 한다.

<표 2> 폴리염화비페닐의 검량선 작성용 표준용액

(단위 : $\mu\text{g/mL}$)

동족체	IUPAC 번호	검량선 작성용 표준용액 및 내부표준물질 농도					
3염화 비페닐	28	0.025	0.05	0.1	0.25	0.5	1.0
	28L*	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
4염화 비페닐	52	0.025	0.05	0.1	0.25	0.5	1.0
	52L*	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
5염화 비페닐	101	0.025	0.05	0.1	0.25	0.5	1.0
	118	0.025	0.05	0.1	0.25	0.5	1.0
	101L*	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
	118L*	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
6염화 비페닐	138	0.025	0.05	0.1	0.25	0.5	1.0
	153	0.025	0.05	0.1	0.25	0.5	1.0
	138L*	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
	153L*	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
7염화 비페닐	180	0.025	0.05	0.1	0.25	0.5	1.0
	180L*	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1

L* : 동위원소로 치환된(Labeled Compound, $^{13}\text{C}_{12}$) 내부표준물질

마. 시험용액의 조제

균질화된 시료 1 g을 100 mL 둥근바닥 플라스크에 취한다. 내부표준용액 1 mL를 첨가하고 n-헥산 50 mL를 넣는다. 냉각환류추출기에 연결하여 50℃에서 4시간 동안 환류시켜 추출한다. 실온까지 냉각한 후 추출액 중 10 mL를 취하여 미리 n-헥산 10 mL로 활성화시킨 다층실리카 카트리지에 통과시킨 용액과 순차적으로 카트리지에 n-헥산 10 mL로 용출한 용액을 농축수기에 받는다. 용출액을 질소 농축기로 최종 부피가 1 mL가 되도록 하여 이를 시험용액으로 한다(단, 수분이 존재한다면 수분 제거를 위해 무수황산나트륨 2 g이 충전된 카트리지를 통과시킨다).

바. 시험조작

1) 기체크로마토그래프/질량분석기 측정조건

- 칼럼 : DB-1(0.25 mm I.D. × 60 m, 0.25 μm) 또는 이와 동등 이상의 것
- 칼럼온도 : 100℃에서 분당 15℃씩 온도를 높여 200℃에 도달하도록 한 후 3분간 유지한다. 이어 분당 2℃씩 온도를 높여 250℃에 도달하도록 한 후 5분간 유지한

후 분당 5℃ 씩 온도를 높여 300℃ 에 도달하도록 한 후 3분간 유지한다.

- 주입부온도 : 280℃
- 주입방식 : 스피릿리스
- 주입량 : 1.0 μ L
- 검출기 : 질량분석기
- 이온화방법 : EI mode
- 이온화전압 : 70 eV
- 운반기체 : 헬륨(유속 : 분당 1.0 mL)
- 특성이온 : <표 3>

<표 3> 폴리염화비페닐의 특성이온 및 이론비

동족체	IUPAC 번호	특성이온			이론비 (M ⁺ /(M+2) ⁺ 또는 (M+2) ⁺ /(M+4) ⁺)
		M ⁺	(M+2) ⁺	(M+4) ⁺	
3염화비페닐	28	256.0	258.0		1.02
	28L*	268.0	270.0		
4염화비페닐	52	289.9	291.9		0.77
	52L*	301.9	303.9		
5염화비페닐	101		325.9	327.9	1.53
	118		325.9	327.9	
	101L*		337.9	339.9	
	118L*		337.9	339.9	
6염화비페닐	138		359.8	361.8	1.23
	153		359.8	361.8	
	138L*		371.8	373.8	
	153L*		371.8	373.8	
7염화비페닐	180		393.8	395.8	1.02
	180L*		405.8	407.8	

L* : 동위원소로 치환된(Labeled Compound, ¹³C₁₂) 내부표준물질

2) 정성시험

위의 조건에서 얻어진 시험용액의 크로마토그램상의 각 피크를 표준용액의 표준물질 및 내부표준물질의 피크의 머무름 시간과 비교할 때 일치하여야 하며, 측정 한 선택 이온 2개의 이온세기 비율(M/M+2 또는 M+2/M+4)은 <표 3>에 나타난 이론비에 대하여 $\pm 20\%$ 이내이어야 한다.

3) 정량시험

작성용 표준용액의 각각 표준물질의 피크면적(A_S)과 내부표준물질 피크면적(A_{IS})

에 대한 비(A_S/A_{IS})를 Y축으로 하고 표준물질의 농도를 X축으로 하여 검량곡선을 작성하고, 시험용액에서 얻어진 폴리염화비페닐 피크면적과 내부표준물질의 면적 비(A_{SAM}/A_{SAMIS})를 Y축에 대입하여 각각의 폴리염화비페닐 동족체 농도를 계산한 후 폴리염화비페닐 7종(indicator PCBs 7종) 농도를 합하고, 폴리염화비페닐 7종이 폴리염화비페닐 209종의 50%임을 감안하여 2배를 곱한다.

$$\text{폴리염화비페닐 동족체 농도}(C_i, \text{mg/kg}) = P \times \frac{V}{M_s} \times 5$$

P : 검량선에서 구한 폴리염화비페닐 동족체 농도($\mu\text{g/mL}$)

V : 최종부피(mL)

M_s : 시료 채취량(g)

$$\text{폴리염화비페닐 7종 농도}(\text{mg/kg}) = \sum C_i$$

C_i : i 동족체의 폴리염화비페닐의 농도 (i = PCB 28, 52, 101, 118, 138, 153, 180)

$$\text{폴리염화비페닐 농도}(\text{mg/kg}) = \sum C_i \times 2$$

2-53 형광증백제 시험법

가. 분석원리

폴리락타이드, 부틸렌숙시네이트-아디페이트 공중합체, 종이재, 전분재에 자외선 조사를 하여 형광의 유무를 감별하며, 양성일 경우 염색법으로 정성한다.

나. 장치

자외선 램프

다. 예비시험

어두운 곳에서 시료의 식품과 접촉하는 면 또는 접촉할 우려가 있는 면에 365 nm를 주파장으로 하는 자외선을 조사하여 자색~청백색의 형광의 유무를 관찰한다. 형광이 확인된 경우에는 다음 시험을 한다.

라. 본시험

1) 시험용액의 조제

가) 액체를 담을 수 없는 시료

시료를 $5\text{ cm} \times 5\text{ cm} = 25\text{ cm}^2$ 의 크기로 자른다. 시료가 25 cm^2 미만일 때에는 합하여 동일면적이 되도록 한다. 200 mL 용량의 비이커에 물 100 mL를 넣고 0.1% 암모니아수 몇 방울을 떨어뜨려 잘 저은 후 미알칼리성(pH 7.5~9.0)을 확인한다. 이 용액에 시료를 넣고 때때로 느리게 저어주면서 10분 간 침출한 후 유리 면을 이용하여 여과한 액을 시험용액으로 한다.

나) 액체를 담을 수 있는 시료

시료에 미알칼리성(pH 7.5~9.0) 용액을 채우고 실온에서 가끔 흔들어 주며 10 분간 방치한 후 유리 면을 이용하여 여과한 액을 시험용액으로 한다.

2) 시험조작

시험용액에 희염산 1~2 방울을 가하여 약산성(pH 3.0~3.5)으로 한 다음 이에 미리 자외선을 조사하였을 때 형광이 없는 거즈($2 \times 4\text{ cm}$)를 넣고 약 30분간 수욕 상에서 가온한다. 거즈를 꺼내 물로 씻고 짠 다음 암실에서 자외선을 거즈에 약 30 cm 떨어진 위치에서 조사한다.

2-54 니켈 시험법

가. 분석원리

금속제에서 용출되는 니켈을 원자흡광광도기, 유도결합플라즈마 발광강도측정기 또는 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정한다.

나. 장치

원자흡광광도기, 유도결합플라즈마 발광강도측정기 또는 유도결합플라즈마/질량분석기

다. 시약 및 시액

1) 0.5% 구연산용액

구연산일수화물 5 g을 물에 녹여 1,000 mL로 한 후 수산화나트륨시액을 사용하여 pH를 3.5로 조정 한 액을 0.5% 구연산용액으로 한다.

2) 수산화나트륨시액

수산화나트륨 4.3 g을 물에 녹여 100 mL로 한 액을 수산화나트륨시액으로 한다.

라. 표준용액

황산니켈암모늄(nickel-ammonium sulfate)(6수화물) 673.0 mg을 정밀히 달아 물과 질산 10 mL를 넣어 녹인 후 물을 가하여 1,000 mL로 한다. 이 액 10 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 각 시험법에 규정된 침출용액을 가하여 100 mL로 한다. 다시 이 액 1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 각 시험법에 규정된 침출용액을 가하여 100 mL로 한 액을 표준용액으로 한다($0.1 \mu\text{g/mL}$). 다만, 유도결합플라즈마/질량분석기로 측정할 경우 측정에 적절한 농도가 되도록 각 시험법에 규정된 침출용액을 가하여 희석하여 사용한다. 침출용액이 물인 경우에는 표준용액에 질산 5방울을 가한 것을 사용한다.

마. 시험용액의 조제

다음 표의 제1란에 있는 식품의 기구 및 용기·포장은 각각 제2란에 있는 용매를 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다. 다만, pH 5를 초과하는 식품 및 pH 5 이하인 식품에 모두 사용되는 기구 및 용기·포장에 대해서는 0.5% 구연산용액을 침출용액으로 사용한다.

제 1 란	제 2 란
pH 5를 초과하는 식품	물
pH 5 이하인 식품	0.5% 구연산용액

바. 시험조작

시험용액과 표준용액에 대하여 22-11 원자흡광광도법(파장 232.0 nm), 2-12 유도결합플라즈마 발광강도측정법(파장 231.6 nm) 또는 유도결합플라즈마/질량분석법(m/z 59.9)에 따라 시험하여 시험용액 중 니켈의 양을 구한다. 다만, 침출용액으로 물을 사용하여 조제한 시험용액의 경우 시험용액 100 mL에 질산 5 방울을 떨어뜨린다.

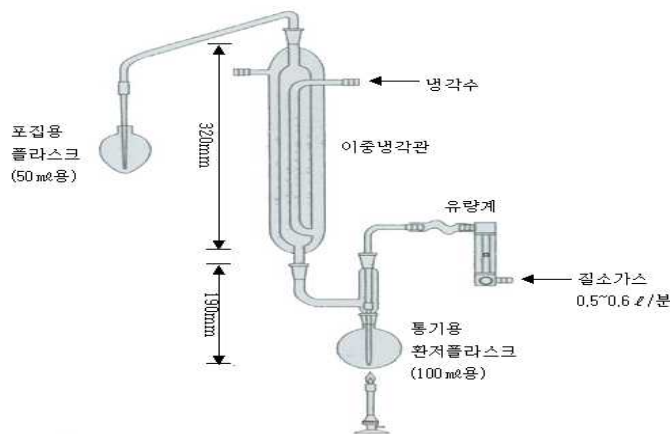
2-55 이산화황 시험법

가. 분석원리

목재류에서 용출되는 이산화황 또는 아황산 염류를 이산화황으로 하여 통기증류 알칼리적정법으로 측정한다.

