

식품의약품안전처 고시 제2023 - 66호

위생용품의 기준 및 규격

2023. 10. 10.

식품의약품안전처

「위생용품의 기준 및 규격」

[식품의약품안전처고시 제2018-19호, 2018.03.21. 제정]

[식품의약품안전처고시 제2018-80호, 2018.10.30. 개정]

[식품의약품안전처고시 제2019-115호, 2019.11.28. 개정]

[식품의약품안전처고시 제2021-112호, 2021.12.23. 개정]

[식품의약품안전처고시 제2022-50호, 2022.07.21. 개정]

[식품의약품안전처고시 제2022-67호, 2022.09.08. 개정]

[식품의약품안전처고시 제2023-66호, 2023.10.10. 개정]

제1. 총칙

1. 목적

이 기준 및 규격은 판매·대여할 목적으로 하는 위생용품의 제조·가공·소분·수입·위생처리 등에 관한 기준과 규격의 정함을 목적으로 한다.

2. 적용범위

「위생용품 관리법」 제10조에 따른 위생용품의 제조방법에 관한 기준과 위생용품 성분에 대한 규격으로 한다.

3. 일반원칙

이 고시에서 따로 규정한 것 이외에는 아래의 총칙에 준한다.

1) 계량형의 단위는 국제 단위계를 사용한 아래의 약호를 사용한다.

(1) 길이 : m, cm, mm, μm , nm

(2) 용량 : L, mL, μL

(3) 중량 : kg, g, mg, μg , ng, pg

(4) 넓이 : cm^2

(5) 온도 : $^{\circ}\text{C}$

2) 중량백분율을 표시할 때에는 %의 기호를 쓴다. 다만, 용액 100 mL

중의 물질함량(g)을 표시할 때에는 w/v %, 용액 100 mL중의 물질

함량(mL)을 표시할 때에는 v/v %의 기호를 쓴다. 중량백만분율을

표시할 때에는 mg/kg의 약호를 사용하며, mg/L도 사용할 수 있다.

중량 10억분율을 표시할 때에는 $\mu\text{g/kg}$ 의 약호를 사용하고, $\mu\text{g/L}$ 도

사용할 수 있다. 비SI 단위인 ppm, ppb 등을 표기할 시에는 SI

단위와 병기하여 예시와 같이 표기한다.

* 예시 : 10 mg/kg (10 ppm), 10 $\mu\text{g/kg}$ (10 ppb)

3) 표준온도는 20 $^{\circ}\text{C}$, 상온은 15~25 $^{\circ}\text{C}$, 실온은 1~35 $^{\circ}\text{C}$, 미온은 3

0~40 $^{\circ}\text{C}$ 로 한다.

4) 따로 규정이 없는 한 찬물은 15 $^{\circ}\text{C}$ 이하, 온탕 60~70 $^{\circ}\text{C}$, 열탕은

약 100 $^{\circ}\text{C}$ 의 물을 말한다.

5) “냉장”이라 함은 이 고시에서 따로 정하여진 것을 제외하고는

0~10 $^{\circ}\text{C}$ 를 말한다.

- 6) “차고 어두운 곳” 또는 “냉암소”라 함은 따로 규정이 없는 한 0~15 °C의 빛이 차단된 장소를 말한다.
- 7) “물 또는 물속에서 가열한다”라 함은 따로 규정이 없는 한 그 가열 온도를 약 100 °C로 하되, 물 대신 약 100 °C 증기를 사용할 수 있다.
- 8) “용수”라 함은 위생용품의 제조, 위생처리 및 가공 시 사용되는 물을 말한다.
- 9) “이물질”이라 함은 정상적으로 제조된 위생용품의 원재료(또는 성분)가 아닌 물질로서 곤충류와 그 유충·알 및 혼적물, 동물의 배설물 및 털, 곰팡이, 흙, 유리, 금속 및 고춧가루 등의 음식물 등을 말한다.
- 10) 시험에 쓰는 물은 따로 규정이 없는 한 증류수 또는 정제수로 한다.
- 11) 용액이라 기재하고 그 용매를 표시하지 아니하는 것은 물에 녹인 것을 말한다.
- 12) 감압은 따로 규정이 없는 한 15 mmHg 이하로 한다.
- 13) pH를 산성, 알칼리성 또는 중성으로 표시한 것은 따로 규정이 없는 한 리트머스지 또는 pH 미터기(유리전극)를 써서 시험한다.
- 14) 용액의 농도를 “(1→5)”, “(1→10)”, “(1→100)” 등으로 나타낸 것은 고체시약 1 g 또는 액체시약 1 mL를 용매에 녹여 전량을 각각 5 mL, 10 mL, 100 mL 등으로 하는 것을 말한다. 또한 “(1 + 1)”, “(1 + 5)” 등으로 기재한 것은 고체시약 1 g 또는 액체시약 1

mL에 용매를 각각 1 mL 또는 5 mL 혼합하는 비율을 나타낸다.

용매는 따로 표시되어 있지 않으면 물을 써서 희석한다.

- 15) 혼합액을 (1 : 1), (4 : 2 : 1) 등으로 나타낸 것은 액체시약의 혼합용량비 또는 고체시약의 혼합중량비를 말한다.
- 16) 방울수를 측정할 때에는 20 ℃에서 증류수 20방울을 떨어뜨릴 때 그 무게가 0.90~1.10 g이 되는 기구를 쓴다.
- 17) 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 높이 차는 2 mm이하로 한다.
- 18) 원자량 및 분자량은 최신 국제원자량표에 따라 계산한다.
- 19) 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 자리수까지 다는 것을 말한다.
- 20) 시험은 따로 규정이 없는 한 상온에서 행하고 조작 후 30초 이내에 관찰한다. 다만, 온도의 영향이 있는 것에 대하여는 표준온도에서 행한다.
- 21) 검체를 취하는 양에 “약”이라고 한 것은 따로 규정이 없는 한 기재량의 90~110%의 범위 내에서 취하는 것을 말한다.
- 22) 건조 또는 강열할 때 “항량”이라고 기재한 것은 다시 계속하여

1시간 더 건조 혹은 강열할 때에 전후의 칭량차가 이전에 측정한 무게의 0.1%이하임을 말한다.

23) “타르색소”란 식용색소녹색제3호 및 그 알루미늄레이크, 식용색소적색제2호 및 그 알루미늄레이크, 식용색소적색제3호, 식용색소적색제40호 및 그 알루미늄레이크, 식용색소적색제102호, 식용색소청색제1호 및 그 알루미늄레이크, 식용색소청색제2호 및 그 알루미늄레이크, 식용색소황색제4호 및 그 알루미늄레이크, 식용색소황색제5호 및 그 알루미늄레이크를 말한다.

24) 이 기준 및 규격에서는 위생용품에 대하여 다음과 같이 위생용품의 종류, 유형으로 분류한다.

위생용품의 종류 : ‘제3. 개별기준 및 규격’에서 분류하고 있는
세척제, 행굼보조제, 일회용 컵, 위생물수건
등을 말한다.

위생용품의 유형 : 위생용품의 종류에서 분류하고 있는 과일·채소용
세척제, 성인용 면봉, 성인용 기저귀 등을 말한다.

25) 데시케이터의 건조제는 따로 규정이 없는 한 실리카겔(이산화규소)로 한다.

26) 온도의 표시는 셀시우스법을 쓰며 아라비아 숫자의 오른쪽에 ℃를 붙여 표시한다. 또한 융점, 응고점 등의 기준치를 제외하고 조작법에서 1개의 수치로 온도를 표시할 경우, 그 허용오차는 일반적으로 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 로 한다.

제2. 공통기준 및 규격

1. 공통제조기준

- 1) 위생용품의 제조·가공에 사용되는 기계·기구류와 부대시설물은 항상 위생적으로 유지·관리하여야 한다.
- 2) 위생용품의 제조·가공에 사용되는 원재료는 품질이 양호하고, 유독·유해물질 등에 오염되지 아니한 것으로 안전성을 가지고 있어야 한다.
- 3) 제조, 위생처리 및 가공에 사용되는 용수는 수돗물이나 「먹는물 관리법」의 먹는물 수질기준에 적합한 것이어야 한다.
- 4) 위생용품 제조에 사용하는 원료 중 기준 및 규격이 정하여져 있는 원료는 그 기준 및 규격에 적합하여야 한다. 다만, 위생용품의 중금속 등 유해오염물질의 기준 및 규격이 원료의 기준 및 규격보다 더 엄격하게 정해져 있는 경우, 위생용품의 기준 및 규격에 적합하도록 원료를 사용하여야 한다.
- 5) 사용목적과 기능이 위생용품에 해당하는 제품으로서 전기용품 및 생활용품 등과 위생용품이 조합되거나 복합 구성된 경우 전기용품 및 생활용품은 「전기용품 및 생활용품 안전관리법」에 적합한 것이어야 한다.

2. 기준 및 규격의 적부판정

- 1) 위생용품은 식품의약품안전처장이 정한 기준 및 규격에 따라 적합과 부적합(이하 “적·부”라 한다)으로 판정하며, 기준 및 규격은 최종 제품에 대하여 적용한다.
- 2) 이 고시에 정하여진 기준 및 규격에 대한 적·부 판정은 이 고시에서 규정한 시험법으로 실시하여 판정하는 것을 원칙으로 한다. 다만, 이 고시에서 규정한 시험법보다 더 정밀하고 정확하다고 인정되는 경우에는 새로운 시험법을 사용할 수 있다. 또한, 중금속 등 시험에는 상품화된 Kit 또는 분석기기를 사용할 수 있으나, 그 결과가 의심스럽거나 판정에 영향을 미칠 수 있다고 인정할 때에는 규정된 방법에 의하여 시험하고 판정하여야 한다.
- 3) 이 고시에서 기준 및 규격이 정하여지지 아니한 것은 식품의약품안전처장이 주요 외국의 기준·규격, 안전성 자료 등 해당 물질별 관련 자료를 종합적으로 검토하여 기준 및 규격을 적용할 수 있다.
- 4) 이 고시에서 기준 및 규격이 정하여지지 아니하였거나 기준 및 규격이 정하여져 있어도 시험법이 수재되어 있지 아니한 경우에는 한국산업표준, ISO (International Organization for Standardization), AOAC (Association of Official Analytical Chemists) 등의 시험법에 따라 시험할 수 있다. 만약, 상기 시험법에도 없는 경우에는 다른 법령에 정해져 있는 시험법, 국제적으로 통용되는 공인시험법, 주요외국의 공인시험법 또는 식품의약품안전처장이 인정한 시험법에 따라 시험할 수 있으며 그 시험법을 제시하여야 한다.

- 5) 시험법에 의한 결과에 따른 적·부 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.

3. 보존 및 유통기준

- 1) 위생용품은 위생적으로 취급 판매하여야 하며, 그 보관 및 판매 장소가 불결한 곳에 위치하여서는 아니된다.
- 2) 위생용품의 취급장소는 비·눈 등으로부터 보호될 수 있어야 하며, 인체에 유해한 화공약품, 농약, 독극물 등과 같은 것을 함께 보관하지 말아야 한다.
- 3) 제품은 서늘한 곳에서 보관·유통하여 물리적인 변형 등이 발생되지 않도록 하여야 한다.

제3. 개별기준 및 규격

1. 세척제

1) 적용범위

채소, 과일, 식품의 기구·용기, 식품 제조·가공용 장치 등을 씻는 용도로 사용되는 제제(製劑)에 적용한다.

2) 위생용품의 유형

(1) 과일·채소용 세척제

사람이 그대로 먹을 수 있는 과일, 채소 등을 씻는데 사용되는 세척제

(2) 식품용 기구·용기용 세척제

가공기구, 조리기구 등 식품용 기구·용기(자동식기세척기용 포함)를 씻는데 사용되는 세척제

(3) 식품 제조·가공장치용 세척제

식품의 제조·가공장치 등을 씻는데 사용되는 세척제

3) 제조기준

(1) 과일·채소용 세척제는 효소 또는 표백작용이 있는 성분을 사용하여서는 아니된다.

(2) 세척제에 사용할 수 있는 성분은 [별표 1]과 같다. 다만, 「식품

위생법」에 따른 식품첨가물이거나 식품 성분으로 인정된 경우에는 사용할 수 있다.

- (3) [별표 1]에 기재되지 않은 성분을 세척제 성분으로 사용하고자는 경우에는 국외에서 사용하고 있는 근거서류나 관련 문헌, 안전성자료 등을 식품의약품안전처장에 제출하여 검토 받아야 한다.
- (4) 과일·채소용 세척제에 계면활성제를 사용할 경우에는 한국산업규격(KS) ‘수질-액상 배지에서 유기물의 “최종”호기성 생분해도 평가 방법-용존 유기탄소 분석법(KS I ISO 7827)’에 따라 시험할 때 생분해도가 70% 이상이어야 한다.

4) 규격

구분 항목	과일·채소용 세척제	식품용 기구·용기용 세척제	식품 제조·가공장치용 세척제
pH*	5.0~10.5	5.0~10.5 (자동식기세척기용 및 세척과정 중 손이 직접 닿지 않는 곳에 사용하는 세척제는 제외)	-
메탄올(mg/g) (고형, 분말, 과립상 제외)	1 이하	1 이하	-
비소*(mg/kg)	0.05 이하 (As ₂ O ₃ 로서)	0.05 이하 (As ₂ O ₃ 로서)	0.4 이하 (As ₂ O ₃ 로서)
중금속*(mg/kg)	1 이하	1 이하	2 이하
형광증백제	불검출	불검출	불검출

* ① 「위생용품의 표시기준」Ⅲ. 개별표시사항 및 표시기준 1. 세척제 차. 사용방법(이하 이 장에서 “표시기준”이라 한다)에 따라서 표시된 표준사용농도에 따라 규격을 적용한다. (표준사용농도

가 두 가지 이상 표시된 경우 그 중 가장 높은 표준사용농도의
규격을 적용) ② 표시기준에 따라 표준사용농도가 생략된 경우
로서(다만, 별도 희석 없이 그대로 사용하는 경우 1배 사용농도
를 적용) 세척제 사용방법이나 세척대상에 따라 사용농도가 다
를 경우 30배 희석액을 사용농도로 한다.