나. 장치

통기증류장치



다. 시약 및 시액

1) 물

정제수 또는 증류수를 질소가스 또는 헬륨가스를 통기해서 5분 이상 탈기한 것 또는 사용 시 채취한 초순수를 사용한다.

2) 0.3% 과산화수소

30% 과산화수소 1 mL를 물 100 mL에 녹인다. 이 액은 쓸 때 조제한다.

3) 메틸레드·메틸렌블루혼합시액

메틸레드 0.2 g과 메틸렌블루 0.1 g을 에탄올에 녹여 100 mL로 한 액을 메틸레드·메틸렌블루혼합시액으로 한다.

4) 메틸오렌지시액

메틸오렌지 0.1 g을 물 100 mL에 녹이고 필요하면 여과한다.

5) 0.1 M 치오황산나트륨용액

치오황산나트륨 26 g, 무수탄산나트륨 0.2 g을 새로 끓여서 식힌 물에 녹여 1,000 mL로 한다. 이 액은 때때로 표정하여야 한다.

표정 : 0.1 N 요오드용액을 25 mL를 정확히 취하고 1 M 염산시액 1 mL를 가한 다음 조제한 0.1 M 치오황산나트륨 용액으로 적정한다(지시약 : 전분시액 4 mL).

6) 0.1 N 요오드용액

요오드 약 14 g, 요오드칼륨 36 g을 물 100 mL에 녹인 액에 녹이고 염산 3방울 및 물을 가하여 1,000 mL로 하여 다음 방법으로 표정한다. 이 액은 때때로 표정하여야 한다.

표정 : 아비산(표준시약)을 가루로 하여 100℃에서 향량이 될 때까지 건조한 다음 약 0.15 g을 달아 이를 1 M 수산화나트륨용액 20 mL에 필요하면 가열하여 녹인다. 이에 물 약 40 mL 및 메틸오렌지시액 2방울을 가하고 액의 황색이 옅은 홍색이 될 때까지 묽은 염산을 가한다. 이후 탄산수소나트륨 2 g, 물 약 50 mL 및 전분시액 3 mL를 가하여 조제된 요오드용액으로 지속하는 청색을 나타낼 때까지 적정한다.

7) 1 M 염산시액

염산 95 mL를 물로 희석하여 1,000 mL로 한다.

8) 묽은 염산

염산 23.6 mL를 물로 희석하여 100 mL로 한다.

9) 1% 트리에탄올아민 용액

트리에탄올아민 10 g을 물에 녹여 1,000 mL로 만든 후 탈기시킨 것을 이용한다.

10) 3.2 mM 탄산나트륨/1.9 mM 탄산수소나트륨용액

탄산나트륨 0.34 g, 탄산수소나트륨 0.16 g을 물에 녹여 1,000 mL로 한다.

11) 표준용액

아황산수소나트륨 표준품(sodium bisulfite)을 이산화황으로써 100 mg이 되도록 정밀히 달아 1% 트리에탄올아민 용액에 녹여 100 mL로 한 액을 이산화황 표준원액으로 한다(1,000 mg/L). 이 액 1.28 mL를 취하여 1% 트리에탄올아민을 가하여 100 mL로 한 액을 이산화황 표준용액으로 한다(12.8 mg/L). 표준품은 표정하여 사용한다.

표정 : 아황산수소나트륨 표준품 약 500 mg을 정밀히 달아 물에 녹여 100 mL가 되도록 한다. 이 액 10 mL를 플라스크에 취하고 0.1 N 요오드용액 15 mL와 염산 2 mL를 가한 후 0.1 M 치오황산나트륨용액으로 적정한다. 따로 공시험을 행하고 아래식에 따라 계산하여 아황산수소나트륨의 순도(%, SO₂)를 구한다.

$$\text{아황산수소나트륨 순도(%, SO}_2\text{)} = 3.2 \times f \times (b-a) \times 1000/W$$

a : 시험용액의 0.1 M 치오황산나트륨용액 소비량(mL)

b : 공시험용액의 0.1 M 치오황산나트륨용액 소비량(mL)

f : 0.1 M 치오황산나트륨용액의 역가

W : 아황산수소나트륨 표준품의 양(mg)

라. 시험용액의 조제

물을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한다. 단, 나무젓가락은 시험관 또는 네슬러관을 사용하여 용출한다.

마. 시험조작

1) 통기증류알칼리분석법

50 mL 포집용 플라스크에 0.3% 과산화수소수 10 mL를 넣고 메틸레드·메틸렌블루혼합시액 3방울 가해준다(용액은 자색). 이어서 0.001 M 수산화나트륨용액을 1~2방울 가하여 액의 색이 올리브그린이 되도록 하고 통기증류장치에 부착시킨다. 통기용 둥근플라스크에 시험용액 25 mL를 정확히 취하여 가해 주고 이에 에탄올 2 mL, 소포용 실리콘오일 2방울 및 25% 인산 10 mL를 가해 준 다음 신속하게 통기증류장치에 부착시킨다. 유량계를 통해서 질소가스를 0.5~0.6 L/분의 속도로 통기하면서 통기용 둥근플라스크를 30분간 가열한다. 포집용 플라스크를 떼어내고 0.001 M 수산화나트륨용액으로 최초의 올리브그린이 될 때까지 적정한다. 시험용액 대신에 물을 사용하여 공시험을 행한다(다만, 2 µg/mL 미만은 불검출로 한다).

$$\text{이산화황}(\mu\text{g/mL}) = \frac{(a-b) \times f \times 32}{c}$$

a : 시험용액의 0.001 M 수산화나트륨용액 소비량(mL)

b : 공시험용액의 0.001 M 수산화나트륨용액 소비량(mL)

c : 증류에 사용한 시험용액의 양(mL)

f : 0.001 M 수산화나트륨용액의 역가

2) 이온 크로마토그래피법

가) 이온 크로마토그래프 측정조건

- 칼럼 : IonPac AS12A (4.6 mm I.D. × 250 mm, 5 µm) 및 IonPac AG12A guard column (4 mm I.D × 50 mm) 또는 이와 동등한 것
- Suppressor : ADRS 600(4 mm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 30℃
- 이동상 : 3.2 mM 탄산나트륨/1.9 mM 탄산수소나트륨용액
- 유속 : 0.8 mL/min

나) 정성시험

시험용액 및 표준용액을 각각 50 µL씩 사용하여 가) 이온 크로마토그래프 측정

조건에 따라 이온 크로마토그래피를 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 아황산이온(SO_3^{2-})의 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

다) 정량시험

나) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 아황산이온 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

나) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 크로마토그램의 아황산이온(SO_3^{2-})의 피크면적을 측정하여 미리 작성한 검량선을 이용하여 시험용액 중 이산화황의 양을 구한다.

<검량선의 작성>

표준원액을 단계별로 희석하고 50 μL 씩을 취하여 가) 이온 크로마토그래프 측정조건에 따라 이온 크로마토그래피를 행하고, 얻어진 크로마토그램으로부터 아황산이온(SO_3^{2-})의 피크면적을 측정한 후 이를 이산화황 표준용액의 농도에 대하여 플롯(plot)하여 검량선을 작성한다.

2-56 오쏘페닐페놀, 티아벤다졸, 비페닐 및 이마잘릴 시험법

가. 분석원리

목재류에서 용출되는 오쏘페닐페놀, 티아벤다졸, 비페닐 및 이마잘릴을 액체크로마토그래프로 측정한다.

나. 장치

액체크로마토그래프

다. 표준용액

1) 표준원액

오쏘페닐페놀(o-phenyl phenol), 티아벤다졸(thiabendazole), 비페닐(biphenyl) 및 이마잘릴(imazalil) 20 mg씩을 정밀히 달아 각각 메탄올에 녹여 20 mL로 한 액을 각각의 표준원액으로 한다.

2) 혼합표준용액

오쏘페닐페놀 표준원액 7.3 mL, 티아벤다졸 표준원액 1.8 mL, 비페닐 표준원액 0.9 mL 및 이마잘릴 표준원액 0.6 mL씩을 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣은 다음 메탄올을 가하여 100 mL로 한 액을 혼합표준용액으로 한다(오쏘페닐페놀 73 µg/mL, 티아벤다졸 18 µg/mL, 비페닐 9 µg/mL, 이마잘릴 6 µg/mL).

라. 시험용액의 조제

20% 에탄올을 침출용액으로 하여 2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액 20 mL에 물 20 mL를 가하여 잘 혼합한다. 이때 용출은 시험관 또는 네슬러관을 사용한다. 미리 메탄올 5 mL를 통과시킨 후 다시 물 5 mL를 통과시켜 활성화시킨 C₁₈카트리지에 시험용액을 서서히 주입한다. 이어서 메탄올로 서서히 용출시킨 액 2 mL를 취하여 시험용액으로 한다.

마. 시험조작

1) 액체크로마토그래프 측정조건

- 칼럼 : C₁₈(4.6 mm I.D. × 250 mm, 5 µm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃
- 검출기 : 자외부흡광검출기(파장 : 230 nm)
- 이동상 : A : 물 1 L에 인산 2.5 mL를 가한 액
B : 95% 아세토니트릴 1L에 인산 2.5 mL를 가한 액

- 유속 : 분당 1 mL
- 농도기울기 : A : B(100 : 0)에서 A : B(0 : 100)까지의 직선 농도기울기를 20분간 실시한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.

2) 정성시험

시험용액 및 혼합표준용액을 각각 20 μ L씩 사용하여 1) 액체크로마토그래프 측정 조건에 따라 액체크로마토그래피를 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 혼합표준용액 크로마토그램의 오쏘페닐페놀, 티아벤다졸, 비페닐 또는 이마잘릴 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 오쏘페닐페놀, 티아벤다졸, 비페닐 또는 이마잘릴 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 혼합표준용액 크로마토그램의 오쏘페닐페놀, 티아벤다졸, 비페닐 또는 이마잘릴 피크면적을 측정하여 시험용액 중 각 성분의 양을 구한다(단, 농축배수 10을 보정해준다).

4) 확인시험

시험용액 크로마토그램과 혼합표준용액 크로마토그램의 오쏘페닐페놀, 티아벤다졸, 비페닐 또는 이마잘릴 피크검출시간이 일치하는 경우에는 다음의 <측정조건>에 따라 기체크로마토그래피/질량분석을 행하고, 얻어진 질량스펙트럼으로부터 검출된 피크가 해당물질인 것을 확인한다.

<측정조건>

- 칼럼 : DB-5 캐필러리 칼럼(0.25 mm I.D. $\times$ 30 m, 0.25 μ m) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃에서 1분간 유지한 후 매분 10℃씩 온도를 높여 300℃에 도달하도록 한 후 5분간 유지한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 주입부온도 : 220℃
- 주입방식 : 스플릿(10 : 1)
- 검출기 : 질량분석기(스캔모드)
- 이온화방법 : EI mode
- 이온화전압 : 70 eV
- 운반기체 : 헬륨(유속 : 분당 1 mL)

2-57 아세트알데히드 시험법

가. 분석원리

폴리에틸렌테레프탈레이트에서 용출되는 아세트알데히드를 기체크로마토그래프로 측정한다.