5) 시험법

- (1) pH : 제5., 1. pH, 가. 희석 측정법
- (2) 메탄올 : 제5., 2. 메탄올
- (3) 비소 : 제5., 18. 비소
- (4) 중금속 : 제5., 21. 중금속
- (5) 형광증백제 : 제5., 3. 형광증백제

2. 행굼보조제

1) 적용범위

자동식기세척기의 최종 행굼과정에서 식기류에 남아있는 잔류물 제거, 건조촉진 등 보조적 역할을 위해 사용되는 제제(製劑)에 적용한다.

2) 위생용품의 유형

3) 제조기준

- (1) 행굼보조제에 사용할 수 있는 성분은 [별표 2]와 같다. 다만, 「식품위생법」의 식품첨가물이거나 식품 성분으로 인정된 것으로 식품에 직접 사용되는 것을 사용할 수 있다.
- (2) 행굼보조제에 사용하는 성분은 [별표 2]에서 규정한 사용농도를 초과하여서는 아니 된다.
- (3) [별표 2]에 기재되지 않은 성분을 행굼보조제 성분으로 사용하고자 하는 경우에는 국외에서 사용하고 있는 근거서류나 관련 문헌 등을 식품의약품안전처장에 제출하여 검토 받아야 한다.

4) 규격

- (1) 메탄올(mg/g) : 1 이하 (고형, 분말, 과립상은 제외한다)
- (2) 비소(mg/kg) : 0.05 이하 (As_2O_3 로서, 사용농도에 따라 기준 적용)
- (3) 중금속(mg/kg) : 1 이하 (사용농도에 따라 기준 적용)

(4) 형광증백제 : 불검출

5) 시험법

(1) 메탄올 : 제5., 2. 메탄올

(2) 비소 : 제5., 18. 비소

(3) 중금속 : 제5., 21. 중금속

(4) 형광증백제 : 제5., 3. 형광증백제

3. 일회용 컵

1) 적용범위

식품과 접촉하는 컵(식품이 담긴 컵은 제외한다)으로서 일회용으로 사용되는 제품에 적용한다.

2) 위생용품의 유형

3) 제조기준

제조·가공에 사용되는 재질 및 제조방법은 「식품위생법」에 따른 「기구 및 용기·포장의 기준 및 규격」(식품의약품안전처 고시)에 따라 제조하여야 한다.

4) 규격

「식품위생법」에 따른 「기구 및 용기·포장의 기준 및 규격」(식품의약품안전처 고시)에 따른다.

5) 시험법

「식품위생법」에 따른 「기구 및 용기·포장의 기준 및 규격」(식품의약품안전처 고시)에 따른다.

4. 일회용 숟가락

1) 적용범위

식품과 접촉하는 숟가락으로서 일회용으로 사용되는 제품에 적용한다.

2) 위생용품의 유형

3) 제조기준

제조·가공에 사용되는 재질 및 제조방법은 「식품위생법」에 따른 「기구 및 용기·포장의 기준 및 규격」(식품의약품안전처 고시)에 따라 제조하여야 한다.

4) 규격

「식품위생법」에 따른 「기구 및 용기·포장의 기준 및 규격」(식품의약품안전처 고시)에 따른다.

5) 시험법

「식품위생법」에 따른 「기구 및 용기·포장의 기준 및 규격」(식품의약품안전처 고시)에 따른다.

5. 일회용 젓가락

1) 적용범위

식품과 접촉하는 젓가락으로서 일회용으로 사용되는 제품에 적용한다.

2) 위생용품의 유형

3) 제조기준

제조·가공에 사용되는 재질 및 제조방법은 「식품위생법」에 따른 「기구 및 용기·포장의 기준 및 규격」(식품의약품안전처 고시)에 따라 제조하여야 한다.

4) 규격

「식품위생법」에 따른 「기구 및 용기·포장의 기준 및 규격」(식품의약품안전처 고시)에 따른다.

5) 시험법

「식품위생법」에 따른 「기구 및 용기·포장의 기준 및 규격」(식품의약품안전처 고시)에 따른다.

6. 일회용 포크

1) 적용범위

식품과 접촉하는 포크로서 일회용으로 사용되는 제품에 적용한다.

2) 위생용품의 유형

3) 제조기준

제조·가공에 사용되는 재질 및 제조방법은 「식품위생법」에 따른 「기구 및 용기·포장의 기준 및 규격」(식품의약품안전처 고시)에 따라 제조하여야 한다.

4) 규격

「식품위생법」에 따른 「기구 및 용기·포장의 기준 및 규격」(식품의약품안전처 고시)에 따른다.

5) 시험법

「식품위생법」에 따른 「기구 및 용기·포장의 기준 및 규격」(식품의약품안전처 고시)에 따른다.

7. 일회용 나이프

1) 적용범위

식품과 접촉하는 나이프로서 일회용으로 사용되는 제품에 적용한다.

2) 위생용품의 유형

3) 제조기준

제조·가공에 사용되는 재질 및 제조방법은 「식품위생법」에 따른 「기구 및 용기·포장의 기준 및 규격」(식품의약품안전처 고시)에 따라 제조하여야 한다.

4) 규격

「식품위생법」에 따른 「기구 및 용기·포장의 기준 및 규격」(식품의약품안전처 고시)에 따른다.

5) 시험법

「식품위생법」에 따른 「기구 및 용기·포장의 기준 및 규격」(식품의약품안전처 고시)에 따른다.

8. 일회용 빨대

1) 적용범위

식품과 접촉하는 빨대로서 일회용으로 사용되는 제품에 적용한다.

2) 위생용품의 유형

3) 제조기준

제조·가공에 사용되는 재질 및 제조방법은 「식품위생법」에 따른 「기구 및 용기·포장의 기준 및 규격」(식품의약품안전처 고시)에 따라 제조하여야 한다.

4) 규격

「식품위생법」에 따른 「기구 및 용기·포장의 기준 및 규격」(식품의약품안전처 고시)에 따른다.

5) 시험법

「식품위생법」에 따른 「기구 및 용기·포장의 기준 및 규격」(식품의약품안전처 고시)에 따른다.

9. 일회용 종이냅킨

1) 적용범위

사용자의 인체를 청결하게 유지하기 위하여 개인위생 목적으로 사용하는 일회용의 종이냅킨(각테일용 냇킨 포함)에 적용한다.

2) 위생용품의 유형

3) 제조기준

4) 규격

(1) 포름알데히드(mg/L) : 4 이하

(2) 형광증백제 : 불검출

5) 시험법

(1) 포름알데히드 : 제5., 4. 포름알데히드, 가. 제1법

(2) 형광증백제 : 제5., 3. 형광증백제

10. 식품접객업소용 물티슈

1) 적용범위

「식품위생법」에 따른 식품접객업의 영업소에서 손을 닦는 용도 등으로 사용할 수 있도록 포장된 물티슈에 적용한다.

2) 위생용품의 유형

3) 제조기준

미생물에 의한 품질저하를 방지하여 식품접객업소용 물티슈의 보존기간을 연장하고자 하는 경우에 한하여 살균·보존제를 사용할 수 있다. 다만, 사용 가능한 살균·보존제는 「화장품법」에 따라 사용상의 제한이 필요한 살균·보존제 성분에 한하여 그 사용기준에 적합하게 사용하거나, 「식품위생법」에 따른 식품첨가물(기구등의 살균소독제 제외)이어야 한다.

4) 규격

- (1) 형광증백제 : 불검출
- (2) 세균수(CFU/g) : 2,500 이하
- (3) 대장균 : 음성
- (4) 메탄올(mg/L) : 20 이하
- (5) 포름알데히드(mg/kg) : 20 이하

5) 시험법

- (1) 형광증백제 : 제5. 3. 형광증백제
- (2) 세균수 : 제5. 25. 일반세균수
- (3) 대장균 : 제5. 26. 대장균
- (4) 메탄올 : 제5. 2. 메탄올
- (5) 포름알데히드 : 제5. 4. 포름알데히드, 가. 제1법

11. 일회용 이쭉시개

1) 적용범위

인체에 직접적으로 사용하는 이쭉시개 제품에 대하여 적용한다. 다만, 식품용 기구는 제외한다.

2) 위생용품의 유형

3) 제조기준

이쭉시개는 표면이 매끄럽도록 가공하여야 한다.

4) 규격

항목 \ 구분		합성수지제	목재	전분제
잔류 규격	수분(%)	-	-	13 이하
	납(mg/kg)	100 이하	-	-
	카드뮴(mg/kg)	100 이하	-	-
용출 규격	중금속(mg/L)	1.0 이하	1.0 이하	1.0 이하
	과망간산칼륨소비량(mg/L)	10 이하	-	-
	비소(mg/L)	-	0.1 이하 (As ₂ O ₃ 로서)	0.1 이하 (As ₂ O ₃ 로서)
	총용출량(mg/L)	30 이하	-	-
	허용외 타르색소(mg/L)	-	불검출	불검출

5) 시험법

- (1) 수분 : 제5., 8. 수분
- (2) 납 : 제5., 17. 납
- (3) 카드뮴 : 제5., 19. 카드뮴
- (4) 중금속 : 제5., 21. 중금속
- (5) 과망간산칼륨소비량 : 제5., 5. 과망간산칼륨소비량
- (6) 비소 : 제5., 18. 비소
- (7) 총용출량 : 제5., 6. 총용출량
- (8) 허용외 타르색소 : 제5., 7. 착색료

12. 일회용 면봉

1) 적용범위

인체를 청결하게 하기 위하여 사용하는 일반면봉에 대하여 적용한다.
다만, 「약사법」에 따른 의약외품 및 「화장품법」에 따른 화장품은 제외한다.

2) 위생용품의 유형

(1) 성인용 면봉

어린이용 면봉 이외의 일회용 면봉을 말한다.

(2) 어린이용 면봉

만 13세 이하 어린이를 대상으로 사용하는 일회용 면봉을 말한다.

3) 제조기준

인체 청결기능 향상과 피부자극 완화를 위하여 화장품 원료성분을 면체에 사용할 수 있다. 다만, 화장품 원료성분은 「화장품법」에서 정한 규정에 따라 적합하게 사용하여야 한다.

4) 규격

(1) 성상 : 면체에 얼룩이나 이물질 등이 없어야 한다.

(2) 면체와 축의 거리(mm) : 축의 끝과 면체 끝의 거리가 1 이상이

어야 한다.

(3) 측간 거리(mm) : 면체가 덮여지지 않은 부분이 40 이상이어야 한다.

(4) 면체와 축의 접착강도 : 적합하여야 한다.(나무재질 축에 한함)

(5) 축의 강도 : 적합하여야 한다.(나무재질 축에 한함)

(6) 세균수(CFU/g) : 300 이하 (면체에 한함)

(7) 진균수(CFU/g) : 300 이하 (면체에 한함)

(8) 형광증백제 : 불검출 (면체에 한함)

(9) 포름알데히드(mg/kg) : 16 이하(면체에 한함)

(10) 다음 규격은 어린이용 면봉에 한하여 적용한다.

항 목		규격
유해원소 용출 ¹⁾ (mg/kg)	안티몬(Sb)	60 이하
	비소(As)	25 이하
	바륨(Ba)	1,000 이하
	카드뮴(Cd)	75 이하
	크롬(Cr)	60 이하
	납(Pb)	90 이하
	수은(Hg)	60 이하
	셀레늄(Se)	500 이하
유해원소 함유량 ²⁾ (mg/kg)	납(Pb)	100 이하
	카드뮴(Cd)	75 이하
프탈레이트계 가소제 ³⁾ (%)	디에틸헥실프탈레이트 (DEHP)	총 합으로써 0.1 이하
	디부틸프탈레이트 (DBP)	
	벤질부틸프탈레이트 (BBP)	

	디이소노닐프탈레이트 (DINP)	
	디이소데실프탈레이트 (DIDP)	
	디엔옥틸프탈레이트 (DnOP)	
	디이소부틸프탈레이트 (DIBP)	
1) 합성수지제 축과 종이제 축에 한하여 적용 2) 면체와 축 각각에 대하여 적용 3) 합성수지제 축에 한하여 적용		

5) 시험법

- (1) 면체와 축의 거리 : 제5. 9. 면체와 축의 거리
- (2) 축간 거리 : 제5. 10. 축간거리
- (3) 면체와 축의 접촉강도 : 제5. 11. 면체와 축의 접촉강도
- (4) 축의 강도 : 제5. 12. 축의 강도
- (5) 세균수 : 제5. 25. 일반세균수
- (6) 진균수 : 제5. 27. 진균수
- (7) 형광증백제 : 제5. 3. 형광증백제
- (8) 포름알데히드 : 제5. 4. 포름알데히드, 나. 제2법
- (9) 유해원소 용출 : 제5. 23. 유해원소 용출
- (10) 유해원소 함유량 : 제5. 17. 납, 19. 카드뮴
- (11) 프탈레이트계 가소제 : 제5. 16. 프탈레이트계 가소제

13. 일회용 기저귀

1) 적용범위

대·소변을 스스로의 힘으로 가리기 힘든 성인 및 어린이에게 사용되는 것으로서 사용 후 폐기되는 일회용 기저귀 제품에 적용하며 위생 깔개(매트)를 포함한다.