나. 장치

기체크로마토그래프

다. 표준용액

1) 표준원액

아세트알데히드 60 mg을 정밀히 달아 침출용액에 녹여 100 mL로 한 액을 표준원액으로 한다. 시험 때 마다 조제하며 시험과정 중 2~4℃를 유지한다.

2) 표준용액

표준원액 1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣은 다음 침출용액을 가하여 100 mL로 한 액을 표준용액으로 한다(아세트알데히드 6 µg/mL). 시험 때 마다 조제하며 시험과정 중 2~4℃를 유지한다.

라. 시험용액의 조제

2-6 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

마. 시험조작

1) 기체크로마토그래프 측정조건

- 칼럼 : PLOT U 캐필러리 칼럼(0.25 mm I.D. × 25 m, 8 µm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40℃에서 2분간 유지하고 분당 20℃씩 온도를 높여 140℃에 도달하도록 한 후 5분간 유지한다. 다시 분당 20℃씩 온도를 높여 190℃에 도달하도록 한 후 5분간 유지한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 주입부 온도 : 160℃
- 주입방식 : 스플릿리스
- 검출기 : 불꽃이온화검출기
- 검출기온도 : 180℃
- 운반기체 : 질소 또는 헬륨(유속 : 분당 1 mL)

2) 정성시험

시험용액 및 표준용액 6 mL씩을 취하여 각각 20 mL 유리제 바이알에 넣고 각

액에 마그네틱바를 넣고 잘 밀봉한다. 밀봉한 각 바이알을 70℃로 유지하면서 10분간 일정한 속도로 교반하여 내부를 안정화시킨다. 각 바이알의 헤드스페이스 부분에 가스타이트 주사기를 꽂아 기체 1 mL를 취하여 1) 기체크로마토그래프 측정조건에 따라 기체크로마토그래프를 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 아세트알데히드의 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

3) 정량시험

2) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 아세트알데히드 피크검출시간이 일치할 때에는 다음의 시험을 한다.

2) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 크로마토그램의 아세트알데히드의 피크면적을 측정하여 미리 작성한 검량선을 이용하여 시험용액 중 아세트알데히드의 양을 구한다.

<검량선의 작성>

표준원액을 단계별로 희석하고 6 mL씩을 취하여 각각 20 mL 유리제 바이알에 넣고 각 액에 마그네틱바를 넣고 잘 밀봉한다. 밀봉한 각 바이알을 70℃로 유지하면서 10분간 일정한 속도로 교반하여 내부를 안정화시킨다. 각 바이알의 헤드스페이스 부분에 가스타이트 주사기를 꽂아 기체 1 mL를 취하여 1) 기체크로마토그래프 측정조건에 따라 기체크로마토그래프를 행하고, 얻어진 크로마토그램으로부터 아세트알데히드 피크면적을 측정한 후 이를 농도에 대하여 플롯(plot)하여 검량선을 작성한다.

2-58 원유통의 견고성 시험법

가. 낙하시험법

원유통에 물을 가득 채우고 높이 30 cm에서 통을 30도 기울여 콘크리트 기초 또는 이와 동등한 견고한 수평면 위로 3회 낙하시켜 변형 및 파괴가 있는지를 관찰한다.

나. 누수시험법

낙하시험이 끝나면 그 통에 물을 채우고 외부를 깨끗이 닦은 다음 2일간 누수가 있는지를 관찰한다.

2-59 총휘발량 시험법

가. 분석원리

고무제 젓꼭지를 200℃에서 4시간 가열하여 가열 전·후의 무게 차이를 통해 휘발성 물질의 양을 측정한다.

나. 장치

건조오븐

다. 시험조작

1) 시료준비

가) 시료를 용기의 벽면에 닿지 않도록 주의하며 끓는 물에 10분간 담근다.

나) 온도 $23\pm 2^{\circ}\text{C}$ 및 상대습도 $50\pm 5\%$ 의 대기 중에서 최소 40시간 동안 건조하며, 본 실험 전까지 이 상태를 유지한다.

2) 시험조작

가) 약 10 g의 시료를 약 2 cm^2 의 크기로 세절한 후, 상온에서 데시케이터에 48시간 동안 넣어둔다.

나) 미리 항량시켜 무게를 알고 있는 증발접시에 시료를 넣고 $\pm 0.1\text{ mg}$ 까지 정밀하게 무게를 측정한다.

다) 시료가 담긴 증발접시를 $200\pm 5^{\circ}\text{C}$ 건조오븐에 넣고 4시간 동안 건조시킨 후 데시케이터 중에 방냉한다.

라) 이를 식힌 후 칭량하여 증발접시의 전·후의 무게 차이를 통해 휘발성물질의 양(%)을 구한다.

V. 재검토기한

「행정규제기본법」 제8조 및 「훈령·예규 등의 발령 및 관리에 관한 규정」에 따라 2017년 1월 1일을 기준으로 매 3년이 되는 시점(매 3년째의 12월 31일까지를 말한다)마다 그 타당성을 검토하여 개선 등의 조치를 하여야 한다.

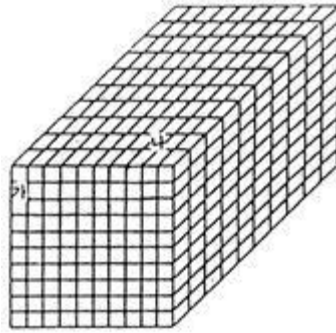
[별표 1] 난수표

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
1	95767	26878	94971	75204	64775	52647	35672	97456	89815	16767	1
2	81934	99378	73901	46997	11173	80744	51957	50801	25785	40475	2
3	64959	10235	55441	87439	04966	96170	22582	13512	60227	81391	3
4	88488	81729	60733	84690	94315	10841	99296	47844	87998	01066	4
5	22306	61346	09026	66275	78204	11563	67457	69438	98753	23478	5
6	01436	13553	53487	19706	30740	83272	69602	99251	81599	79264	6
7	35962	90832	21604	29620	01151	81945	61894	91583	41133	83955	7
8	80319	01462	60338	69763	32812	84076	10555	88707	92309	34505	8
9	32141	01977	57874	25052	11567	35505	04797	21900	81703	11848	9
10	99197	78637	67636	35765	36871	22555	94013	15118	81620	76730	10
11	04030	88194	08580	86080	76119	62260	81248	51732	89078	21940	11
12	99835	54210	80413	82015	07459	93910	93694	41184	65698	31977	12
13	26400	63946	83204	36388	30497	24021	93962	25555	00357	93441	13
14	64363	11259	59066	92948	72291	31804	82029	15789	04683	34455	14
15	82878	87304	33618	19490	88779	38883	14481	77089	58544	22761	15
16	19485	82792	88195	31877	74902	13212	02514	47152	17292	62081	16
17	72762	47963	14380	96130	74633	21388	22096	24987	50056	26487	17
18	53747	17433	51614	97763	90426	47833	58245	14890	77303	35338	18
19	84760	29591	96142	02207	79847	89559	66803	15461	39639	23187	19
20	42365	42338	66105	03782	83727	14200	57263	85617	95577	88654	20
21	44336	05322	04540	75989	51385	52279	16661	91446	48811	25346	21
22	52930	61970	05808	22807	85460	22723	61318	23281	63426	69030	22
23	50436	54490	50650	59386	25572	23267	44039	08759	33702	34580	23
24	24980	54548	49428	91704	86913	92940	86923	22428	47877	20510	24
25	94186	95540	75071	10076	10263	27664	98534	81171	61507	74976	25

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
26	12359	46569	11050	90529	49289	94545	02258	20678	18898	50931	26
27	57132	49387	74792	50937	62339	43401	82825	03692	37836	68752	27
28	71239	49511	07466	15364	86050	31093	16730	73587	79875	43576	28
29	03935	83975	28893	66615	14015	22410	90938	35961	36373	84810	29
30	72801	73777	79101	26592	45424	00899	78462	74336	60478	13852	30
31	80252	11587	10862	11627	89857	07788	46817	55863	35713	44712	31
32	69388	92356	81282	33832	56676	35132	07119	27613	01304	70032	32
33	40225	60304	13526	47601	12751	19233	02057	28447	46676	29541	33
34	59925	62338	78784	63228	82603	31755	72733	80303	91066	52537	34
35	31172	89780	95384	51947	13841	74371	81016	39798	26690	00978	35
36	45587	42590	08443	20404	15100	74747	50642	34480	68080	23169	36
37	37819	60911	94740	05536	94042	17969	36747	92151	07501	67660	37
38	51402	74213	01105	15098	61470	23047	28521	58559	59305	08761	38
39	93873	99143	82254	53647	11010	68668	25888	36209	65412	00066	39
40	97645	51836	11835	99276	86466	67647	60834	30704	06711	11128	40
41	13123	15323	24885	74046	49145	99982	48231	26711	87670	22062	41
42	72110	70217	23475	48152	83457	01585	90915	69308	89090	77158	42
43	13751	40714	99330	05232	97056	40788	70005	36274	78649	50897	43
44	83809	98109	48292	06947	15924	08787	03919	72577	12906	80694	44
45	46264	57933	37607	58926	60772	62523	66260	95270	46469	45110	45
46	97426	78630	06115	44047	42350	88455	61426	08812	04255	87718	46
47	74715	09140	90315	03927	82118	00800	14314	06984	88951	10983	47
48	92481	55828	20144	77853	18100	13196	12279	20903	01252	00731	48
49	40176	70724	99476	34567	10214	97743	15770	78474	75691	59930	49
50	90176	19360	74015	89080	36337	40242	39621	71369	72350	73430	50

※ 난수표 사용방법

아래의 그림과 같이 농산물이 든 상자가 가로, 세로, 높이 각 10개씩 1,000상자가 쌓여 있다고 할 때 난수표를 사용하여 검체를 채취할 상자를 선정하는 것을 설명하면 다음과 같다.



- ① 임의로 한 상자를 선택한다.

예 : 임의로 왼쪽 끝의 위에서 두 번째 상자를 선택하였다면 위 그림의 “가”에 해당된다.

- ② 난수표의 한 지점을 임의로 선택한다.

예 : 임의로 난수표의 한 지점을 선택한 결과 3번 칸, 25번 줄 위치에 있는 다섯 숫자(7 5 0 7 1)중에서 네번째 숫자인 7을 선택하였다.

- ③ 난수표에서 선택한 숫자로부터 임의로 가로, 세로 또는 위, 아래 방향으로 세 개 숫자를 읽는다.

예 : 선택된 숫자인 7로부터 가로 방향으로 읽기로 하였다면 7, 1, 1로 읽혀진다.

- ④ 읽혀진 숫자에 따라 세 방향으로 상자를 세어 검체채취할 상자를 선정한다.

예 : 오른쪽, 위의, 안쪽으로 숫자를 세기로 하였다면 위 그림에서 오른쪽으로 7번째, 윗쪽으로 1번째, 안쪽으로 1번째에 있는 상자 즉, 위 그림의 “나”가 검체를 채취할 상자가 된다.

[별표2] 검체채취내역서

① 검 사 의 퇴 번 호		② 제 품 명	
		③ 제 조 번 호 또는 유 통 기 한	
④ 채 취 일 자	년 월 일 시 분	⑤ 채 취 량	
⑥ 채 취 목 적	○ 감시계획 ○ 조사연구 ○ 기타()	⑦ 제 품 유 형	
		⑧ 검 사 항 목	
⑨ 검 체 채 취 시 보관 및 운반상태 _____	○ 실온 ○ 냉장 ○ 냉동 ○ 기타() _____	⑩ 채 취 자	소속 :
			성명 ⑨인
		⑪ 인 수 자	소속 :
			성명 ⑨인
※ 기타 정밀검사시 참고할 사항			

[별표3] 식별표

검체채취 식별표

①채취일자	년 월 일	②채취량	() mL () kg () 개 () 기타
③채취목적	○수입식품등 검사	④채취자	식품안전관리과/ 수입관리과 ○ ○ ○

OO지방식품의약품안전청

[별표4] 기구 및 용기·포장에 사용되는 물리적 재생 합성수지제 기준

1. 정의

물리적 재생 합성수지제는 식품용으로 사용된 적이 있는 합성수지제로서 수거·선별을 거쳐 분쇄·세척 및 용융 등의 물리적인 재생처리를 통해 기구 및 용기·포장을 제조하기 위해 사용하는 원료상태의 것을 말한다. 다만, 기구 및 용기·포장 중 식품과 접촉하지 않는 부분에 사용하는 경우에는 이 기준을 적용하지 아니한다.(합성수지를 화학적으로 재생한 원료, 기구 및 용기·포장의 제조공정에서 발생하는 자투리 및 공정부산물 등은 해당되지 아니한다.)

2. 제조기준

가. 투입원료

- 1) 합성수지제를 분쇄·세척하여 제조한 플레이크(flake) 등 투입 원료는 「식품용기 사용 재생원료 기준」(환경부 고시)에 적합한 것이어야 한다.

나. 재생공정

- 1) 전체 재생공정, 설비 및 운영조건(온도, 압력, 시간 등) 등은 재생 합성수지제의 안전성 및 품질을 확보할 수 있도록 적절하게 유지되어야 한다.
- 2) 인위적 오염물질 제거시험 등을 실시하여, 최종 제품의 안전성 및 품질을 입증할 수 있는 과학적인 자료를 확보하여야 한다.
- 3) 제조 품질 관리 보증을 위하여 표준작업절차서(SOP)를 포함한 위생 및 품질관리 사항 등을 정하여 관리하여야 한다.

3. 인위적 오염물질 제거기준

해당 합성수지제에 물리·화학적 성질을 대표할 수 있는 화학물질로 투입원료를 인위적으로 오염시켜 재생공정에 따라 처리를 한 후, 인위적 오염물질 제거시험을 통해 다음 중 어느 하나의 기준을 충족함을 확인함으로써 안전성을 입증하여야 한다.

가. 용출 기준

- 1) PET의 인위적 오염물질 용출량은 각각 0.01 mg/L 이하이어야 한다.

나. 잔류 기준

- 1) PET의 인위적 오염물질 잔류량은 각각 0.22 mg/kg 이하이어야 한다.

다. 제거율 기준

- 1) 인위적 오염물질의 잔류오염물질농도(C_{res})는 제거효율을 측정하여 아래와 같이 산출한다.

$$잔류오염물질농도(C_{res}) = 3 \text{ mg/kg PET} \times (1 - (\text{제거효율}(\%)^*/100))$$

* (재생공정 전의 인위적 오염물질 농도 - 재생공정 후의 인위적 오염물질 농도) ÷ 재생공정 전의 인위적 오염물질 농도 × 100

- 2) 시험에 사용되는 인위적 오염물질 별로 위해를 무시할 수 있는 농도(C_{mod})는 다음 표와 같다.

인위적 오염 물질	분자량(Da)	$C_{mod}(\text{mg/kg PET})$
Chlorobenzene	113	0.09
Toluene	92	0.09
Benzophenone	182	0.16
Methyl salicylate	152	0.13
Methyl stearate	298	0.32
Phenylcyclohexane	160	0.14

- 3) 인위적 오염물질 제거시험을 실시한 결과에 따라 잔류오염물질농도(C_{res})와 위해를 무시할 수 있는 농도(C_{mod})를 비교하여 아래와 같이 안전성을 판단한다.

결 과	판 단
$C_{res} < C_{mod}$	안전성 우려 없음
$C_{res} \geq C_{mod}$	안전성 재검토 필요

라. 인위적 오염물질 제거 시험법

- 1) 인위적 오염물질의 종류와 농도

가) 시험에 사용하는 인위적 오염물질 종류는 회수선별된 합성수지의 사용 용도, 소비 형태, 회수 방법, 화학적 성질(극성 또는 휘발성) 등을 고려하여, 아래의 물리적·화학적 성질의 물질별로 각각 1개씩 총 4개 물질과 필요한 경우 중금속을 선정하여야 한다. 다만, 타당한 사유가 있는 경우에는 아래 물질 외에 같은 성질의 다른 물질도 사용할 수 있다.

구분	인위적 오염물질
극성·휘발성 물질	Chlorobenzene
비극성·휘발성 물질	Toluene
극성·비휘발성 물질	Benzophenone, Methyl salicylate
비극성·비휘발성 물질	Methyl stearate, Phenylcylcohexane
중금속	Copper(II) 2-ethylhexanoate

나) 시험에 사용하는 인위적 오염물질의 농도는 아래와 같다. 다만, PET의 중금속 오염시험의 경우에는 최종 제품이 「기구 및 용기·포장의 기준 및 규격」의 제도가공기준(납, 카드뮴, 수은, 6가크롬의 합은 100 mg/kg 이하)에 적합한 경우 생략이 가능하다.

인위적 오염물질		농도(배합비)
극성·휘발성 물질	Chlorobenzene	10 v/v%
비극성·휘발성 물질	Toluene	10 v/v%
극성·비휘발성 물질	Benzophenone, Methyl salicylate	1 v/v%
비극성·비휘발성 물질	Methyl stearate, Phenylcylcohexane	1 w/w%
중금속	Copper(II) 2-ethylhexanoate	1 w/w%

또한, 인위적 오염물질 혼합용액의 제조에 사용하는 용매는 다음 표와 같다.

용매	농도(배합비)
2-Propanol(Cu(II) 2-ethylhexanoate의 용매)	10 v/v%
Hexane 또는 Heptane(오염물질 전체의 용매)	68 v/v%

- 다) 인위적 오염물질의 양을 확인하기 위한 시험법은 「기구 및 용기·포장의 기준 및 규격」의 시험법을 이용할 수 있으며, 동 기준 및 규격의 시험법을 이용하기 어려운 경우에는 식품의약품안전처장이 인정한 시험방법, 한국산업표준, ISO (International Organization for Standardization), CEN (European Committee for Standardization) 등 국내·외에서 공인된 방법을 사용하여야 한다. 다만, 공인된 방법이 없거나 더 타당하다고 인정되는 경우 자체적으로 확립된 시험방법을 사용할 수 있으며, 이 경우에는 유럽위원회 JRC(Joint Research Centre) 지침 등 국제적으로 통용되는 방법을 통해 시험방법의 타당성(Validation)을 확인하여야 한다.
- 라) 시험은 신뢰성이 확보된 시험검사기관에서 수행한다. 다만, 부득이한 사유가 있는 경우 자체적으로 시험할 수 있다.

2) 오염 방법 및 재생처리

가) 오염은 조제한 인위적 오염물질 혼합용액을 시료에 충전하거나 시료 전체를 침지시키는 방법으로 행한다. 이때 농도, 온도(40℃), 시간(2주간)은 충분히 평형에 도달하도록 설정한다.

나) 오염시킨 시료를 실제 재생공정과 동등한 조건에서 재생 처리를 한다.

다) 용출시험은 최종제품의 용도(식품의 종류, 사용온도·시간 등)를 고려하여 용출조건(침출용매, 용출온도·시간)을 설정하고 인위적 오염물질의 용출량을 측정한다. 다만, 용출조건은 「기구 및 용기·포장의 기준 및 규격」의 시험법보다 완화된 조건을 적용하여서는 아니 된다.

4. 최종 제품 기준

가. 「기구 및 용기·포장의 기준 및 규격」에 적합하여야 한다.

나. 재생 합성수지를 이용하여 제조·가공한 기구 및 용기·포장 제품은 해당 사용조건(용도, 사용온도, 사용 식품의 종류 등)에서 안전성 및 품질 등에 문제가 있어서는 아니 된다.

[별표5] 재생원료 인정 신청 시 제출 자료

1. 재생공정에 투입하는 원료에 관한 서류	
가. 투입 원료에 대한 자료	1) 투입 원료의 제조업체 정보 2) 투입 원료의 특성에 관한 자료
나. 「식품용기 사용 재생원료 기준」(환경부 고시)에 적합함을 입증하는 자료	1) 식품용 재생원료 생산 확인서 2) 수입 기구 및 용기·포장의 경우 등, 고시에 적합함을 입증할 수 있는 자료
2. 재생공정에 관한 서류	
가. 재생방법의 특성에 대한 자료	1) 재생원리, 방법에 대한 설명 2) 재생공정의 특징 설명
나. 전체 재생공정에 대한 자료	1) 전체 공정 흐름도 2) 공정 단계별 목적, 처리방법, 내용 등에 대한 상세한 자료
다. 오염물질 제거공정에 대한 상세자료	1) 오염물질 제거 공정 원리 2) 오염물질 제거 방법 3) 오염물질 제거공정 설비 운영조건(온도, 압력, 시간 등)에 대한 상세자료
라. 재생공정의 분석 및 평가에 관한 자료	1) 재생공정 효율 2) 오염물질 제거공정 운영조건(온도, 기타 조건 등의 변동범위)에 대한 자료
3. 오염물질 제거방법에 관한 서류	
가. 인위적 오염물질의 오염 처리에 관한 자료	1) 오염물질의 종류, 특성, 선정 사유 2) 오염물질의 오염처리, 농도 등 상세한 오염 방법
나. 인위적 오염물질의 제거에 관한 자료	1) 오염물질의 농도를 확인에 사용한 상세한 시험방법 2) 오염물질의 제거 시험 단계별 상세 시험자료
다. 인위적 오염물질을 이용한 제거시험 결과	1) 인위적 오염시험 결과 2) 재생공정에서 오염물질을 제거할 수 있음을 설명하는 자료