2) 위생용품의 유형

(1) 성인용 기저귀

성인의 일회용 기저귀로 팬티형(입거나 입히는 형), 테이프형(점착 테이프 및 기계접착테이프 등으로 고정하는 형), 일자형 등으로 구분된다.

(2) 어린이용 기저귀

만 13세 이하의 유아 및 어린이의 일회용 기저귀로 팬티형, 테이프형, 일자형, 기저귀라이너(천기저귀 및 일회용 기저귀 등의 사용량을 줄이기 위한 목적으로 천기저귀 또는 일회용 기저귀 등에 덧대어 사용하는 것) 등으로 구분된다.

(3) 성인용 위생깔개(매트)

기저귀 등의 보조수단으로써, 대·소변을 스스로 가리기 힘든 사람의 침대나 요 위에 깔아 오염을 방지하는 위생깔개(매트)를 말한다.

(4) 어린이용 위생깔개(매트)

만 13세 이하의 유아 및 어린이의 침대나 요 위에 깔아 오염을 방지하는 위생깔개(매트)을 말한다.

3) 제조기준

4) 규격

(1) pH : 3.0~10.0 (안감에 한함)

(2) 형광증백제 : 불검출 (안감에 한함)

(3) 포름알데히드(mg/kg) (안감 및 방수층 각각에 한함)

① 성인용 기저귀 : 75 이하 (어린이용 기저귀는 20 이하)

② 성인용 위생깔개(매트) 및 어린이용 위생깔개(매트) : 300 이하

(4) 염소화페놀류(mg/kg) (안감 및 방수층 각각에 한함)

① 오염화석탄산(PCP) : 0.5 이하

* 오염화석탄산(PCP)이란 pentachlorophenol로서 PCP 자체뿐만 아니라 나트륨염 등 모든 PCP화합물을 포함한 함유량을 말한다.

② 사염화석탄산(TeCP) : 0.5 이하

* 사염화석탄산(TeCP)란 2,3,5,6-tetrachlorophenol로서 TeCP 자체뿐만 아니라 나트륨염 등 모든 TeCP화합물을 포함한 함유량을 말한다.

(5) 아조염료(mg/kg) : 30 이하 (안감 및 방수층 각각에 한하며, 착

색된 부위에만 적용한다)

(6) 다음 규격은 어린이용 기저귀 및 어린이용 위생깔개(매트)에 한하여 적용한다.

항 목		규격
유해원소 용출 ¹⁾ (mg/kg) (안감 및 방수층 각각에 한함)	안티몬(Sb)	60 이하
	비소(As)	25 이하
	바륨(Ba)	1,000 이하
	카드뮴(Cd)	75 이하
	크롬(Cr)	60 이하
	납(Pb)	90 이하
	수은(Hg)	60 이하
	셀레늄(Se)	500 이하
유해원소 함유량 (mg/kg) (안감 및 방수층 각각에 한함)	납(Pb)	100 이하
	카드뮴(Cd)	75 이하
프탈레이트계 가소제 ²⁾ (%)	디에틸헥실프탈레이트 (DEHP)	총 합으로써 0.1 이하
	디부틸프탈레이트 (DBP)	
	벤질부틸프탈레이트 (BBP)	
	디이소노닐프탈레이트 (DINP)	
	디이소데실프탈레이트 (DIDP)	
	디엔옥틸프탈레이트 (DnOP)	
	디이소부틸프탈레이트 (DIBP)	

¹⁾ 합성수지제와 종이제에 한하여 적용

²⁾ 합성수지제 고정(테이프)에 한하여 적용

- * 안감 : 피부에 직접 접촉하는 면으로 구성상 최상위층에 있는 면을 말한다.
- ** 흡수층 : 흡수하는 층으로 구성상 중간층에 있는 면을 말한다.
- *** 방수층 : 흡수된 액이 노출되지 않도록 방수한 면으로 구성상 최하위층에 있는 면을 말한다.
- **** 고정(테이프) : 고정하는 데 사용하는 것을 말한다.

5) 시험법

- (1) pH : 제5., 1. pH, 나. 수성추출액 측정법
- (2) 형광증백제 : 제5., 3. 형광증백제
- (3) 포름알데히드 : 제5., 4. 포름알데히드, 나. 제2법
- (4) 염소화페놀류 : 제5., 13. 염소화페놀류 오염화석탄산(PCP)
제5., 14. 염소화페놀류 사염화석탄산(TeCP)
- (5) 아조염료 : 제5., 15. 아조염료
- (6) 유해원소 용출 : 제5., 23. 유해원소 용출
- (7) 유해원소 함유량 : 제5., 17. 납, 19. 카드뮴
- (8) 프탈레이트계 가소제 : 제5., 16. 프탈레이트계 가소제

14. 화장지

1) 적용범위

화장실용 화장지 또는 미용 화장지에 대하여 적용한다. 다만, 이 고시에서 기준 및 규격이 정하여져 있는 것과 「화장품법」에 따른 화장품은 제외한다.

2) 위생용품의 유형

(1) 화장실용 화장지

화장실에서 위생을 위해 사용되는 화장지를 말한다.

(2) 미용 화장지

일상생활에서 얼굴 등에 사용되는 화장지를 말한다.

3) 제조기준

(1) 화장실용 화장지의 경우 생산과정에서 형광증백제를 사용하여서는 아니 된다.

(2) 인체 청결기능 향상과 피부자극 완화를 위해 화장품 원료성분을 사용할 수 있다. 다만, 화장품 원료성분은 「화장품법」에서 정한 규정에 따라 적합하게 사용하여야 한다.

4) 규격

(1) 포름알데히드(mg/L) : 4 이하

(2) 형광증백제 : 불검출(미용 화장지에 한함)

5) 시험법

(1) 포름알데히드 : 제5., 4. 포름알데히드, 가. 제1법

(2) 형광증백제 : 제5., 3. 형광증백제

15. 위생물수건

1) 적용범위

「식품위생법」에 따른 식품접객업의 영업소에서 손세척 등에 사용하는 물수건을 세척, 살균, 소독 등 위생적인 방법으로 재사용 처리해 포장한 제품에 적용한다.

2) 위생용품의 유형

3) 위생처리기준

(1) 원단의 구비요건

건조무게(g/장)	길이(cm/장)	폭(cm/장)	재료
15 g ~ 25 g ±5%	24 cm ~ 28 cm ±5%	24 cm ~ 28 cm ±5%	면타월

(2) 위생물수건의 위생처리에 형광증백제를 사용하여서는 아니된다.

(3) 위생물수건 처리기준

가. 회수과정

대여한 물수건은 부착된 오염물질로 인한 부패 등을 방지하기 위하여 최대한 4일 이내에 회수하여 처리하여야 한다.

나. 전처리과정

부착되어 있는 오물은 세탁 전에 충분히 제거하여 오염정도에 따라

아주 심한 것과 그렇지 않은 것을 분류하여야 한다.

다. 본처리 과정

가) 오염정도가 심하지 않은 물수건의 처리방법

(가) 소독효과가 있는 염소제를 사용하는 방법

- ① 적당량의 세제와 식품첨가물용 또는 수처리 제조용 염소를 첨가하여 온수로 10분 이상 세탁 및 행굼을 충분히 한다.
- ② 정수된 용수를 사용하여 세척제가 충분히 제거될 수 있도록 행굼과 탈수를 번갈아 4회 이상 실시한다.
- ③ 염소제 첨가에 의한 소독은 2회째 행굼 다음에 유리 염소가 250 ppm이상 되도록 첨가하여 실시한다.

(나) 열탕 또는 증기에 의하여 소독후 세척하는 방법

- ① 소독은 고온의 용수 또는 100 ℃ 이상의 증기에 10분 이상 접촉시킨 후 세척을 실시한다.
- ② 적당량의 세제를 사용하여 온수로 10분 이상 세탁 및 행굼을 충분히 한 후 정수된 용수를 사용하여 세척제가 충분히 제거될 수 있도록 행굼과 탈수를 번갈아 4회 이상 실시한다.

나) 오염정도가 심한 물수건의 처리방법

(가) 반복 세척을 행하는 방법

- ① 적당량의 세제와 식품첨가물용 또는 수처리 제조용 염소를 첨가하여 온수로 15분 이상 세탁 및 행굼을 충분히 한다.
- ② 행굼 및 염소제 첨가에 의한 소독은 상기 가), (가)의 ②, ③과

같은 방법으로 행하여야 한다.

(나) 가성소다에 의하여 처리하는 방법

① 특히 오염정도가 심한 물수건은 식품첨가물용 가성소다를 적당량 첨가하여 온수에 15분 이상 침지를 행하고 탈수 후 행하여야 한다.

② 세척은 상기 가) 중 (가)와 같은 방법으로 실시한다. 이때 가성소다가 잔류하지 않도록 세척에 철저를 기하여야 한다.

(다) 효소제에 의하여 처리하는 방법

① 전처리는 적당량의 단백질 분해효소와 세제를 첨가한 온수에 40분간 침지를 행하고 탈수 후 세척을 행하여야 한다.

② 세척은 상기 가) 중 (가)와 같은 방법으로 실시하여야 한다.

다) 상기 가) 또는 나)의 방법으로 처리함에 있어서 표백효과를 높이기 위하여 적당량의 염소제 등 표백제를 전처리 또는 본 처리시에 첨가할 수 있다.

라. 탈수과정

본처리를 마친 물수건은 충분히 탈수하여야 한다.

마. 접는과정

물수건을 포장하기전 접는 과정은 자동기계를 사용함을 원칙으로 한다. 단, 수동작업을 하는 경우에는 작업자의 손에 의한 오염을 방지하기 위해 위생비닐장갑 착용 등 적절한 방법을 사용하여야

한다.

바. 포장과정

물수건의 세척·살균·접는과정이 끝나는 즉시 포장하여야 하고, 포장후의 재오염이 발생하지 않도록 적절히 봉합 하여야 한다.

사. 공급 및 보관 등

가) 포장된 물수건 제품은 신속히 공급하여야 하며, 부득이한 경우에는 10℃ 이하에서 보관하여야 한다.

나) 위생물수건처리업자는 「식품위생법」에 따른 식품접객업의 영업소에 아래의 내용을 주지시킬 의무가 있다.

(가) 대여 받은 제품은 4일 이내에 사용하도록 하여야 한다.

(나) 고객의 손이나 얼굴을 닦기 위하여 대여하는 것이어야 하고 식탁의 행주용 등 다른 목적으로 사용하여서는 아니된다.

(다) 미사용의 제품은 사용자에게 제공하기 전에 가습 및 60℃ 이상으로 보온하는 경우를 제외하고는 10℃이하로 냉장 보관하여야 한다.

(라) 사용한 제품은 뚜껑이 있는 용기 등에 넣어 회수 전까지 위생적으로 보관한다.

4) 규격

(1) 성상 : 외관이 심하게 손상되거나 변색되어서는 아니된다.

(2) 이물 : 이물질이 부착되어 있어서는 아니된다.

- (3) 이취 : 소독제 이외의 이취가 있어서는 아니된다.
- (4) 대장균 : 음성
- (5) 세균수(CFU/장) : 100,000 이하
- (6) 납(mg/kg) : 20 이하
- (7) 수은(mg/kg) : 20 이하
- (8) 비소(mg/kg) : 20 이하(As_2O_3 로서)
- (9) 카드뮴(mg/kg) : 20 이하
- (10) 6가 크롬(mg/kg) : 20 이하
- (11) 형광증백제 : 불검출

5) 시험법

- (1) 대장균 : 제5. 26. 대장균
- (2) 세균수 : 제5. 25. 일반세균수
- (3) 납 : 제5. 17. 납
- (4) 수은 : 제5. 20. 수은
- (5) 비소 : 제5. 18. 비소
- (6) 카드뮴 : 제5. 19. 카드뮴
- (7) 6가 크롬 : 제5. 22. 6가 크롬
- (8) 형광증백제 : 제5. 3. 형광증백제

16. 일회용 행주

1) 적용범위

주방에서 식품용 기구나 식탁 등을 닦기 위하여 사용하는 일회용 제품(최초 사용 시 세척하지 않고 사용하는 제품으로 수회 사용 후 폐기하는 제품 포함)으로서 종이제 등으로 만들어진 건조 제품에 대하여 적용한다.

2) 위생용품의 유형

3) 제조기준

4) 규격

(1) 포름알데히드(mg/L) : 4 이하

(2) 형광증백제 : 불검출

5) 시험법

(1) 포름알데히드 : 제5. 4. 포름알데히드, 가. 제1법

(2) 형광증백제 : 제5. 3. 형광증백제

17. 일회용 타월

1) 적용범위

식품의 유·수분 등을 닦아내거나 손의 물기를 제거하는 용도로 사용되는 종이제 등으로 만들어진 일회용 타월에 대하여 적용한다.

2) 위생용품의 유형

(1) 키친타월

식품과 접촉되어 사용되는 타월을 말한다.

(2) 핸드타월

화장실 등에서 손의 물기 제거 등의 용도로 사용되는 수세용 타월을 말한다.

3) 제조기준

(1) 키친타월

제조·가공에 사용되는 재질 및 제조방법은 「식품위생법」에 따른 「기구 및 용기·포장의 기준 및 규격」(식품의약품안전처 고시)에 따라 제조하여야 한다.

(2) 핸드타월

생산과정에서 형광증백제를 사용하여서는 아니된다.

4) 규격

구분		항목	키친타월	핸드타월
용출 규격	잔류 규격	PCBs(mg/kg)	5 이하	-
		비소(mg/L)	0.1 이하 (As ₂ O ₃ 로서)	-
		납(mg/L)	1 이하	-
		포름알데히드(mg/L)	4 이하	4 이하
		형광증백제	불검출	-

5) 시험법

- (1) PCBs : 제5. 24. PCBs
- (2) 비소 : 제5. 18. 비소
- (3) 납 : 제5. 17. 납
- (4) 포름알데히드 : 제5., 4. 포름알데히드, 가. 제1법
- (5) 형광증백제 : 제5. 3. 형광증백제

18. 일회용 팬티라이너

1) 적용범위

질분비물의 위생처리에 사용되는 것으로서 사용 후 폐기되는 일회용 제품에 대하여 적용한다. 다만, 「약사법」에 따른 의약외품은 제외한다.

2) 위생용품의 유형

3) 제조기준

- (1) 안감, 흡수층, 방수층 등으로 구성되며, 안감은 레이온식물섬유, 인조섬유, 면섬유, 레이온식물섬유 및 인조섬유를 혼합하여 만든 섬유, 폴리에틸렌필름 등을 사용하되 흡윤제를 첨가할 수 있다. 흡수체는 화학펄프를 초지한 흡수지, 고분자흡수쉬트(또는 고분자 흡수체), 면상펄프, 면섬유, 레이온스테플면, 흡수솜, 인조섬유, 레이온식물섬유 등을 쓰며, 방수층으로는 폴리에틸렌 필름, 폴리프로필렌 필름 등을 사용한다.
- (2) 사용하지 않는 면에 접착제를 도포하거나 기타의 방법으로 의복에 고정할 수 있어야 한다.
- (3) 방취목적으로 향료를 첨가할 수 있으나, 첨가하는 향료는 인체에 무해하고 시험에 지장을 초래하지 않는 것이어야 한다.

4) 규격

- (1) 성상 : 백색으로 이취 및 이물질이 없어야 한다. 다만, 사용하지 않는 부분임을 식별하기 위한 색은 가능하다.
- (2) 색소 : 시험법에 적합하여야 한다.
- (3) 산 및 알칼리 : 홍색 및 적색을 각각 나타내지 않아야 한다.
- (4) 형광증백제 : 불검출
- (5) 포름알데히드 : 표준용액보다 색이 진하지 않거나 또는 피크면적이 작아야 한다.
- (6) 흡수량 : 질량 대비 5배 이상
- (7) 삼출 : 3분내에 삼출되지 않아야 한다.
- (8) 강도 : 1분내에 끊어지지 않아야 한다.

5) 시험법

- (1) 색소 : 제5. 29. 색소
- (2) 산 및 알칼리 : 제5. 30. 산 및 알칼리
- (3) 형광증백제 : 제5. 3. 형광증백제
- (4) 포름알데히드 : 제5. 4. 포름알데히드, 다. 제3법 중 1) 비색법 또는 2) 액체크로마토그래프법
- (5) 흡수량 : 제5. 31. 흡수량
- (6) 삼출 : 제5. 32. 삼출
- (7) 강도 : 제5. 33. 강도

19. 물티슈용 마른 티슈

1) 적용범위

인체를 청결하게 유지하기 위하여 손을 닦는 용도 등으로 사용할 수 있도록 포장된 마른 티슈로서 최종 단계에서 물을 첨가하여 사용하는 제품에 대하여 적용한다.

2) 위생용품의 유형

3) 제조기준

4) 규격

(1) 형광증백제 : 불검출

5) 시험법

(1) 형광증백제 : 제5., 3. 형광증백제

제4. 검체의 채취 및 취급방법

1. 검체채취 및 취급의 의의

검체의 채취는 「위생용품 관리법」에 따라서 위생용품위생감시원이 검사대상으로부터 일부의 검체를 채취하여 기준 및 규격 적합여부 검사를 실시하여 그 검사결과에 따라 행정조치 등이 이루어지게 되므로 검사대상 선정, 검체채취·취급·운반·시험검사 등은 효율성을 확보하면서 과학적인 방법으로 수행되어야 한다. 따라서, 검체를 채취하여 위생용품검사기관에 검사 의뢰하는 것은 중요한 의의를 가지므로 관계 공무원은 검체채취 및 취급방법 등에 대하여 충분한 지식을 가지고 그 직무를 수행하여야 한다.

2. 용어의 정의

- 1) 검체 : 검사대상으로부터 채취된 시료를 말한다.
- 2) 검사대상 : 같은 조건에서 제조·가공·소분·위생처리된 위생용품으로 검체가 채취되는 하나의 대상을 말한다.
- 3) 대포장 검체 : 최종 소비자에게 그대로 유통 판매되는 형태가 아닌 대용량으로 포장된 검사대상을 말한다.

3. 검체채취의 일반원칙

- 1) 검체의 채취는 「위생용품 관리법」 제26조 및 같은 법 시행령 제12조에서 규정하는 자가 수행하여야 한다.

- 2) 검체는 검사목적, 검사항목 등을 참작하여 검사대상 전체를 대표할 수 있는 최소한도의 양을 수거하여야 한다.
- 3) 검체를 채취하는 때에는 검사대상으로부터 [별표 3] 난수표를 사용하여 대표성을 가지도록 하여야 한다. 다만, 난수표를 사용할 수 없는 사유가 있을 때에는 채취자가 검사대상을 선정·채취할 수 있다.
- 4) 검체를 채취할 때는 규격 검사에 필요한 양만큼 채취한다.
- 5) 채취된 검체에 의해 검사대상이 손상되지 않도록 주의하여야 하고, 위생용품을 포장하기 전 또는 포장된 것을 개봉하여 검체로 채취하는 경우에는 이물질의 혼입, 미생물의 오염 등이 되지 않도록 주의하여야 하며, 채취한 검체는 봉인하여야 하고 파손하지 않고는 봉인을 열 수 없도록 하여야 한다.

4. 검체의 채취 및 취급요령

검체 채취 시에는 검사 목적, 대상 위생용품의 종류와 물량, 오염 가능성, 균질 여부 등 검체의 물리·화학·생물학적 상태를 고려하여야 한다.

1) 검체의 채취요령

(1) 포장된 검체의 채취

(가) 상자 등에 넣어 유통되는 위생용품은 가능한 한 개봉하지 않고 그대로 채취한다.

(나) 대형 상자에 넣은 위생용품은 검사대상 전체를 대표할 수 있는 일부를 채취할 수 있다.

(2) 냉장 검체의 채취

냉장 위생용품을 검체로 채취하는 경우에는 그 상태를 유지하면서 채취하여야 한다.

(3) 미생물 검사를 요하는 검체의 채취

(가) 검체를 채취·운송·보관하는 때에는 채취당시의 상태를 유지할 수 있도록 밀봉되는 용기·포장 등을 사용하여야 한다.

(나) 검체를 소분 채취할 경우에는 멸균된 기구·용기 등을 사용하여 무균적으로 행하여야 한다.

(다) 검체는 부득이한 경우를 제외하고는 정상적인 방법으로 보관·유통 중에 있는 것을 채취하여야 한다.

(라) 검체는 관련정보 및 특별수거계획에 의한 경우를 제외하고는 완전 포장된 것에서 채취하여야 한다.

(4) 컨테이너 검체의 채취

(가) 여러 개의 컨테이너가 하나의 검사대상인 경우에는 다음 표에 따라 컨테이너를 개봉하여 검체를 채취하여야 한다. 다만, 이 검체채취 및 취급 방법 상 규정된 검체채취지점수 등을 고려하여 개봉수를 가감할 수 있다.

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

(나) 컨테이너에 실려 있는 상태에서 대표성 있는 검체를 수거할 수 없는 경우에는 당해 위생용품을 검사 가능하도록 1/3이상 꺼내게 한 후 검체를 채취할 수 있다.

2) 검체채취내역서의 기재

관계 공무원은 검체 채취 시 당해 검체와 함께 [별표 4] 검체채취내역서를 첨부하여야 한다. 다만, 검체채취내역서를 생략하여도 기준·규격검사에 지장이 없다고 인정되는 때에는 그러하지 아니할 수 있다.

3) 식별표의 부착

수입위생용품검사(유통수거 검사는 제외한다)의 경우 검체채취 후 검체를 수거하였음을 나타내는 [별표 5] 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.

다) 냉장 검체의 운반

냉장 검체는 온도를 유지하면서 운반하여야 한다. 얼음 등을 사용하여 냉장온도를 유지하는 때에는 얼음 녹은 물이 검체에 오염되지 않도록 주의하여야 하며, 드라이아이스 사용 시 검체가 냉동되지 않도록 주의하여야 한다.

라) 미생물 검사용 검체의 운반

(가) 부패·변질의 우려가 있는 검체

미생물 검사를 하는 검체는 멸균용기에 무균적으로 채취하여 저온($5\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 이하)을 유지하면서 24시간 이내에 검사기관에 운반하여야 한다. 부득이한 사정으로 이 규정에 따라 검체를 운반하지 못한 경우에는 재수거하거나 채취일시 및 그 상태를 기록하여 검사기관에 검사 의뢰 한다.

(나) 부패·변질의 우려가 없는 검체

미생물 검사용 검체일지라도 운반과정 중 부패·변질우려가 없는 검체는 반드시 냉장온도에서 운반할 필요는 없으나 오염, 검체 및 포장의 파손 등에 주의하여야 한다.

(다) 얼음 등을 사용할 때의 주의점

얼음 등을 사용할 때에는 얼음 녹은 물이 검체에 오염되지 않도록 주의하여야 한다.

5. 검체채취 기구 및 용기

- 1) 검체채취 기구 및 용기는 검체의 종류, 형상, 용기·포장 등이 다양하므로 검체의 수거 목적에 적절한 기구 및 용기를 준비하여야 한다.
- 2) 「기구 및 용기·포장의 기준 및 규격」(식품의약품안전처 고시)에 적합한 것이어야 한다.
- 3) 기구 및 용기는 운반, 세척, 멸균에 편리한 것이어야 하며 미생물 검사를 위한 검체 채취의 기구·용기 중 검체와 직접 접촉하는 부분은 반드시 멸균 처리하여야 한다.

4) 검체와 직접 접촉하는 기구 및 용기는 검사결과에 영향을 미치지 않는 것이어야 한다.

5) 검체채취 기구 및 용기의 종류

가) 채취용 기구

저울, 핀셋, 가위, 칼, 캔따개, 망치, 전기톱 또는 톱, 드라이어, 피펫, 커터, 액체검체채취용 펌프 또는 튜브, 국자, 깔때기 등

나) 채취용 용기·포장

검체봉투(대, 중, 소), 검체채취병(광구병) 등

다) 미생물 검사용 검체채취 기구

멸균백, 멸균병, 일회용 멸균 플라스틱 피펫, 멸균피펫 inspirator, 일회용 멸균장갑, 70% 에틸알콜, 멸균 스테인레스 국자, 멸균 스테인레스 집게 등

라) 냉장·냉동 검체 운반기구

아이스박스, 아이스팩, 실시간 온도기록계 등

마) 기타

안전모, 간이사다리, 위생장화, 테이프, 사진기, 필기구 등

제5. 위생용품 시험법

1. pH

가. 희석 측정법

1) 장치

pH 측정기

2) 증류수 또는 탈이온수

pH 5.0~7.5 이어야 한다. 규정된 범위 안에 들어오지 않는 경우 내 화학성이 있는 유리제품을 사용하여 다시 증류한다. 산 또는 유기물은 1 g/L의 과망간산칼륨과 4 g/L의 수산화나트륨을 이용하여 증류수에서 제거할 수 있다. 알칼리성은 묽은 황산 용액을 이용하여 증류수에서 제거할 수 있다.

3) 시험조작

시료에 증류수 또는 탈이온수를 가하여 사용농도로 희석한 액을 25 ℃에서 유리전극법(pH 측정기)으로 측정한다.

나. 수성추출액 측정법

1) 장치

- (1) pH 측정기
- (2) 기계적 진탕기

2) 기구

- (1) 마개 달린 유리 또는 폴리프로필렌 플라스크

수성 추출을 하기 위하여 사용되며 내화학성이 있는 것이어야 한다. 유리제품은 오직 이 용도를 위해서만 사용하며, 시험과 시험 사이에는 증류수를 채워 놓을 것을 권장한다.

3) 시약 및 시액

- (1) 증류수 또는 탈이온수

pH 5.0~7.5 이어야 한다. 규정된 범위 안에 들어오지 않는 경우 내화학성이 있는 유리제품을 사용하여 다시 증류한다. 산 또는 유기물은 1 g/L의 과망간산칼륨과 4 g/L의 수산화나트륨을 이용하여 증류수에서 제거할 수 있다. 알칼리성은 묽은 황산 용액을 이용하여 증류수에서 제거할 수 있다.

- (2) 염화칼륨용액

증류수 또는 탈이온수를 이용한 0.1 mol/L 용액

4) 시료의 준비

- (1) 섬유의 안감부위를 시료로 하고 흡수층이 있는 경우 흡수층을 제거한다.
- (2) 섬유 재료를 대표할 수 있고 필요한 모든 시료량을 제공하기에 충분한 양을 채취한다. 시료 각각의 크기가 대략 5 mm 정도의 조각들로 자르거나 또는 시료가 빨리 젖을 수 있도록 시료를 조각낸다.
- (3) 오염을 피하기 위해 손으로 재료를 만지지 않도록 하며, 시험용 시료는 각각 2.00 ± 0.05 g씩 3개의 시료를 취한다.

5) 시험용액의 조제

각각의 시료에 100 mL의 추출용액(물 또는 염화칼륨 용액)을 마개가 달린 플라스크에 넣고 시료가 적당히 적셔지도록 손으로 짧은 시간 동안 플라스크를 흔들어 준 후 2시간 $\pm$ 5분 동안 기계로 진탕하여 추출하여 시험용액으로 한다.