4. 그 밖에 법 제9조의2제1항에 따른 기준에 적합한지 판단하기 위하여 필요하다고 식품의약품안전처장이 정하여 고시하는 서류	
가. 기구 및 용기·포장의 기준·규격에 대한 공인시험성적서	
나. 재생원료에 관한 정보	1) 재생원료의 성상(사진 포함), 특성, 포장방법(포장재, 포장단위 등), 보관방법 및 표시사항 2) 기구 및 용기·포장 제조·가공 시 사용방법, 주의사항
다. 기구 및 용기·포장 제품의 사용 정보	1) 기구 및 용기·포장 제품의 사용조건(용도, 사용온도 등) 2) 기구 및 용기·포장 제품을 사용하고자 하는 식품의 종류 3) 기구 및 용기·포장 제품을 사용할 때 주의사항
라. 품질보증에 대한 자료	1) 품질보증을 위한 관리방법 및 이와 관련된 자료 2) 품질보증과 관련된 인증서 3) 기타 안전확보를 위하여 관리중인 사항(공정, 설비, 작업자교육 등)

※ 제출을 생략한 자료에 대해서는 그 사유를 제출

기구 및 용기·포장의 기준 및 규격 개정 주요사항 일람표

순위	부령 또는 고시번호 (공포(고시)일→시행일)	주요 공포(고시) 내용 및 경과조치등
1	○ 법률 1007호 (1962.1.20)	○ 기구 및 용기·포장에 대한 기준 및 규격을 제정할 수 있는 법적 근거 마련
2	○ 보건사회부령 249호 (1969.4.15→1969.4.15)	○ 기구, 용기 및 포장에 대한 9개 항의 기준 및 규격과 합성수지제, 금속제, 포유기구에 대한 시험방법 제정 공포 부 칙 이 영은 공포한 날로부터 시행한다.
3	○ 보건사회부령 376호 (1971.6.1→1971.6.1)	○ 도자기제 또는 법랑도포 기구 또는 용기포장에 대한 기준규격과 시험 방법 신설 부 칙 ① (시행일) 이 영은 공포한 날로부터 시행한다. ② (폐지법령) 유등의 성분규격 등에 관한 규정과 식품의 규격 및 기준을 폐지한다.
4	○ 보건사회부령 415호 (1973.6.29→1973.6.29)	○ 기구·용기 및 포장을 수리하는데 사용되는 금속에 대한 안티몬 기준 규격 강화(50%→5%) 부 칙 이 영은 공포한 날로부터 시행한다.
5	○ 보건사회부령 501호 (1975.12.2→1975.12.2)	○ 염화비닐수지제, 셀로판제, 종이또는가공지제 기구·용기 및 포장에 대한 시험방법 신설 부 칙 이 규칙은 공포한 날로부터 시행한다.
6	○ 보건사회부령 540호 (1976.11.17→1977.2.15)	○ 유리제 기구·용기 및 포장에 대한 시험방법 신설 부 칙 ① (시행일) 이 규칙은 공포한 날로부터 시행한다. 다만, 인트턴트면류 및

순위	부령 또는 고시번호 (공포(고시)일→시행일)	주요 공포(고시) 내용 및 경과조치등
		유산균음료에 관한 개정부분과 유리제의 기구·용기 및 포장의 시험방법에 관하여는 이 규칙 공포 후 90일이 경과한 날로부터 시행한다. ② (경과조치) 이 규칙 시행당시 종전의 규정에 의하여 제조·가공된 인스턴트면류와 이 규칙 시행전에 제조된 유리제의 기구·용기 및 포장은 이 규칙에 의하여 제조·가공된 것으로 본다.
7	○ 보건사회부령 551호 (1977.2.14→1977.3.16)	○ 폐 지
8	○ 보건사회부고시제7호 (1977.2.14→1977.3.16)	○ 신 설
9	○ 보건사회부고시제38호 (1977.12.31→1978.1.31)	○ 도자기제, 범랑도포, 유리제, 용기류에 대한 기준·규격 개정 및 도자기제, 용기류 또는 범랑도포의 기구, 용기, 유리제 기구, 용기 및 포장 시험방법 개정 부 칙 이 고시는 공포 후 30일이 경과한 날로부터 시행한다.
10	○ 보건사회부고시제30호 (1978.7.24→1978.8.24)	○ 도자기제 또는 범랑 도포의 기구·용기의 납, 비소, 카드뮴 시험방법 개정 ○ 종이 또는 가공지제 용기 및 포장 중 형광증백제 시험방법 개정 부 칙 이 고시는 공포 후 30일이 경과한 날로부터 시행한다.
11	○ 보건사회부고시제57호 (1980.1.4→1980.1.4)	○ 종이 또는 가공지제 기구·용기 및 포장 중 형광증백제 시험방법 중 “검체에 직접”을 “검체의 식품과 접촉하는 면 또는 접촉할 우려가 있는 면을”로 개정 부 칙 이 고시는 공포한 날로부터 시행한다.
12	○ 보건사회부고시제83-9호 (1983.1.24→1984.1.16)	○ 전류를 직접 통하게 하는 장치를 가진 기구의 전극에 사용할 수 있는 금속으로 알루미늄 및 백금 추가 ○ 에틸렌수지·프로필렌수지, 스티렌수지 및 염화비닐리덴수지제 기구·용기 및 포장에 대한 시험방법 신설

순위	부령 또는 고시번호 (공포(고시)일→시행일)	주요 공포(고시) 내용 및 경과조치등
		부 칙 이 고시는 1984년 1월 16일부터 시행한다.
13	○ 보건사회부고시제83-54호 (1983.12.31→1984.1.16)	○ 전분 등 식용물질이 식품과 접촉하는 면에 접촉되어 있는 용기 또는 포장에 증발잔류물 예외규정 신설 ○ 합성수지제 시험방법 중 포름알데히드를 주원료로하는 합성수지제 대하여 과망간산칼륨 예외조항 추가 ○ 종이제 또는 가공지제 시험방법 중 다류봉지 시험방법 개정(10분간 끓여서→95℃에서 5분 방치) 부 칙 이 고시는 1984년 1월 16일부터 시행한다.
14	○ 보건사회부고시제84-81호 (1984.11.26→1984.12.1)	○ 용기류 기구·용기의 규격 중 납 규격 개정 (0.1ppm→1.0ppm) 부 칙 이 고시는 1984년 12월 1일부터 시행한다.
15	○ 보건사회부고시제85-6호 (1985.1.18→1985.1.21)	○ 도자기제, 용기류 또는 범랑도포의 기구용기 시험방법 중 납의 디티존법 및 원자흡광광도법 중 시험용액 채취량 개정 부 칙 이 고시는 1985년 1월 21일부터 시행한다.
16	○ 보건사회부고시제85-26호 (1985.4.4→1985.4.4)	○ 포유기구는 납 또는 아연을 함유한 고무로 제조하여서는 안된다는 규정을 삭제하고 포유기구에 대한 시험방법 신설 부 칙 이 고시는 고시한 날부터 시행한다.
17	○ 보건사회부고시제86-5호 (1986.1.30→1986.2.28)	○ 종이 또는 가공지제 기구·용기 및 포장의 시험방법 중 내프킨에 대해서는 형광증백제만을 적용하도록 조항 추가

순위	부령 또는 고시번호 (공포(고시)일→시행일)	주요 공포(고시) 내용 및 경과조치등
		부 칙 이 고시는 1986년 2월 28일부터 시행한다.
18	○ 보건사회부고시제87-56호 (1987.8.28→1987.9.25)	○ 원재료 규격 중 위생관 관련 조항에서 “이중권체로 된 것을 말한다” 삭제 부 칙 이 고시는 1987년 9월 25일부터 시행한다.
19	○ 보건사회부고시제88-40호 (1988.6.15→1988.6.15)	○ 식품공전 제5장에서 제6장으로 변경 부 칙 1. (시행일) ① 이 고시는 고시한 날로부터 시행한다. ② 이 고시 중 식품위생법시행규칙 제5조의 규정에 의한 표시기준을 제외한 표시기준은 고시일로부터 1년이 경과한 날로부터 시행한다. ③ 이 고시 중 제4. 식품별 기준 및 규격의 17. 인삼제품, 제5. 식품접객·조리판매품 등에 대한 미생물 권장규격과 제6. 기구 및 용기·포장의 기준·규격을 제외한 식품 기준·규격은 1988년 12월 31일까지 종전의 고시를 적용한다. 2. (폐지규정) 식품등의 규격 및 기준(보건사회부고시 제87-71호 : 87.10.16)은 1989년 1월 1일부터 폐지한다. 다만, 제5. 기구·용기 및 포장의 규격기준 및 원재료의 규격, 제11. 냉면육수등의 미생물에 관한 권장규격은 이 고시의 고시일로부터 폐지한다. 3. (자가기준 및 규격을 정하여야 하는 제품에 대한 경과조치) 식품위생법 제7조제2항 및 제9조제2항의 규정에 의하여 자가기준 및 규격을 정하여야 하는 식품·기구 및 용기·포장이 이 고시 중 제4. 식품별 기준 및 규격과 제6. 기구 및 용기포장의 기준규격에 해당되는 때에는 별도의 자가기준 및 규격검토 승인을 받지 아인한다. 4. (품목제조 허가사항 변경허가에 대한 경과조치) 식품위생법 제22조제3항의 규정에 의하여 이 고시 시행이전에 품목제조허가를 받은 식품이 이 고시에 적합하지 아니한 때에는 1988년 12월 31일까지 품목 제조허가 사항변경 허가를 받아야 한다.

순위	부령 또는 고시번호 (공포(고시)일→시행일)	주요 공포(고시) 내용 및 경과조치등
20	○ 보건사회부고시제89-60호 (1989.10.23→1989.10.23)	○ 기구 및 용기·포장 제조시 디옥틸프탈레이트 사용금지 조항 신설 부 칙 이 고시는 고시한 날부터 시행한다.
21	○ 보건사회부고시제94-28호 (1994.7.22→1994.7.22)	○ 기구 및 용기·포장의 기준 및 규격 자구수정 부 칙 제1조(시행일) 이 고시는 고시한 날로 부터 시행한다. 단, 제3. 식품일반에 대한 공통기준 및 규격 8. 식품의 표시기준 2) 영양성분 표시사항 중 (2) 영양정보표시규정은 고시일로부터 1년이 경과한 날로부터 시행하고, (3) 영양소 등 함량강조표시규정은 고시일로부터 6월이 경과한 날로부터 시행하며 보건사회부 고시 제1993-102호('93.12.31) 및 1994-6호('94.3.7)의 고시내용은 1995. 1. 3부터 시행한다. 제2조(경과조치) • 기준·규격의 적용관련 이 고시에서 정한 기준·규격이 이 고시 시행전의 공정기준·규격 또는 자가기준·규격으로 제조(가공)·수입·판매 되고 있는 식품의 기준·규격 보다 강화된 경우에는 1994. 12. 31 까지 종전의 기준·규격에 의할 수 있다. • 표시기준 변경 관련 이 고시 시행전의 공정기준·규격 또는 자가기준·규격으로 제조(가공)·수입·판매 되고 있는 식품의 표시기준이 이 고시에서 정한 표시기준과 다른 경우 종전의 규정에 따라 표시된 포장지 등 인쇄물은 1995. 6. 30까지 사용할 수 있다. • 자가기준 및 규격을 정하여야 하는 제품관련 식품위생법 제7조제2항 및 제9조제2항의 규정에 의하여 자가기준 및 규격을 정하여야 하는 식품, 기구 및 용기·포장이 제4. 식품별 기준 및 규격과 제6. 기구 및 용기·포장의 기준 및 규격에 해당되는 때에는 별도의 자가기준 및 규격검토 승인을 받지 아니한다. • 품목제조허가(신고) 사항 변경허가(신고) 관련 식품위생법 제22조의 규정에 의하여 이 고시 시행전에 품목제조허가(신고)를 받은 식품이 이 고시에서 정한 기준·규격에 적합하지 아니한 때에는 1994. 12. 31까지 품목제조허가(신고)사항 변경허가(신고)를 받아야 한다.

순위	부령 또는 고시번호 (공포(고시)일→시행일)	주요 공포(고시) 내용 및 경과조치등
22	○ 보건복지부고시제1995-47호 (1995.9.29→1995.10.1)	○ 도자기제, 법랑도포, 유리제 및 용기류에 대한 기준·규격을 액체를 넣을 수 없는 것과 액체를 넣을 수 있는 것(1.1l 이상 및 1.1l 미만)으로 구분하고 각각에 대한 시험방법 개정 ○ 유리제에 대한 시험방법 삭제(알칼리 시험 삭제됨) 부 칙 제1조(시행일) ①이 고시는 1995년 10월 1일부터 시행한다. 다만, 종전의 고시 중 표시기준에 관한 규정은 이에 관한 보건복지부 고시가 제정·시행될 때까지는 종전의 규정에 의한다. ②이 고시 시행 전에 식품위생법 제7조 제2항의 규정에 의하여 인정받은 식품의 자가기준·규격은 이 고시의 시행일에 폐지된 것으로 본다. 제2조(기준 및 규격의 적용에 대한 경과조치) 이 고시에서 정한 식품 등의 기준·규격이 이 고시 시행 전의 공정기준·규격 또는 자가기준·규격보다 강화된 경우 당해 식품 등의 수입 또는 제조·가공은 1996년 6월 30일까지는 종전의 규정에 의할 수 있다. 제3조(식품 등의 표시기준에 관한 경과조치) 이 고시 시행당시 종전의 공정기준·규격 또는 자가기준·규격으로 허가를 받았거나 신고한 자가 제조·가공·판매 또는 수입하는 식품 등의 표시기준은 1997년 12월 31일까지는 종전의 표시기준에 의할 수 있다. 제4조(영업 및 품목제조허가(신고)에 대한 경과조치) 이 고시 시행 전에 식품위생법 제22조의 규정에 의하여 영업 및 품목허가(신고)를 받은 자 중 이 고시 시행으로 인하여 변경하여야 할 영업 및 품목허가(신고)사항은 1996년 6월 30일까지 허가(신고)요건을 갖추어 변경허가(신고)를 받아야 한다. 제5조(유통기한 적용에 관한 적용 예) 이 고시 시행 전에 종전의 규정에 의하여 제조·가공·수입 또는 유통 중인 식품의 유통기한은 종전의 규정에 의한다.
23	○ 식약청 고시제98-60호 (1998.5.29→1999.1.1)	○ 일반기준을 8개항으로, 재질별규격을 합성수지제 32개(PVC, PE·PP, PS, PVDC, PET, PF, MF, UF, POM, PMMA, PA, PMP, PC, PVA, PU, PB-1, BDR, ABS, MS, PBT, PASF, PAR, HBP, PAN, FR, PPE, Ionomer, EVA, MABS, PEN, silicone, epoxy), 셀로판, 고무제, 종이제 또는가공지제, 금속제, 금속판, 목재류 및 유리,도자기,법랑및용기류으로 확대하고, 시험방법을 일반기준 시험방법, 재질별 규격 시험방법으로 개편

순위	부령 또는 고시번호 (공포(고시)일→시행일)	주요 공포(고시) 내용 및 경과조치등
		부 칙 이 고시는 1999년 1월 1일부터 시행한다.
24	○ 식약청고시제2000-60호 (2000.12.1→2000.12.1)	○ 전류를 직접 통하게 하는 장치를 가진 기구의 전극에 사용할 수 있는 금속에 티타늄 및 스테인레스 추가 ○ 폴리메틸메타크릴레이트를 아크릴수지 개정하고 용출규격 중 메틸메타크릴레이트는 폴리메틸메타크릴레이트에 한하도록 단서조항 추가 ○ 합성수지제 재질별 규격 중 폴리에테르이미드 신설 ○ 에폭시수지 재질규격 중 비스페놀 A 삭제 부 칙 이 고시는 고시한 날부터 시행한다.
25	○ 식약청고시제2001-72호 (2001.11.29→2001.11.29)	○ 합성수지제 재질별 규격 중 폴리페닐렌설파이드, 폴리에테르설폰 신설 ○ 전분제에 대한 기준·규격 및 시험방법 신설 부 칙 이 고시는 고시한 날부터 시행한다.
26	○ 식약청고시제2002-70호 (2002.12.16→2002.12.16)	○ 합성수지제 재질별 규격 중 폴리시클로헥산-1,4-디메틸렌테레프탈레이트, 에틸렌비닐알콜 신설 부 칙 이 고시는 고시한 날부터 시행한다.
27	○ 식약청고시제2004-19호 (2004.3.8→2005.3.9)	○ 일반기준에 톨루엔 잔류기준을 추가하고 톨루엔 시험방법 신설 부 칙 이 고시는 고시 후 1년이 경과한 날부터 시행한다.
28	○ 식약청고시제2004-37호 (2004.5.18→2004.5.18)	○ 에폭시수지 중 BADGE 및 BFDGE 용출규격 및 시험방법 신설 ○ 합성수지제 재질별 규격 중 폴리이미드 신설

순위	부령 또는 고시번호 (공포(고시)일→시행일)	주요 공포(고시) 내용 및 경과조치등
		부 칙 이 고시는 고시한 날부터 시행한다.
29	○ 식약청고시제2004-78호 (2004.10.7→2004.10.7)	○ 폴리우레탄 재질규격 중 납 및 카드뮴을 100 이하로 개정 ○ 합성수지제 재질별 규격 중 폴리에테르에테르케톤, 폴리락타이드 신설 부 칙 이 고시는 고시한 날부터 시행한다.
30	○ 식약청고시제2005-30호 (2005.6.2→2005.6.2)	○ 일반기준에 랩 제조시 DEHA 사용금지 조항 및 시험방법 신설 부 칙 ① (시행일) 이 고시는 고시한 날부터 시행한다. ② (경과조치) 이 고시 시행이전에 제조, 수입된 제품의 경우는 종전의 규정에 따른다.
31	○ 식약청고시제2005-73호 (2005.12.9→2005.12.9)	○ 합성수지제 재질별 규격 중 폴리부틸렌숙시네이트-아디페이트 신설 부 칙 이 고시는 고시한 날부터 시행한다.
32	○ 식약청고시제2006-35호 (2006.8.29→2006.8.29)	○ 폴리락타이드 용출규격 중 전분을 함유한 경우 전분제 용출규격을 적용하도록 단서조항 추가 ○ 합성수지제 용출시험 중 단면용출용 용출기구 추가 ○ 아크릴로니트릴 용출시험법 개정(SPME법 도입) 부 칙 ① (시행일) 이 고시는 고시한 날부터 시행한다. ② (경과조치) 이 고시가 시행되기 전에 제조·수입한 제품의 경우는 종전의 규정에 의한다.
33	○ 식약청고시제2007-12호 (2007.2.28→2007.2.28)	○ 에폭시수지 중 에피클로로히드린 용출규격 및 시험방법 신설 부 칙

순위	부령 또는 고시번호 (공포(고시)일→시행일)	주요 공포(고시) 내용 및 경과조치등
		① 이 고시는 고시한 날부터 시행한다.
34	○ 식약청고시제2007-49호 (2007.7.10→2007.7.10)	○ 염화비닐수지 재질규격 중 디부틸주석화합물 및 크레졸인산에스테르 시험방법 개정 부 칙 ① 이 고시는 고시한 날부터 시행한다.
35	○ 식약청고시제2007-64호 (2007.9.10→2007.9.10)	○ 일반기준 중 식품에 혼화할 우려가 없는 경우 DEHP 사용금지 예외조항 추가 ○ 젓병(젓꼭지 포함) 제조시 DBP, BBP 사용금지 조항 신설 ○ 염화비닐수지 중 DEHP 용출규격 및 시험방법 신설 부 칙 ① 이 고시는 고시한 날로부터 시행한다. ② (경과조치)이 고시가 시행되기 전에 제조·수입한 제품의 경우는 종전의 규정에 의한다.
36	○ 식약청고시제2007-71호 (2007.10.30→2007.12.1)	○ 식품공전 제6장에서 제7장으로 변경 부 칙 ①(시행일) 이 고시는 2007년 12월 1일부터 시행한다. 다만, 제2. 5의 14), 제5. 1. 3)의 (2), 제5. 1. 5)의 (9), 제5. 21-5. 3)의 (5), [별표 4]-1 농산물 농약잔류 허용기준 및 [별표 7]-1 식품중 동물용의약품의 잔류허용기준, 제 10. 15. 클로람페니콜(Chloramphenicol) 시험법은 2008년 1월 1일부터, 제5. 29-18. 즉석섭취·편의식품류는 2008년 2월 1일부터, 제2. 5. 11) (1)의 ② 및 [별표 4]-2 농산물 농약잔류허용기준은 2008년 4월 1일부터, [별표 8]은 2008년 12월 1일부터, 제2. 5. 5) (1)의 ② 메틸수는 기준은 2009년 12월 1일부터, 제10. 25. 방사선 조사식품 검지법은 2010년 1월 1일부터 시행한다. ②(경과조치) 이 고시 시행당시 「식품위생법」에 따라 영업허가를 받았거나 영업신고를 한 자가 종전의 기준 및 규격 등에 따라 제조·가공·판매 또는 수입하였던 식품과 동일한 식품은 2008년 11월 30일 까지는 종전의 규정에 따를 수 있다. 다만, 다음 각 호에 해당하는 식품의 기준 및 규격 등의 적용은 제1항의 시행일을 따라야 한다. 1. 제2. 3. 3)의 식품용수와 관련된 사항