6) 시험조작

- (1) 첫 번째 추출액을 비이커에 옮긴 후 즉시 10 mm 이상의 깊이로 전극을 담그고 pH 표시 값이 안정화될 때까지 막대로 천천히 젖는다.(이 용액의 pH 값은 기록하지 않는다)
- (2) 두 번째 추출액을 다른 비이커로 옮긴 후 전극을 수세하지 않은

상태로 즉시 10 mm 이상의 깊이로 비이커에 전극을 담그고 pH 값이 안정화될 때까지 젖지 않고 세워둔 후 pH 값을 측정한다.

(3) 세 번째 추출액을 다른 비이커로 옮긴 후 전극을 수세하지 않은 상태로 즉시 10 mm 이상의 깊이로 비이커에 전극을 담그고 pH 값이 안정화될 때까지 젖지 않고 세워둔 후 pH 값을 측정한다.

(4) 두 개의 pH 값 사이에 차이가 0.2보다 적은 경우 평균치로 계산하며, 0.2보다 크다면 다른 시료를 사용하여 시험절차를 반복한다.

2. 메탄올

1) 장치

기체크로마토그래프

2) 표준용액

메탄올표준용액 : 메탄올 100 mg을 정밀히 달아 100 mL 메스플라스크에 넣고 물을 가하여 정확하게 100 mL로 한 액을 표준원액으로 한다 (1,000mg/L). 표준원액을 물을 가하여 단계별로 희석한 액을 표준용액으로 한다.

3) 시험용액의 조제

(1) 세척제 및 행굼보조제

아래의 에탄올 희석법 또는 헤드스페이스법 중 선택할 수 있다.

가) 에탄올 희석법: 시료 0.5 g에 에탄올을 가하여 10mL로 한 액을 10분 동안 초음파 추출기로 추출한 후 원심분리하여 상등액을 0.45 μm 멤브레인 필터로 여과하여 시험용액으로 한다. 시험용액 및 표준용액을 기체크로마토그래프 측정조건에 따라 시험하고, 검량선을 이용하여 시험용액 중 메탄올의 양을 구한다.

나) 헤드스페이스법: 시료 0.5 g에 물을 가하여 10 mL로 한 액을 시험용액으로 한다. 시험용액 1 mL를 정확하게 취하여 헤드스

페이스 바이알(Vial)에 넣고 헤드스페이스-기체크로마토그래프 측정조건에 따라 시험하고, 검량선을 이용하여 시험용액 중 메탄올 양을 구한다.

(2) 식품접객업소용 물티슈

검체(부자재를 제외한 내용물) 및 표준용액 3 mL씩을 정확하게 취하여 헤드스페이스 바이알에 넣고 헤드스페이스-기체크로마토그래프 측정조건에 따라 시험하고, 검량선을 이용하여 시험 용액 중 메탄올의 양을 구한다.

4) 시험조작

(1) 기체크로마토그래프 측정조건

가) 컬럼 : 안지름 0.32 mm, 길이 30 m의 모세관에 폴리에틸렌 글리콜이 0.5 μm 의 두께로 코팅된 것, 또는 이와 동등한 분리 성능을 가진 것

나) 컬럼 온도 : 50 $^{\circ}\text{C}$ 에서 5분 동안 유지한 다음 150 $^{\circ}\text{C}$ 까지 매분 10 $^{\circ}\text{C}$ 씩 상승시킨 후 2분 동안 유지한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.

다) 주입부 온도 : 200 $^{\circ}\text{C}$

라) 주입방식 : 스플릿 (10 : 1)

마) 검출기 : 불꽃이온화검출기

바) 검출기 온도 : 250 $^{\circ}\text{C}$

사) 운반기체 : 질소 또는 헬륨(유속 : 분당 1 mL)

(2) 헤드스페이스-기체크로마토그래프 측정조건

헤드스페이스

가) 바이알 용량 : 20 mL

나) 주입량(루프) : 1 mL

다) 바이알 평형 온도 : 70 °C

라) 주입라인온도 : 90 °C

마) 바이알 평형시간 : 10 분

기체크로마토그래프

4), (1) 기체크로마토그래프 측정조건과 동일하게 조작한다. 다만,
주입량은 1 mL로 한다.

3. 형광증백제

1) 장치

자외선 램프

2) 시약 및 시액

(1) 0.1% 암모니아수

(2) 10% 염산 : 염산 23.6 mL에 물을 가하여 100 mL로 한다.

3) 예비시험

어두운 곳에서 이 품목에 365 nm를 주파장으로 하는 자외선을 조사하여 자색~청백색 형광의 유무를 관찰한다. 형광이 확인된 경우에는 다음 시험을 한다.

4) 본시험

(1) 시험용액의 조제

- 물에 용해되는 제품(희석법) : 시료에 물을 가하여 사용농도로 희석한 액 100 mL를 취한 다음 0.1% 암모니아수 몇 방울을 가해주고 잘 저어 준 다음 미알칼리성(pH 7.5~9)으로 한 액을 시험용액으로 한다.
- 물에 용해되지 않는 제품(용출법) : 시료(기저귀의 경우 피부가

닿을 수 있는 안감에서, 위생깔개 매트는 가장자리 부위에서 최소 10 cm 떨어진 곳에서 채취한다)를 가로 5 cm, 세로 5 cm의 크기 (25 cm^2)로 자른다. 이 때 검체가 25 cm^2 미만일 때에는 합하여 동일 면적이 되도록 한다. 단, 면봉은 축을 제외한 면에서 2 g을 채취한다. 200 mL 용량의 비이커에 물 100 mL를 넣고 0.1% 암모니아수 몇 방울을 가해주고 잘 저어 준 다음 미알칼리성(pH 7.5~9)을 확인한다. 이 용액에 시료를 넣고 때때로 느리게 저어 주면서 약 10분간 상온(기저귀의 경우 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$)에서 침출한 후 유리 면을 이용하여 여과한 액을 시험용액으로 한다.

(2) 시험조작

시험용액에 10% 염산 1~2 방울을 가하여 약산성(pH 3~3.5)으로 한다. 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 찐 다음 암실에서 자외선을 거즈에 약 30 cm 떨어진 위치에서 조사한다.

4. 포름알데히드

가. 제1법

1) 장치

액체크로마토그래프

2) 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 아세토니트릴 8 mL를 가한 액을 2,4-디니트로페닐하이드라진 인산액으로 한다.

3) 표준용액

포름알데히드(formaldehyde)를 4% 초산에 녹여 0.01 ~ 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 의 농도가 되도록 한 액을 포름알데히드 표준용액으로 한다. 다만 종이제인 경우 포름알데히드를 물에 녹여 0.01~1.0 $\mu\text{g/mL}$ 의 농도가 되도록 한 액을 포름알데히드 표준용액으로 한다.

4) 시험용액의 조제

(1) 식품접객업소용 물티슈

검체(부자재를 제외한 내용물), 물티슈액 1.0 g에 4% 초산을 가해 50 mL로 한 액을 시험용액으로 한다.

(2) 식품접객업소용 물티슈 이외의 제품

4% 초산을 침출용액으로 하여 「기구 및 용기·포장의 기준 및 규격」 IV.기구 및 용기·포장의 시험법 중 ‘2-6 재질별 용출시험 용액의 조제’에 따라 조제한 액을 10배 희석하여 시험용액으로 한다. 다만, 종이제에 대해서는 물을 침출용액으로 한다.

5) 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 아세토니트릴 0.7 mL를 가한다.

6) 시험조작

(1) 액체크로마토그래프 측정조건

- 컬럼 : C₁₈(4.6 mm I.D. × 250 mm, 5 μm) 또는 이와 동등한 것
- 컬럼온도 : 40℃
- 검출기 : 자외부흡광검출기(파장 : 354 nm)

- 이동상 : 55% 아세토니트릴
- 유속 : 분당 1 mL

(2) 정성시험

상기 5) 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

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

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

나. 제2법

1) 장치

분광광도계

2) 시약 및 시액

(1) 아세틸아세톤시액

암모늄아세테이트 150 g을 800 mL의 증류수에 넣어 녹인 후 3 mL의 아세트산과 2 mL의 아세틸아세톤을 넣고 증류수를 첨가하여 1,000 mL이 되도록 맞춘 것을 아세틸아세톤시액으로 하며, 제조 후 갈색병에 보관한다.

* 처음 조제 후 12시간 방치하면 그 색이 약간 진해지므로 사용하기 12시간 이전에 미리 조제하여야 하며, 조제 후 6주까지는 사용 가능하다.

(2) 디메돈에탄올용액

디메돈(dimethyl-dihydro resrcinol 또는 5,5-dimethyl-cyclohexanedione) 1 g을 에탄올에 녹인 후 용액을 에탄올로 희석시켜 100 mL를 만든다. 사용 직전에 제조한다.

(3) 포름알데히드 용액

농도 약 37%(w/v 또는 w/w)

3) 표준용액

(1) 표준원액

포름알데히드 용액을 증류수로 희석하여 1,500 mg/L 농도의 용액을 표준원액으로 하며 4주간 보관한다.

(2) 표준용액

표준원액(1.5 mg/mL) 10 mL를 취하여 200 mL 메스플라스크에 넣은 다음 증류수를 가하여 200 mL로 한 액을 표준용액으로 한다. 이 용액은 75 mg/L의 포름알데히드를 포함한다.

(3) 검량 곡선용 표준용액의 준비

표준용액을 500 mL 메스플라스크로 옮겨 증류수로 희석하여 다음과 같은 방법으로 최소 5개의 검량 곡선용 표준용액을 준비한다.

가) 표준용액 1 mL를 희석하여 500 mL로 하면 포름알데히드 농도 0.15 $\mu\text{g/mL}$

나) 표준용액 2 mL를 희석하여 500 mL로 하면 포름알데히드 농도 0.30 $\mu\text{g/mL}$

다) 표준용액 5 mL를 희석하여 500 mL로 하면 포름알데히드 농도 0.75 $\mu\text{g/mL}$

라) 표준용액 10 mL를 희석하여 500 mL로 하면 포름알데히드 농도 1.50 $\mu\text{g/mL}$

마) 표준용액 15 mL를 희석하여 500 mL로 하면 포름알데히드 농도 2.25 $\mu\text{g/mL}$

바) 표준용액 20 mL를 희석하여 500 mL로 하면 포름알데히드 농도 3.00 $\mu\text{g/mL}$

사) 표준용액 30 mL를 희석하여 500 mL로 하면 포름알데히드 농도 4.50 $\mu\text{g/mL}$

아) 표준용액 40 mL를 희석하여 500 mL로 하면 포름알데히드

농도 6.00 $\mu\text{g/mL}$

* $y=a+bx$ 형태의 일차 회귀선 식을 계산한다. 이 회귀선은 모든 범위의 측정에 적용된다. 시험용액이 500 mg/kg보다 높은 농도의 포름알데히드를 포함하고 있으면 시료 용액을 희석하여 분석한다.

** 이런 이중 희석은 시료의 시험 용액과 검정 곡선용 표준용액의 포름알데히드 농도를 같게 하는데 필요하다. 시료가 20 mg/kg의 포름알데히드를 포함하고 있다면 이 시료 1 g을 100 mL의 증류수로 추출하면 이 용액은 20 μg 의 포름알데히드를 포함하게 되며, 시험용액 1 mL에는 0.2 μg 의 포름알데히드를 포함하게 된다.

4) 시료의 준비

- (1) 하나의 검체에서 2개의 시료를 채취하고 잘게 잘라서 약 1 g을 10 mg의 정확도로 칭량한다. 포름알데히드 함량이 낮으면 충분한 정확도를 얻을 수 있도록 시료의 무게를 2.5 g까지 늘린다. 다만, 일회용 면봉은 면체를 잘게 잘라 2.5 g을 취한다.
- (2) 무게를 측정한 각 시료를 마개 달린 250 mL 플라스크에 넣고 증류수를 100 mL를 가한다. 마개를 단단히 막은 다음 40 ± 2 °C의 항온 수조에 60 ± 5 분간 유지시키며 적어도 매 5분마다 흔들어 준다. 그 후 필터를 사용하여 다른 플라스크에 용액을 여과한다.

* 시험에 앞서 시료를 일정 용기에 보관하거나 바로 시험한다.

** 시료 보관은 폴리에틸렌 봉지에 넣어 알루미늄 호일로 싸서 보관한다. 이처럼 보관에 주의를 기울이는 이유는 포름알데히드가 봉지의 작은 기공을 통해서 확산될 수 있기 때문이다. 이 외에도 가공 공정시 존재하는 촉매나 다른 화합물 때문에 세척하지 않은 시료는 호일과 직접 접촉시 반응이 일어 날 수도 있다.

5) 시험조작

- (1) 여과된 추출액 5 mL를 시험관에 넣고 표준 포름알데히드 용액 5 mL를 다른 시험관에 넣는다. 이 각 시험관에 아세틸아세톤 시액 5 mL를 가한 후 잘 혼돈다.
- (2) 이 시험관을 40 ± 2 °C의 항온수조에서 30 ± 5 분간 유지한 후 꺼내어 실온에서 30 ± 5 분간 방치한다. 5 mL의 증류수에 5 mL의 아세틸아세톤 시약을 가한 후 같은 방법으로 처리하여 공시험액으로 사용하며, 10 mm 흡광셀을 사용하여 분광광도계 412 nm에서 증류수에 대한 흡광도를 측정한다.
- (3) 시료가 500 mg/kg보다 높은 포름알데히드 추출값이 나올 것으로 예측되거나 5 : 5 비율을 사용하여 계산한 값이 500 mg/kg보다 높을 경우에는 흡광도가 검정 곡선의 범위 내에 들어오도록 희석해야 한다.(결과 계산할 때 희석비를 고려하여야 한다)

(4) 시험 추출액의 색상이 바뀌거나 포함된 불순물에 의한 효과를 보정하기 위해서 5 mL의 시료 추출액을 다른 시험관에 넣고 아세틸아세톤 시약 대신에 증류수 5 mL를 넣은 다음 위와 같이 처리한다. 그리고 증류수를 대조시료로 사용하여 위와 같은 방법으로 흡광도를 측정한다.

(5) 적어도 2개의 평행 시험을 한다. 다만, 일회용 면봉은 평행시험을 생략할 수 있다.

* 발색된 노란색은 일광에 잠시동안 직접 노출되면 색이 변화한다. 이러한 경우 시험관의 흡광도를 측정하는 시간이 지연되므로 강한 일광이 비치는 장소이면 시험관들을 포름알데히드가 포함되지 않은 재료로 된 덮개를 씌우는 방법 등을 사용하여 주의를 기울여야 한다. 이렇게 하면 일정 시간(하룻밤 정도)동안 색상의 변화가 없으므로 필요시 흡광도 측정이 지연되어도 된다.

(6) 측정한 흡광도가 포름알데히드에 의한 것이 아니고 추출된 염료 등에 의한 것으로 의심되면 디메돈으로 확인한다.

* 디메돈은 포름알데히드와 반응하여 포름알데히드에 의한 발색 반응이 나타나지 않는다.

(7) 5 mL의 시료 추출액을 시험관에 넣고(필요시 희석)디메돈과 에탄올 혼합 용액 1 mL를 가하고 흔든다. 이 용액을 40 ± 2 °C의 항온 수조에서 10 ± 1 분간 유지시킨 후 5 mL의 아세틸아세톤 시액을 가한 후 흔들어서 40 ± 2 °C의 항온 수조에서 30 ± 5 분간

유지시킨다. 그리고 실온에서 30±5분간 방치한다. 추출액 대신 증류수로 위와 같은 절차대로 준비한 대조 용액을 사용하여 용액의 흡광도를 측정한다. 412 nm에서 포름알데히드에 의한 흡광도가 나타나지 않는다.

6) 결과

각 시료에 대하여 아래와 같이 시료의 흡광도를 보정한다.

$$A = A_s - A_b - (A_d)$$

A : 보정된 흡광도

A_s : 측정된 시료의 흡광도

A_b : 공시험액의 측정된 흡광도

A_d : 공시료액의 측정된 흡광도(색상의 변화나 오염이 있을 경우에 한함)

(1) 보정된 흡광도 값으로 검정 곡선에서 포름알데히드의 양을 $\mu\text{g/mL}$ 의 단위로 계산한다.

(2) 각 시료에 대해 추출된 포름알데히드 양(F)을 다음 식을 사용하여 mg/kg 단위로 계산한다.

$$F = (C \times 100) / W$$

C : 검정 곡선에서 계산한 용액 중의 포름알데히드 농도(mg/L)

W : 시료의 질량(g)

(3) 2개의 결과값에 대한 산술 평균값을 계산하며, 그 결과가 20

mg/kg 미만이면 “불검출”로 한다. 일회용 면봉은 결과 값이 16 mg/kg 미만이면 “불검출”로 한다.

다. 제3법

1) 비색법

(1) 장치

네슬레관

(2) 표준용액

크롬산칼륨 218.1 mg을 정확하게 달아 물을 넣어 녹여 정확하게 1 L로 하고 이 액 10 mL를 정확하게 취하여 물을 넣어 정확하게 100 mL로 하여 이것을 비교액으로 한다

(3) 시험조작

시료 1개를 취하여 그 질량을 정확하게 달고 이것을 가늘게 잘라 1 L 마개달린 플라스크에 넣고 검체질량의 40배량의 물을 정확하게 넣은 다음 마개를 하고 40 °C 수욕중에서 때때로 흔들어 섞으면서 1시간 추출한다. 다음에 이 액을 유리여과기(G4)를 써서 따듯할 때 여과하여 이것을 시험용액으로 한다. 시험용액 10 mL를 정확하게 취하여 네슬레관에 넣고 아세틸아세톤시액 10 mL를 넣어 흔들어 섞고 40 °C 수욕중에서 30분간 가온하여 급냉한다. 따로 비교액 20 mL를 네슬러관에 넣고 두관을 흰색의 배경을 써서 위에서 관찰

하여 액의 색을 비교할 때 시험용액에서 나타나는 색은 비교액에서 나타나는 색보다 진하지 않다. 다만, 고분자썬트(또는 고분자흡수제)를 함유한 제품에 대해서는 검체질량의 60배량의 새로 끓여 식힌 물을 사용하여 시험용액을 만들고 시험용액은 15 mL를 정확하게 취하여 네슬러관에 넣고 아세틸아세톤시액 5 mL를 넣는다.

2) 액체크로마토그래프법

(1) 장치

액체크로마토그래프

(2) 시험조작

가) 상기 1) 비색법에서 얻은 시험용액 및 표준용액 5 mL씩을 정확하게 취하여 마개달린 시험관에 넣고 각각에 아세틸아세톤 시액 5.0 mL를 넣어 흔들어 섞은 다음 40 °C 수욕중에서 30분간 가온하고 30분간 방치한다. 이 액들을 가지고 다음의 조건으로 액체크로마토그래프법에 따라 시험할 때 시험용액 중의 포름알데히드-아세틸아세톤 반응생성물의 피크면적은 표준용액의 포름알데히드-아세틸아세톤 반응생성물의 피크면적보다 크지 않아야 한다. 다만, 고분자썬트(또는 고분자흡수제)를 함유한 제품에 대해서는 포름알데히드 표준용액 10 mL를 정확하게 취하여 물을 넣어 15.0 mL로 한 액을 표준용액으로 한다.

나) 액체크로마토그래프 측정조건

- 검출기 : 자외부흡광광도계(측정파장 415 nm)
- 컬럼 : 안지름 약 4.6 mm, 길이 약 15 cm인 스테인레스강관에
5 μ m의 액체크로마토그래프용 옥타데실실릴화한실리카겔을
충전한 것 또는 이와 동등한 것
- 컬럼온도 : 35 $^{\circ}$ C
- 이동상 : 아세토니트릴 · 물(20 : 80) 혼합액
- 유속 : 1.0 mL/분

다) 시험결과 시험용액 중의 포름알데히드-아세틸아세톤 반응생성물의 피크면적이 표준용액의 포름알데히드-아세틸아세톤 반응생성물의 피크면적보다 클 때는 다음의 방법에 따라 시험용액 중의 포름알데히드-아세틸아세톤 반응생성물의 피크가 포름알데히드에 의한 것임을 확인하여야 한다.

- 1) 비색법에서 얻은 시험용액 5.0 mL를 마개달린 시험관에 넣고 디메돈 · 에탄올용액 1.0 mL를 넣어 흔들어 섞은 다음 40 $^{\circ}$ C 수욕에서 10분간 가온하고 다시 아세틸아세톤시액 5.0 mL를 넣고 흔들어 섞은 다음 40 $^{\circ}$ C 수욕에서 30분간 가온하고 30분간 방치한다. 이 액을 가지고 2) 액체크로마토그래프법에 따라 시험하여 시험용액 중의 포름알데히드-아세틸아세톤 반응생성물의 피크가 나타나지 않을 때 포름알데히드의 존재가 확인되어야 한다.

※ 표준액 및 시액의 조제

- (1) 포름알데히드 표준액

가. 포름알데히드 표준액의 조제

포름알데히드로서 4.0 g에 해당하는 양의 포름알데히드액을 정밀하게 달아 물을 넣어 정확하게 100 mL로 한다. 이 액 10 mL를 정확하게 취하여 물을 넣어 100 mL로 하고 이 조작을 4 회 반복하여 포름알데히드 표준액으로 한다.

$$\text{포름알데히드 표준액 } 1 \text{ mL} = 0.4 \mu\text{g CH}_2\text{O}$$

나. 포름알데히드액의 표정

포름알데히드액 약 1 g을 정밀하게 달아 미리 물을 넣은 용량플라스크에 넣고 물을 넣어 정확하게 100 mL로 한다. 이 액 10 mL를 정확하게 취하여 0.05 mol/L 요오드액 50 mL를 정확하게 넣고 1 mol/L 수산화칼륨액 20 mL를 넣은 다음 15 분간 상온에서 방치한다. 다시 묽은 황산 15 mL를 넣어 과량의 요오드를 0.1 mol/L 티오황산나트륨액으로 적정한다(지시약: 전분시액). 따로 물 10 mL를 사용하여 동일한 방법으로 공시험을 한다.

$$0.05 \text{ mol/L 요오드액 } 1 \text{ mL} = 1.5013 \text{ mg CH}_2\text{O}$$

(2) 아세틸아세톤시액

아세트산암모늄 150 g에 적당량의 물을 넣어 녹이고 아세트산(100)

3 mL 및 아세틸아세톤 2 mL를 넣고 다시 정제수를 넣어 1 L로 한다. 쓸 때 만든다.

(3) 디메돈 · 에탄올용액

디메돈 1 g에 에탄올(95)을 넣어 녹여 100 mL로 한다. 쓸 때 만든다.

5. 과망간산칼륨소비량

1) 시약 및 시액

- (1) 희석한 황산(1→3) : 증류수 200 mL에 황산(H_2SO_4) 100 mL를 저으면서 천천히 넣어 제조한다.
- (2) 0.005 mol/L 옥살산나트륨용액 : (150~200) °C에서 (1~1.5)시간 건조시키고 데시케이터에서 식힌 옥살산나트륨($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) 0.6700 g을 물에 녹여 1 L로 하여 갈색병에 보존하고, 조제 후 1개월 내에 사용한다.
- (3) 0.002 mol/L 과망간산칼륨용액 : 과망간산칼륨(KMnO_4) 0.31 g을 물에 녹여 1 L로 한 후 갈색병에 보존한다. 사용 시 0.005 mol/L 옥살산나트륨용액을 사용하여 표정한다.

<0.002 mol/L 과망간산칼륨용액의 표정>

삼각플라스크에 물 100 mL, 희석한 황산(1→3) 5 mL 및 0.002 mol/L 과망간산칼륨용액 5 mL를 넣고 5분간 끓인 다음 0.005 mol/L 옥살산나트륨용액 10 mL를 가하여 탈색시킨 후 0.002 mol/L 과망간산칼륨용액으로 옅은 홍색이 없어지지 아니하고 남을 때까지 첨가한다. 이 액에 다시 희석한 황산(1→3) 5 mL와 0.002 mol/L 과망간산칼륨용액 5 mL를 넣고 5분간 끓인 다음 0.005 mol/L 옥살산나트륨용액 10 mL를 가하여 탈색시킨 후 0.002 mol/L 과망간산칼륨용액으로 옅은 홍색이 없어지지 않고 남을 때까지

적정한다. 적정에 소비된 0.002 mol/L 과망간산칼륨용액의 량 (mL)으로부터 다음 식에 따라 역가(f)를 구한다.

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

2) 시험용액의 조제

이 품목을 물로 잘 씻은 후 표면적 1 cm²에 대하여 2 mL의 비율로 70 ℃로 가열한 물에 담근 후 시계접시로 덮고 70 ℃를 유지하면서 때때로 저어가며 30분간 방치한 액을 시험용액으로 한다.

3) 시험조작

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

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

a : 본시험의 0.002 mol/L 과망간산칼륨용액의 적정량(mL)

b : 공시험의 0.002 mol/L 과망간산칼륨용액의 적정량(mL)

f: 0.002 mol/L 과망간산칼륨용액의 역가

6. 총용출량

1) 시험용액의 조제

이 품목을 물로 잘 씻은 후 표면적 1 cm^2 에 대하여 2 mL의 비율로 70 ℃로 가열한 물에 담근 후 시계접시로 덮고 70 ℃를 유지하면서 때때로 저어가며 30분간 방치한 액을 시험용액으로 한다.

2) 시험조작

시험용액 200~300 mL를 미리 105 ℃에서 건조시킨 중량을 알고 있는 백금제 또는 석영제의 증발접시에 취하여 수욕상에서 증발 건조한다. 이어서 105 ℃에서 2시간 건조시킨 후 데시케이터 중에 방랭한다. 이를 식힌 후 칭량하여 증발접시의 전후의 무게차 $a(\text{mg})$ 를 구하고 다음 식에 따라 총용출량을 구한다.

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

b : 시험용액과 같은 양의 침출용액에 대하여 얻은 공시험치(mg)

7. 착색료

가. 산성색소

1) 장치

- (1) 실리카겔 또는 폴리아미드 박층 : 박층크로마토그래피용
- (2) 여지(거름종이) : 여지크로마토그래피용
- (3) 전개조
- (4) 액체크로마토그래프-광다이오드배열 검출기(HPLC-PDA)

2) 시약 및 시액

(1) 탈지양모

가) 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.

나) 2법 : 속슬렛추출장치에서 석유 에테르로 백색양모를 충분히 탈지한 다음 에테르를 실온에서 증발시켜 물로 충분히 씻고 가볍게 짜서 바람에 말린다.

(2) 전개용매

가) 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)

나) 박층크로마토그래피(폴리아미드 박층)

(가) 메탄올 : 에탄올 : 이소아밀알코올 : 28% 암모니아수(15 : 10 : 5 : 3)

(나) 피리딘 : 메탄올 : 28% 암모니아수 : 물(5 : 6 : 1 : 16)

다) 여지크로마토그래피

(가) 아세톤 : 이소아밀알코올 : 물(6 : 5 : 5)

(나) n-부탄올 : 무수에탄올 : 1% 암모니아수(6 : 2 : 3)

(다) 25% 에탄올용액 : 5% 암모니아수(1 : 1)

(3) 색소 표준용액

색소 표준원액을 물에 녹여 적정 농도가 되도록 희석하여 사용한다. 단, 4) 시험조작 중 (3)을 따를 경우 색소표준원액을 10 mM 아세트산암모늄 용액으로 희석하여 사용한다.