순위	부령 또는 고시번호 (공포(고시)일→시행일)	주요 공포(고시) 내용 및 경과조치등
		2. 제4. 2. 3)의 참깨분 및 대두분의 산가규격 3. 제5의 각 식품유형별 규격 중 보존료 및 산화방지제 4. 제5. 13. 2) (2)의 대두분의 원료의 구비요건 중 유통·보관 조건에 관한 기준 5. 제5. 13. 5) (2)의 두부, 전두부의 대장균군 규격 6. 제5. 19-1. 5) (36)의 영아용 조제식의 규격 중 탄화물 7. 제5. 19-2. 5) (32)의 성장기용 조제식의 규격 중 탄화물 8. 제5. 19-5. 5) (7)의 특수의료용도식품의 규격 중 탄화물
37	○ 식약청고시제2007-73호 (2007.11.5→2007.11.5)	○ 폴리에틸렌테레프탈레이트 중 테레프탈산, 이소프탈산 용출규격 및 시험방법 신설 부 칙 ① 이 고시는 고시한 날로부터 시행한다. ② (경과조치)이 고시가 시행되기 전에 제조·수입한 제품의 경우는 종전의 규정에 의한다.
38	○ 식약청고시제2007-85호 (2007.12.24→2007.12.24)	○ 페놀수지, 멜라민 수지 중 페놀 용출규격 강화 및 요소수지 중 페놀 용출규격 신설 ○ 합성수지제 재질별 규격 중 각각에 대한 정의 대폭 개정 ○ 합성수지제 재질별 규격 중 불소처리된 폴리에틸렌 삭제 ○ 목재류 중 나무젓가락에 대한 이산화황, 올쏘-페닐페놀, 치아벤다졸, 비페닐, 이마자릴 용출규격 및 시험방법 신설 부 칙 ①(시행일) 이 고시는 고시한 날부터 시행한다. ②(경과조치) 이 고시 시행 전에 종전의 기준 및 규격 등에 따라 제조·가공·판매 또는 수입하였던 기구 및 용기·포장은 종전의 규정에 의한다.
39	○ 식약청고시제2008-16호 (2008.3.25→2008.3.25)	○ 폴리카보네이트 재질시험 중 비스페놀 A, 디페닐카보네이트 시험방법 개정 ○ 합성수지제 용출시험법 중 불소이온 삭제 부 칙 ① (시행일) 이 고시는 고시한 날부터 시행한다.

순위	부령 또는 고시번호 (공포(고시)일→시행일)	주요 공포(고시) 내용 및 경과조치등
40	○ 식약청고시제2008-81호 (2008.12.23→2008.12.23)	○ 유리제, 도자기제, 법랑 및 용기류의 납, 카드뮴 규격 강화 ○ 폴리아미드의 4,4'-메틸렌디아닐린 용출규격 신설 ○ 폴리카보네이트 등에 대한 비스페놀 A 용출규격 강화 ○ 금속관과 금속제 규격 통합 및 니켈, 크롬 용출규격 신설 부 칙 제1조(시행일) 이 고시는 고시한 날로부터 시행한다. 제2조(경과조치) 이 고시 시행 당시 접수되어 검사가 진행 중인 사항에 대하여는 종전의 규정을 적용한다.
41	○ 식약청고시제2009-29호 (2009.5.13→2009.5.13)	○ 폴리염화비닐에 대한 디부틸프탈레이트 등 6종 가소제 용출규격 신설 부 칙 제1조(시행일) 이 고시는 고시한 날부터 시행한다. 제2조(경과조치) 이 고시 시행 당시 접수되어 검사가 진행 중인 사항에 대하여는 종전의 규정을 적용한다.
42	○ 식약청고시제2010-11호 (2010.3.3→2010.9.10)	○ 제조기준 및 용도별 규격 신설 ○ 재질별 원료물질 등 정의가 포함관계에 있는 일부 합성수지제 규격 통합(현행 41종 → 37종) ○ 폴리염화비닐 등 37종 합성수지제의 재질규격에 유해중금속인 수은 및 6가 크롬 규격 신설 ○ 종이제 또는 가공지제에 대한 PCBs 재질규격 강화 ○ 기구에 대한 증발잔류물 시험 시 사용하는 용출용매 세분화(1종(4% 초산)→4종(4% 초산, 물, 20% 에탄올, n-헵탄)) ○ 폴리에틸렌 등 11종 합성수지제에 대한 1-헥센 및 1-옥텐 등 11종의 용출규격 신설·강화 ○ 이산화황, 올쏘-페닐페놀, 치아벤다졸, 비페닐 및 이마자릴을 목재류 전체에 확대 적용하도록 목재류의 규격 강화 부 칙 제1조(시행일) 이 고시는 2010년 9월 10일부터 시행한다. 다만, IV. 1. 1-32 가목과 IV. 5 나목의 개정규정은 고시한 날부터 시행한다. 제2조(재검토기한) 「훈령·예규등의 발령 및 관리에 관한 규정」(대통령훈령 제248호)에 따라 이 고시 발령 후의 법령이나 현실여건의

순위	부령 또는 고시번호 (공포(고시)일→시행일)	주요 공포(고시) 내용 및 경과조치등
		변화 등을 검토하여 이 고시의 폐지, 개정 등의 조치를 하여야 하는 기한은 2012년 3월 3일까지로 한다. 제3조(경과조치) 이 고시는 시행 전에 종전의 기준 및 규격 등에 따라 제조·가공·판매 또는 수입하였던 기구 또는 용기·포장은 종전의 규정에 의한다.
43	○ 식약청고시제2010-56호 (2010.7.12→2010.7.12)	○ 경화폴리에스터수지에 대한 기준·규격 신설 부 칙(2010. 7. 12.) 제1조(시행일) 이 고시는 고시한 날부터 시행한다. 제2조(재검토기한) 「훈령·예규 등의 발령 및 관리에 관한 규정」(대통령훈령 제248호)에 따라 이 고시 발령 후의 법령이나 현실여건의 변화 등을 검토하여 이 고시를 폐지하거나 개정 등의 조치를 하여야 하는 기한은 2013년 7월 12일까지로 한다.
44	○ 식약청고시제2010-84호 (2010.11.18→2011.5.19)	○ 폴리시클로헥산-1,4-디메틸렌테레프탈레이트(PCT) 등 6종 합성수지제에 대한 안티몬 등 5종의 용출규격 신설·강화 ○ 아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌 공중합체(ABS) 및 메틸메타크릴레이트-아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌 공중합체(MABS)에 대한 1,3-부타디엔의 재질규격 신설 ○ 고무젓꼭지 제조 시 생성될 우려가 있는 유해물질인 니트로사민류 등의 용출규격 등 추가 신설 ○ 셀로판, 종이제 및 전분제에 대한 납, 카드뮴, 수은 및 6가크롬의 재질규격 신설 부 칙(2010.11.18) 제1조(시행일) 이 고시는 고시한 후 6개월이 경과한 날부터 시행한다. 제2조(재검토기한) 「훈령·예규등의 발령 및 관리에 관한 규정」(대통령훈령 제248호)에 따라 이 고시 발령 후의 법령이나 현실여건의 변화 등을 검토하여 이 고시의 폐지, 개정 등의 조치를 하여야 하는 기한은 2013년 11월 17일까지로 한다. 제3조(경과조치) 이 고시 시행 전에 종전의 기준 및 규격 등에 따라 제조·가공·판매 또는 수입하였던 기구 또는 용기·포장은 종전의 규정에 따른다.
45	○ 식약청고시제2011-35호	○ 합성수지제(38종)에 대한 재질규격 중 납, 카드뮴, 수은 및 6가크롬 규

순위	부령 또는 고시번호 (공포(고시)일→시행일)	주요 공포(고시) 내용 및 경과조치등
	(2011.7.8→2011.7.8)	격을 일반기준으로 분리 ○ 폴리아미드 등 3종 합성수지제에 대한 라우로락탐 등 3종의 용출규격 신설 ○ 에폭시수지로 코팅된 금속제에 대한 4,4-메틸렌디아닐린 용출규격 신설 ○ 합성수지제(38종) 등 43종 재질에 대한 중금속 규격을 납 규격으로 개정 ○ 종이컵 등 가공지제 중 식품과 직접 접촉되는 면이 합성수지제로 도장된 경우에는 도장된 합성수지제의 용출규격을 적용하도록 함 ○ 종이제에 대한 증발잔류물 규격 삭제 부 칙 제1조(시행일) 이 고시는 2011년 7월 15일부터 시행한다. 제2조(경과조치) 이 고시 시행 당시 종전의 기준 및 규격에 따라 기구 및 용기·포장을 제조·가공·판매 또는 수입(선적일 기준)하는 경우 IV. 1 ~ 3, IV. 5 ~ 6, IV. 8 중 용출규격 및 IV. 4. 다의 삭제항목 이외의 개정규정에 대해서는 2012년 7월 1일까지는 종전의 규정을 따를 수 있다.
46	○ 식약청고시제2011-59호 (2011.10.5→2011.10.5)	○ 유아용 젖병 제조 시 비스페놀 A의 사용금지 관련 규정 신설 ○ 폴리비닐알코올 등 4종 합성수지제 기구 및 용기·포장 제조 시 사용된 원료물질에서 유래되어 식품으로 이행될 우려가 있는 비닐아세테이트 및 1,4-부탄디올의 용출규격 추가 신설 ○ 폴리카보네이트에 대한 비스페놀 A 재질규격 삭제 및 이에 따른 시험방법 개정 ○ 폴리우레탄에 대한 이소시아네이트 용출규격 시험 시 사용하는 표준 물질 변경 부 칙 제1조(시행일) 이 고시는 고시한 날부터 시행한다. 제2조(경과조치) 이 고시 시행 당시 종전의 기준 및 규격에 따라 기구 및 용기·포장을 제조·가공·판매 또는 수입(선적일 기준)하는 경우 2012년 7월 1일까지는 종전의 규정을 따를 수 있다. 제3조(재검토기한) 「훈령·예규 등의 발령 및 관리에 관한 규정」(대통령훈령 제248호)에 따라 이 고시 발령 후의 법령이나 현실여건의 변화 등을 검토하여 이 고시를 폐지하거나 개정 등의 조치를 하여야 하는 기한은 2014년 3월 7일까지로 한다.