3) 시험용액의 조제

물을 침출용액으로 하여 「기구 및 용기·포장의 기준 및 규격」 IV. 기구 및 용기·포장의 시험법 중 ‘2-6 재질별 용출시험용액의 조제’에 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 30분간 가온한 다음 양모를 건져내고 초산으로 중화하여 농축한 액을 시험용액으로 한다.

4) 시험조작

(1) 박층크로마토그래프

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)을 조사하여 비교 관찰한다.

(2) 여지크로마토그래프

크로마토그래피용 여과지의 끝에서 40 mm의 곳에 연필로 줄을 긋고 그 위에 시험용액과 색소표준용액을 각각 20 mm의 간격으로 마이크로피펫 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)을 조사하여 비교 관찰한다.

(3) 액체크로마토그래프

가) 측정조건

- 컬럼 : C18(4.6 mm I.D. × 250 mm, 5 μm) 또는 이와 동등한 것
- 컬럼온도 : 40℃
- 검출기 : 광다이오드배열 검출기(PDA, 파장 : 350~650 nm)
- 이동상 : A : 10 mM 아세트산암모늄 용액, B : 아세토니트릴
- 농도기울기 : A : B(95 : 5)에서 A : B(50 : 50)까지의 직선 농도기울기를 30분간 실시한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 유속 : 분당 1 mL

나) 정성시험

시험용액, 표준용액 각각 10 μL씩 사용하여 가) 측정조건에 따라 액체크로마토그래피를 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 각 성분의 피크검출시간이 일치하는지 확인한다.

다) 정량시험

나) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크검출시간과 표준용액 크로마토그램의 각 성분의 피크검출시간이 일치할 때에는 나)

정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 표준용액 크로마토그램의 각 성분의 피크면적을 측정하여 미리 작성한 검량선을 이용하여 시험용액 중 착색료의 양을 구한다.

나. 모든 색소

1) 장치

- (1) 액체크로마토그래프-광다이오드배열 검출기
- (2) 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 메스플라스크에 넣고 메탄올을 가하여 10 mL로 한다(10 mg/L). 이 액 0.1 mL를 취하여 10 mL 메스플라스크에 넣고 메탄올을 가하여 10 mL로 한 액을 표준용액으로 한다(0.1 mg/L).

3) 시험용액의 조제

「기구 및 용기·포장의 기준 및 규격」 IV. 기구 및 용기·포장의 시험법 중 ‘2-6 재질별 용출시험용액의 조제’에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다. 다만, 침출용액으로 n-헵탄을 사용하여 조제한

시험용액의 경우 시험용액 2 mL를 취하여 40℃에서 질소 건조한 후 메탄올 2 mL를 가하여 잔류물을 녹여 최종 시험용액으로 한다.

4) 시험조작

(1) 액체크로마토그래프

가) 측정조건

- 컬럼 : C₁₈(3.0 mm I.D. × 150 mm, 3 μm) 또는 이와 동등한 것
- 컬럼온도 : 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 30분간 실시한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 유속 : 분당 0.3 mL

나) 정성시험

시험용액, 표준용액 각각 10 μL씩 사용하여 가) 측정조건에 따라 액체크로마토그래피를 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크 검출시간과 표준용액 크로마토그램의 각 성분의 피크 검출시간이 일치하는지 확인한다.

다) 정량시험

나) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크 검출시간과 표준용액 크로마토그램의 각 성분의 피크 검출시간이 일치할 때

에는 나) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 표준용액 크로마토그램의 각 성분의 피크 면적을 측정하여 미리 작성한 검량선을 이용하여 시험용액 중 착색료의 양을 구한다.

(2) 액체크로마토그래프-질량분석기/질량분석기

가) 측정조건

- 컬럼 : C₁₈(2.1 mm I.D. × 50 mm, 1.8 μm) 또는 이와 동등한 것
- 컬럼온도 : 35℃
- 검출기 : 질량분석기/질량분석기
 - 이온화 방법 : 전자분무이온화(ESI, positive)
 - 이온화소스 온도 : 200 ℃
 - 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 30분간 실시한다. 필요에 따라 적절히 조절한다.
- 유속 : 분당 0.3 mL

※ 색소 및 질량분석기 특이이온(예시)

번호	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

나) 정성시험

시험용액, 색소표준용액을 각각 10 μ L씩 사용하여 가) 액체크로마토그래프-질량분석기/질량분석기 측정조건에 따라 액체크로마토그래피/질량분석을 행하고, 시험용액 크로마토그램의 피크 검출시간과 표준용액 크로마토그램의 각 성분의 피크 검출시간이 일치하는지 확인한다.

다) 정량시험

나) 정성시험에서 시험용액 크로마토그램의 피크 검출시간과 표준용액 크로마토그램의 각 성분의 피크 검출시간이 일치할 때에는 나) 정성시험에서 얻어진 시험결과를 토대로 시험용액 및 표준용액 크로마토그램의 각 성분의 피크 면적을 측정하여 미리 작성한 검량선을 이용하여 시험용액 중 착색료의 양을 구한다.

8. 수분

1) 장치

건조기

2) 시험조작

미리 가열하여 항량으로 한 칭량접시에 검체 3~5 g을 정밀히 달아 뚜껑을 약간 열어 놓고 105~110 °C로 맞춘 건조기에 넣어 3~5시간 건조한 후 데시케이터 중에서 약 30분간 식히고 무게를 단다. 다시 칭량접시를 1~2시간 건조하여 항량이 될 때 까지 같은 조작을 반복한다. 일반적인 것은 1회에 4시간 건조하여 수분량을 측정한다.

$$\text{수분 (\%)} = \frac{b - c}{b - a} \times 100$$

a : 칭량접시의 무게(g)

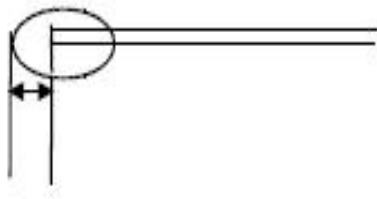
b : 칭량접시와 검체의 무게(g)

c : 건조 후 항량이 되었을 때의 무게(g)

9. 면체와 축의 거리

1) 시험조작

버니어캘리퍼스 또는 이와 동등이상의 측정기를 사용하여, 면체의 끝과 축의 끝 사이를 측정한다.

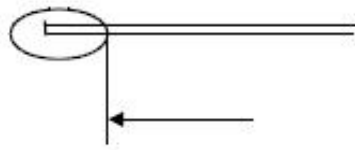


1 mm 이상

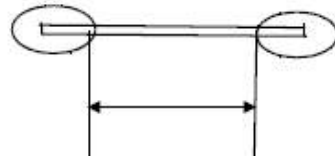
10. 축간 거리

1) 시험조작

버니어캘리퍼스 또는 이와 동등이상의 측정기를 사용하여, 면체가 덮여지지 않은 축간의 거리를 측정한다.



40 mm 이상

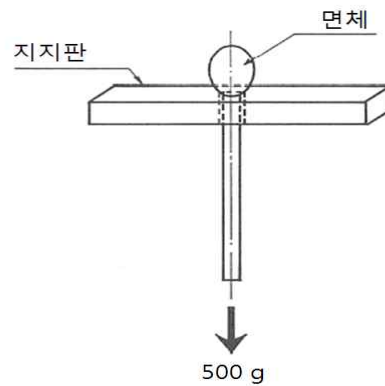


40 mm 이상

11. 면체와 축의 접착강도

1) 시험조작

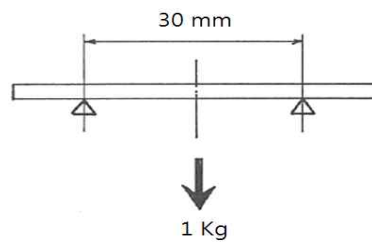
시료를 지지판에 넣고 축에 500 g 추를 매달아 30초간 유지되어야 한다. 면체는 건조한 것, 물을 적신 것, 베이비 오일을 적신 것 3종류로 하고, 적신 후 바로 확인한다.



12. 축의 강도

1) 시험조작

아래의 그림과 같이 축의 중앙에 직경 1.5 mm 철사로 1 kg의 중력을 가하였을 때 1분 내에 부러지지 말아야 한다.



13. 염소화페놀류 오염화석탄산(PCP)

1) 장치

- (1) 기체크로마토그래프-전자포획검출기(GC-ECD)
- (2) 기체크로마토그래프-질량분석기(GC-MS)

2) 시약 및 시액

- (1) 오염화석탄산(PCP, pentachlorophenol)
- (2) 테트라클로로메톡시페놀(TCG, tetrachloro-o-methoxyphenol)
- (3) 수산화칼륨(KOH)
- (4) 트리에틸아민(triethylamine)
- (5) 아세트산 무수물(acetic acid anhydride)
- (6) n-헥산(n-hexane)
- (7) 메탄올(methanol)
- (8) 아세톤(acetone)
- (9) 무수황산나트륨(sodium sulphate anhydrous)
- (10) 2M 수산화칼륨(KOH) 용액 : 112 g의 수산화칼륨을 증류수 1,000 mL에 용해한다.

3) 표준용액

- (1) 오염화석탄산(PCP) 표준원액

오염화석탄산 10 mg을 정밀히 달아 메탄올을 가하여 10 mL로 정용한 액을 표준원액(1,000 mg/L)으로 한다.

(2) 오염화석탄산 표준용액

오염화석탄산 표준원액(1 mg/mL) 단계별로 10배씩 메탄올로 희석하여 1 mg/L의 농도로 조제한 액을 오염화석탄산 표준용액으로 한다.

(3) 테트라클로로메톡시페놀(TCG) 표준원액

테트라클로로메톡시페놀 0.01 g을 정밀히 달아 n-헥산을 가하여 10 mL로 정용한 액을 표준원액(1,000 mg/L)으로 한다.

(4) 테트라클로로메톡시페놀(TCG) 표준용액

테트라클로로메톡시페놀 표준원액을 n-헥산으로 100배 희석하여 10 mg/L의 농도로 조제한 액을 테트라클로로메톡시페놀 표준용액으로 한다.

(5) 작업 표준용액

- 가) 아래의 표에 따라 오염화석탄산 1 mg/L 표준용액과 10 mg/L 농도의 테트라클로로메톡시페놀 표준용액 250 μ L를 40 mL 유리 바이알에 넣어준 후, 2M 수산화칼륨 용액을 20 mL을 넣어준다.
- 나) 혼합한 후 2 mL 아세트산 무수물을 넣고 30초 동안 볼텍스 믹서로 혼합한다.
- 다) 바이알 뚜껑을 열어 가스를 빼준 후, 액-액 추출을 위해 n-헥산 5 mL를 넣고 진탕기로 30분간 강하게 교반시킨다.

라) 교반이 끝난 후 뚜껑을 열어 약 1분간 n-헥산층의 분리를 기다린다. 분리되지 않는 경우 원심분리기를 이용하여 분리한다.

마) 분리된 n-헥산층을 1 mL 정도 취하여 각각 GC분석용 바이알에 담는다.

[작업 표준용액의 농도]

표준용액	1 mg/L 오염화석탄산 표준용액의 사용량 (μ L)	작업 표준용액의 최종 농도값 (mg/L)	TCG의 최종 농도값 (mg/L)
1	500	0.1	0.5
2	1,000	0.2	0.5
3	2,000	0.4	0.5

* 작업 표준용액의 농도는 시료의 농도에 맞게 다른 농도로 조제될 수 있다.
 ** TCG-아세테이트의 생성은 아세틸 유도체화 반응이 성공적으로 되었음을 알 수 있게 해주며, 시료에 가해지는 TCG의 양과 작업 표준용액에 가해진 TCG의 양은 동일해야 한다.
 *** 작업 표준용액의 TCG-아세테이트 피크 면적은 표준편차가 5% 미만으로 일정해야 한다.

4) 예비시험

(1) 공시험

시료를 포함하지 않은 유리바이알에 20 mL의 2M 수산화칼륨용액을 넣어주고, 5) 시험용액의 조제 중 (2)~(7) 과정에 따른다.

(2) 공스파이크 시험

시료가 들어 있지 않은 유리 바이알에 1 mg/L의 오염화석탄산 표

준용액 50 mL를 넣고 5) 시험용액의 조제에 따른다.

5) 시험용액의 조제

- (1) 시료 1 g을 0.01 g 까지 칭량하여 5 mm × 5 mm의 크기로 작게 잘라 유리바이알에 넣는다. 시료가 담겨 있는 바이알에 20 mL의 2M 수산화칼륨용액을 넣은 후 70 °C의 초음파 추출기에서 한 시간 동안 추출하고 실온으로 냉각한다.
- (2) 추출액을 분액깔때기(또는 뚜껑 있는 유리 바이알)로 옮기고 10 mg/L 테트라클로로메톡시페놀 표준용액을 50 μ L 넣어준 다음 무수 아세트산 1.5 mL와 트리에틸아민 0.5 mL를 넣고 뚜껑은 닫은 후 60초 동안 강하게 흔들어 아세틸 유도체화한다.
- (3) 뚜껑을 열어 가스를 빼준 후 10 mL의 n-헥산을 넣어준다. 뚜껑을 닫은 후 액-액 추출을 위해 진탕기로 30분 동안 강하게 교반한다.
- (4) 교반이 끝난 후 뚜껑을 열어 약 1분 동안 헥산층의 분리를 기다린다. 분리되지 않는다면 원심분리기(3,000 rpm, 5분)를 이용하여 분리한다.
- (5) 분리된 헥산층을 50 mL의 둥근 바닥 플라스크에 담고 상기의 (3)~(4) 과정을 한번 더 실행한다.(필요한 경우 무수황산나트륨을 넣어준다)
- (6) 추출물은 감압증발장치를 이용하여 1 mL 정도까지 농축하고, 남은 n-헥산은 질소 가스로 약하게 건조시킨다. 이 때 과도하게

n-헥산을 건조시키면 분석 대상인 아세틸 유도체화된 오염화석 탄산이 손실될 수 있다.