순위	부령 또는 고시번호 (공포(고시)일→시행일)	주요 공포(고시) 내용 및 경과조치등
47	○ 식약청고시제2012-115호 (2012.11.26→2012.12.26)	○ 기구 및 용기·포장의 기준 및 규격 분류체계 개선 ○ 합성수지제 등에 대한 안전기준 강화 ○ 셀로판제, 종이제, 전분제 기구 및 용기·포장에 대한 납, 카드뮴 등 잔류규격 재정비 ○ 주류를 담는 기구 및 용기·포장에 대한 침출용매(50% 에탄올) 추가 ○ 합성수지제 등에 대한 잔류규격 및 용출규격의 유효숫자 정비 ○ 목재류, 금속제 등 일부 재질에 대한 정의 자구수정 부 칙 제1조(시행일) 이 고시는 고시 후 1개월이 경과한 날부터 시행한다. 제2조(적용례) 이 고시 시행 후 최초로 기구 및 용기·포장을 제조·가공·판매 또는 수입(선적일 기준)하는 경우부터 적용한다. 제3조(경과조치) ① III. 1. 1-1. 다. 8), 1-4 나. 2) 와 다. 2), 1-11. 나. 5), 1-29. 나. 4), 5. 나. 14), 7. 가. 3) 와 나. (3)의 및 IV. 2. 2-6, 2-19에서 50% 에탄올 침출용매 개정규정에 대하여는 2013년 12월 31일까지는 종전의 규정을 따를 수 있다. ② 제1항의 개정규정과 관련하여 2014년 1월 1일 이전에 종전의 규정에 따라 제조·가공 또는 수입(선적일 기준)한 기구 및 용기·포장은 2015년 12월 31일까지 판매할 수 있다.
48	○ 식약청고시제2013-16호 (2013.4.5→2013.4.5)	○ 정부조직법(법률 제11690호, 2013.3.23. 공포·시행) 개정에 따라 우리 처 행정규칙 일괄 개정 부 칙 이 고시는 고시한 날부터 시행한다.
49	○ 식약청고시제2013-246호 (2013.12.16→2013.12.16)	○ 식품 기계·기구용 윤활제의 관리기준 신설 ○ 재활용 식품 기구 및 용기·포장의 관리기준 신설 ○ 재질별 용출시험용액의 조제 등 시험법 재정비 및 자구수정 부 칙 제1조(시행일) 이 고시는 고시한 날부터 시행한다. 제2조(적용례) 이 고시는 이 고시 시행 후 최초로 기구 및 용기·포장을 제조·가공·소분·수입(선적일 기준)하는 경우부터 적용한다. 제3조(검사중인 사항에 관한 경과조치) 이 고시 시행 당시 이미 제조·

순위	부령 또는 고시번호 (공포(고시)일→시행일)	주요 공포(고시) 내용 및 경과조치등
		가공·소분·수입되어 이 고시에 따라 검사가 진행 중인 사항에 대하여는 종전의 규정에 따른다. 제4조(재검토기한) 「훈령·예규 등의 발령 및 관리에 관한 규정」(대통령훈령 제248호)에 따라 이 고시 발령 후의 법령이나 현실여건의 변화 등을 검토하여 이 고시를 폐지하거나 개정 등의 조치를 하여야 하는 기한은 2017년 3월 7일까지로 한다.
50	○ 식약처고시제2014-27호 (2014.2.13→2014.2.13)	○ 행정규제기본법 개정에 따른 행정규칙 일괄 개정 식품의약품안전처 고시 제2013-246호 부칙 제4조를 다음과 같이 한다. 제4조(규제의 재검토) 「행정규제기본법」 제8조 및 「훈령·예규 등의 발령 및 관리에 관한 규정」(대통령훈령 제248호)에 따라 2014년 1월 1일을 기준으로 매 3년이 되는 시점(매 3년째의 12월 31일까지를 말한다)마다 그 타당성을 검토하여 개선 등의 조치를 하여야 한다.
51	○ 식약처고시제2015-7호 (2015.3.12→2015.4.13)	○ 합성수지제 도장 금속제의 기준·규격 개선 ○ 합성수지제 도장 목재류의 기준·규격 개선 ○ 용출시험 조건 개선 ○ 기구에 대한 총용출량 시험 조건 개선 ○ 폴리에틸렌테레프탈레이트에 아세트알데히드 규격 신설 ○ 규격 미설정 유해물질에 대한 규격 적용 규정 신설 ○ 증발잔류물 명칭 변경 및 도자기제 규격표 재작성 부 칙 제1조(시행일) 이 고시는 고시 후 1개월이 경과한 날부터 시행한다. 제2조(적용례) 이 고시는 이 고시 시행 후 최초로 기구 및 용기·포장을 제조·가공·소분·수입(선적일 기준)하는 경우부터 적용한다. 제3조(경과조치) ① II 5. 라., III. 1. 1-5., III. 5., III. 6., IV. 2. 2-6 및 IV 2. 2-9 개정규정에 대하여는 2015년 12월 31일까지는 종전의 규정을 따를 수 있다. ② 제1항의 개정규정과 관련하여 2016년 1월 1일 전에 종전의 규정에 따라 제조·가공 또는 수입(선적일 기준)한 기구 및 용기·포장은 2017년 12월 31일까지 판매할 수 있다. ③ 이 고시 시행 당시 종전의 고시에 따라 검사가 진행 중인 사항에 대하여는 종전의 규정에 따른다.
52	○ 식약처고시제2016-51호 (2016.6.29.→2016.7.30.)	○ 멜라민수지의 멜라민 용출규격 강화 ○ 기구 및 용기·포장의 제조·가공에 사용되는 원재료 기준 개선 ○ 셀로판제, 종이제의 명칭 및 정의 등 개선

순위	부령 또는 고시번호 (공포(고시)일→시행일)	주요 공포(고시) 내용 및 경과조치등
		○ 시험법 적용 원칙 등 개선 ○ 특정용도의 기구 등에 대한 용출규격 개선 부 칙 제1조(시행일) 이 고시는 고시 후 1개월이 경과한 날부터 시행한다. 제2조(적용례) 이 고시는 이 고시 시행 후 최초로 기구 및 용기·포장을 제조·가공·판매 또는 수입(선적일 기준)하는 경우부터 적용한다. 제3조(경과조치) ① III. 1. 1-7의 개정규정에 대하여는 2016년 12월 31일까지는 종전의 규정을 따를 수 있다. ② 제1항의 개정규정과 관련하여 2017년 1월 1일 전에 종전의 규정에 따라 제조·가공 또는 수입(선적일 기준)한 기구 및 용기·포장은 2018년 12월 31일까지 판매할 수 있다.
53	○ 식약처고시제2017-109호 (2017.12.26.→2017.12.26.)	○ 히드록시부틸폴리에스테르(HBP)의 정의 개정 ○ 히드록시안식향산폴리에스테르의 기준·규격 분리 신설 ○ 부틸렌숙시네이트 공중합체 명칭 및 정의 추가 ○ 프탈레이트류 시험법 등 시험법 개선 및 문구 정비 부 칙 제1조(시행일) ① 이 고시는 고시한 날부터 시행한다. ② 제1조제1항에도 불구하고 IV. 2. 2-58 규정은 2018년 1월 1일부터 시행한다. 제2조(적용례) 이 고시는 이 고시 시행 후 최초로 기구 및 용기·포장을 제조·가공·판매 또는 수입(선적일 기준)하는 경우부터 적용한다. 제3조(검사중인 사항에 관한 경과조치) 이 고시 시행 당시 종전의 고시에 따라 검사가 진행 중인 사항에 대하여는 종전의 규정에 따른다.
54	○ 식약처고시제2018-11호 (2018.2.27.→2019.1.1.)	○ 축산물용 기구 등의 공통제조기준 신설 ○ 축산물용 기구 등의 용도별 규격 신설 ○ 검체의 채취 및 취급방법 개정 부 칙 제1조(시행일) 이 고시는 2019년 1월 1일부터 시행한다. 제2조(다른 고시의 폐지) 제1조제1항의 시행일 기준으로 「용기등의 규격 등의 관한 규정」(식품의약품안전처 고시 제2014-119호)은 폐지한다. 제3조(적용례) 이 고시는 이 고시 시행 이후 최초로 제조·가공·판매 또는 수입(선적일 기준)하는 기구 및 용기·포장에 적용한다.

순위	부령 또는 고시번호 (공포(고시)일→시행일)	주요 공포(고시) 내용 및 경과조치등
		제4조(검사 중인 사항에 관한 경과조치) 이 고시 시행 당시 제조·가공·판매 또는 수입되어 검사가 진행 중인 사항에 대하여는 종전의 규정에 따른다.
55	○ 식약처고시제2019-2호 (2019.1.9.→2019.1.9.)	○ 영·유아용 기구 및 용기·포장에 대한 비스페놀A, DBP 및 BBP 기준 강화 ○ 한시적 인정 폴리에틸렌 및 폴리프로필렌 재질의 건조식품용 방습 용기에 대한 규격 신설 ○ 재활용 합성수지제 대한 규정의 문구 정비 부 칙 제1조(시행일) ① 이 고시는 고시한 날부터 시행한다. ② 제1항에도 불구하고 II. 3. 나. 규정은 2020년 1월 1일부터 시행한다. 제2조(적용례) 이 고시는 이 고시 시행 후 최초로 기구 및 용기·포장을 제조·가공·판매 또는 수입(선적일 기준)하는 경우부터 적용한다. 제3조(검사 중인 사항에 관한 경과조치) 이 고시 시행 당시 종전의 고시에 따라 검사가 진행 중인 사항에 대하여는 종전의 규정에 따른다.
56	○ 식약처고시제2020-43호 (2020.5.29.→2020.5.29.)	○ 공통제조기준의 세분화 및 정비 ○ 합성수지제의 재활용 기준 명확화 ○ 공통규격, 용도별 규격 및 적부판정 규정 정비 ○ 기구 및 용기·포장의 시험법 개선 부 칙 제1조(시행일) 이 고시는 고시한 날부터 시행한다. 제2조(적용례) 이 고시는 이 고시 시행 이후 최초로 제조·가공 또는 수입(선적일 기준)하는 기구 및 용기·포장부터 적용한다. 제3조(검사 중인 사항에 관한 경과조치) 이 고시 시행 당시 종전의 고시에 따라 검사가 진행 중인 사항에 대하여는 종전의 규정에 따른다.
57	○ 식약처고시제2021-76호 (2021.9.7.→2021.9.7.)	○ PET의 물리적 재활용 기준 마련 등 합성수지제 재활용 기준 개선 ○ 활성·지능 용기·포장 제조기준 마련 ○ 합성수지제 재질을 그룹화하여 재정리 ○ 재질별 규격을 표형태로 재정리 ○ 폴리케톤 규격 신설 ○ 착색료, 이산화황 등 시험법 개선 및 문구 정비 부 칙

순위	부령 또는 고시번호 (공포(고시)일→시행일)	주요 공포(고시) 내용 및 경과조치등
		제1조(시행일) 이 고시는 고시한 날부터 시행한다. 다만, II. 1. 나. 2) 다) (2)의 개정 규정은 2022년 1월 1일부터 시행한다. 제2조(적용례) 이 고시는 이 고시 시행 이후 최초로 제조·가공 또는 수입(선적일 기준)하는 기구 및 용기·포장부터 적용한다. 제3조(검사중인 사항에 관한 경과조치) 이 고시 시행 당시 종전의 고시에 따라 검사가 진행 중인 사항에 대하여는 종전의 규정에 따른다.
58	○ 식약처고시제2022-97호 (2022.12.29.→2022.12.29.)	○ 합성수지제 재생원료 기준 개선 ○ 폴리부틸렌아디페이트테레프탈레이트(PBAT) 규격 신설 ○ 시험법 개선 및 문구 정비 부 칙 제1조(시행일) 이 고시는 고시한 날부터 시행한다. 제2조(적용례) 이 고시는 이 고시 시행 이후 최초로 제조·가공 또는 수입(선적일 기준)하는 기구 및 용기·포장부터 적용한다. 제3조(검사중인 사항에 관한 경과조치) 이 고시 시행 당시 종전의 고시에 따라 검사가 진행 중인 사항에 대하여는 종전의 규정에 따른다.