(7) n-헥산 1 mL을 넣어 잘 녹여 시험용액으로 한다.

6) 시험조작

(1) 가스크로마토그래프 전자포획검출기(ECD) 또는 질량분석기(MS)로 분석한다.

(2) 가스크로마토그래프 전자포획검출기(ECD)

가) 기기 : 가스크로마토그래프 전자포획검출기(ECD)

나) 컬럼 : DB-35, (30 m × 0.25 mm, 0.25 μm) 또는 이와 동등한 것

다) 이동상 가스 및 유량 : 질소, 1.0 mL/분

라) 컬럼온도 : 초기온도 100 °C에서 시험용액을 주입한 후 1분간 유지하고 15 °C/분의 비율로 240 °C까지 상승하여 3분간 유지한다.

마) 시료 주입부 온도 : 260 °C

바) 시료 주입량 : 1.0 mL

(3) 가스크로마토그래프 질량분석기(MS)

가) 기기 : 가스크로마토그래프 질량분석기(MS)

나) 컬럼 : HP-35MS, (30 m × 0.25 mm) 또는 이와 동등한 것

다) 이동상 가스 및 유량 : 헬륨, 1.0 mL/분

라) 컬럼온도 : 초기온도 100 °C에서 시험용액을 주입한 후 1분간

유지하고 15 °C/분의 비율로 240 °C까지 상승하여 3분간 유지한다.

마) 시료 주입부 온도 : 260 °C

바) 검출기 온도 : 300 °C

사) 시료 주입량 : 1.0 µL

아) 주입모드 : Splitless

* 라이너 : Split/Splitless liner (ID: 4 mm, single tap with glass wool)

자) 질량분석기(MS) 조건

- 용매지연 : 1.0분
- MS Quad : 150 °C (최대 200 °C)
- MS Source : 230 °C (최대 250 °C)
- 모드 : SCAN/SIM 모드
- 스캔범위 : 35~320 amu
- 샘플링 레이트 : 2
- 스레시 홀드 : 100

[기체크로마토그래프-질량분석기 분석을 위한 특성이온]

물질	타겟이온(m/z)	참고이온(m/z)
TCG 아세테이트	262	260, 264
PCP 아세테이트	266	264, 268

7) 계산

시료의 오염화석탄산(PCP) 함유량은 아세틸 유도체화 과정을 통해

생성된 시료의 PCP-아세테이트 피크 면적과 여러 농도의 작업 표준용액의 PCP-아세테이트 피크 면적의 외부 검량곡선에 의해 계산되며, 계산식은 다음과 같다.

- * 시료의 TCG-아세테이트 피크 면적은 작업 표준용액의 TCG-아세테이트 피크 평균 면적 대비 최소 70% 이상이어야 하며, 70% 미만일 경우 다시 시험하여야 한다.

$$C_{\text{시료}} = \frac{C_{\text{시료추출액}} \times V}{M} \times D$$

$C_{\text{시료}}$: 시료 중의 PCP 함유량 (mg/kg)

$C_{\text{시료추출액}}$: 시료 추출액 중의 PCP 농도 (mg/L)

V : 최종부피 (mL)

M : 시료의 질량 (g)

D : 회석배수

14. 염소화페놀류 사염화석탄산(TeCP)

1) 장치

- (1) 기체크로마토그래프-전자포획검출기(GC-ECD)
- (2) 기체크로마토그래프-질량분석기(GC-MS)

2) 시약 및 시액

- (1) 사염화석탄산(TeCP, tetrachlorophenol)
- (2) 테트라클로로메톡시페놀(TCG, tetrachloro-o-methoxyphenol)
- (3) 수산화칼륨(KOH)
- (4) 트리에틸아민(triethylamine)
- (5) 아세트산 무수물(acetic acid anhydride)
- (6) n-헥산(n-hexane)
- (7) 메탄올(methanol)
- (8) 아세톤(acetone)
- (9) 무수황산나트륨(sodium sulphate anhydrous)
- (10) 2M 수산화칼륨(KOH) 용액 : 112 g의 수산화칼륨을 증류수 1,000 mL에 용해한다.

3) 표준용액

- (1) 사염화석탄산(TeCP) 표준원액

사염화석탄산 10 mg을 정밀히 달아 메탄올을 가하여 10 mL로 정용한 액을 표준원액(1,000 mg/L)으로 한다.

(2) 사염화석탄산 표준용액

사염화석탄산 표준원액(1 mg/mL) 단계별로 10배씩 메탄올로 희석하여 1 mg/L의 농도로 조제한 액을 사염화석탄산 표준용액으로 한다.

(3) 테트라클로로메톡시페놀(TCG) 표준원액

테트라클로로메톡시페놀 0.01 g을 정밀히 달아 n-헥산을 가하여 10 mL로 정용한 액을 표준원액(1,000 mg/L)으로 한다.

(4) 테트라클로로메톡시페놀(TCG) 표준용액

테트라클로로메톡시페놀 표준원액을 n-헥산으로 100배 희석하여 10 mg/L의 농도로 조제한 액을 테트라클로로메톡시페놀 표준용액으로 한다.

(5) 작업 표준용액

가) 아래의 표에 따라 사염화석탄산 1 mg/L 표준용액과 10 mg/L 농도의 테트라클로로메톡시페놀 표준용액 250 μ L를 40 mL 유리 바이알에 넣어준 후, 2M 수산화칼륨 용액을 20 mL을 넣어준다.

나) 혼합한 후 2 mL 아세트산 무수물을 넣고 30초 동안 볼텍스 믹서로 혼합한다.

다) 바이알 뚜껑을 열어 가스를 빼준 후, 액-액 추출을 위해 n-헥산 5 mL를 넣고 진탕기로 30분간 강하게 교반시킨다.

라) 교반이 끝난 후 뚜껑을 열어 약 1분간 n-헥산층의 분리를 기다

린다. 분리되지 않는 경우 원심분리기를 이용하여 분리한다.

마) 분리된 n-헥산층을 1 mL 정도 취하여 각각 GC분석용 바이알에 담는다.

[작업 표준용액의 농도]

표준 용액	1 mg/L 사염화석탄산 표준용액의 사용량 (μ L)	작업 표준용액의 최종 농도값 (mg/L)	TCG의 최종 농도값 (mg/L)
1	500	0.1	0.5
2	1,000	0.2	0.5
3	2,000	0.4	0.5
* 작업 표준용액의 농도는 시료의 농도에 맞게 다른 농도로 조제될 수 있다. ** TCG-아세테이트의 생성은 아세틸 유도체화 반응이 성공적으로 되었음을 알 수 있게 해주며, 시료에 가해지는 TCG의 양과 작업 표준용액에 가해진 TCG의 양은 동일해야 한다. *** 작업 표준용액의 TCG-아세테이트 피크 면적은 표준편차가 5% 미만으로 일정해야 한다.			

4) 예비시험

(1) 공시험

시료를 포함하지 않은 유리바이알에 20 mL의 2M 수산화칼륨용액을 넣어주고, 5) 시험용액의 조제 중 (2)~(7) 과정에 따른다.

(2) 공스파이크 시험

시료가 들어 있지 않은 유리 바이알에 1 mg/L의 사염화석탄산 표준용액 50 mL를 넣고 5) 시험용액의 조제에 따른다.

5) 시험용액의 조제

- (1) 시료 1 g을 0.01 g 까지 칭량하여 5 mm × 5 mm의 크기로 작게 잘라 유리바이알에 넣는다. 시료가 담겨 있는 바이알에 20 mL의 2M 수산화칼륨용액을 넣은 후 70 °C의 초음파 추출기에서 한 시간 동안 추출하고 실온으로 냉각한다.
- (2) 추출액을 분액깔때기(또는 뚜껑 있는 유리 바이알)로 옮기고 10 mg/L 테트라클로로메톡시페놀 표준용액을 50 μ L 넣어준 다음 무수 아세트산 1.5 mL와 트리에틸아민 0.5 mL를 넣고 뚜껑은 닫은 후 60초 동안 강하게 흔들어 아세틸 유도체화한다.
- (3) 뚜껑을 열어 가스를 빼준 후 10 mL의 n-헥산을 넣어준다. 뚜껑을 닫은 후 액-액 추출을 위해 진탕기로 30분 동안 강하게 교반한다.
- (4) 교반이 끝난 후 뚜껑을 열어 약 1분 동안 헥산층의 분리를 기다린다. 분리되지 않는다면 원심분리기(3,000 rpm, 5분)를 이용하여 분리한다.
- (5) 분리된 헥산층을 50 mL의 둥근 바닥 플라스크에 담고 상기의 (3)~(4) 과정을 한번 더 실행한다.(필요한 경우 무수황산나트륨을 넣어준다)
- (6) 추출물은 감압증발장치를 이용하여 1 mL 정도까지 농축하고, 남은 n-헥산은 질소 가스로 약하게 건조시킨다. 이 때 과도하게 n-헥산을 건조시키면 분석 대상인 아세틸 유도체화 된 사염화 석탄산이 손실될 수 있다.

(7) n-헥산 1 mL을 넣어 잘 녹여 시험용액으로 한다.

6) 시험조작

(1) 가스크로마토그래프 전자포획검출기(ECD) 또는 질량분석기(MS)로 분석한다.

(2) 가스크로마토그래프 전자포획검출기(ECD)

가) 기기 : 가스크로마토그래프 전자포획검출기(ECD)

나) 컬럼 : DB-35, (30 m × 0.25 mm, 0.25 μ m) 또는 이와 동등한 것
다) 이동상 가스 및 유량 : 질소, 1.0 mL/분

라) 컬럼온도 : 초기온도 100 °C에서 시험용액을 주입한 후 1분간 유지하고 15 °C/분의 비율로 240 °C까지 상승하여 3분간 유지한다.

마) 시료 주입부 온도 : 260 °C

바) 시료 주입량 : 1.0 μ L

(3) 가스크로마토그래프 질량분석기(MS)

가) 기기 : 가스크로마토그래프 질량분석기(MS)

나) 컬럼 : HP-35MS, (30 m × 0.25 mm) 또는 이와 동등한 것

다) 이동상 가스 및 유량 : 헬륨, 1.0 mL/분

라) 컬럼온도 : 초기온도 100 °C에서 시험용액을 주입한 후 1분간 유지하고 15 °C/분의 비율로 240 °C까지 상승하여 3분간 유지한다.

마) 시료 주입부 온도 : 260 °C

바) 검출기 온도 : 300 °C

사) 시료 주입량 : 1.0 μ L

아) 주입모드 : Splitless

* 라이너 : Split/Splitless liner (ID: 4 mm, single tap with glass wool)

자) 질량분석기(MS) 조건

- 용매지연 : 1.0분
- MS Quad : 150 °C (최대 200 °C)
- MS Source : 230 °C (최대 250 °C)
- 어케지션 모드 : SCAN/SIM 모드
- 스캔범위 : 35~320 amu
- 샘플링 레이트 : 2
- 스레시 홀드 : 100

[기체크로마토그래프-질량분석기 분석을 위한 특성이온]

물질	타겟이온(m/z)	참고이온(m/z)
TCG 아세테이트	262	260, 264
TeCP 아세테이트	232	230, 234

7) 계산

시료의 사염화석탄산(TeCP) 함유량은 아세틸 유도체화 과정을 통해 생성된 시료의 TeCP-아세테이트 피크 면적과 여러 농도의 작업 표준

용액의 TeCP-아세테이트 피크 면적의 외부 검량곡선에 의해 계산되며, 계산식은 다음과 같다.

* 시료의 TCG-아세테이트 피크 면적은 작업 표준용액의 TCG-아세테이트 피크 평균 면적 대비 최소 70% 이상이어야 하며, 70% 미만일 경우 다시 시험하여야 한다.

$$C_{\text{시료}} = \frac{C_{\text{시료추출액}} \times V}{M} \times D$$

$C_{\text{시료}}$: 시료 중의 PCP 함유량 (mg/kg)

$C_{\text{시료추출액}}$: 시료 추출액 중의 PCP 농도 (mg/L)

V : 최종부피 (mL)

M : 시료의 질량 (g)

D : 회석배수

15. 아조염료

가. 아릴아민 시험법(4-아미노아조벤젠 제외)

시험에 사용하는 섬유는 염료 추출 과정 없이 환원제를 이용해 확인할 수 있는 섬유(셀룰로스(면, 비스코스) 직물, 단백질(모, 견) 직물, 합성(폴리아마이드, 아크릴) 직물, 가죽)와 염료 추출 과정을 통해 확인할 수 있는 섬유(폴리에스터, 폴리아마이드, 아세테이트, 트리아세테이트, 아크릴, 염화비닐섬유)로 구분된다.

1) 장치

- (1) 액체크로마토그래프/다이어드 어레이 검출기(HPLC/DAD)
- (2) 액체크로마토그래프/질량분석기(HPLC/MS)
- (3) 가스크로마토그래프/불꽃이온화검출기(GC/FID)
- (4) 가스크로마토그래프/질량분석기(GC/MS)

2) 기구

- (1) 추출장치



- 코일 콘덴서 NS 29/32
- 비활성 소재로 만들어진 고리로 시험편을 적절히 고정하고, 응축된 용매가 시험편으로 떨어지게 한다.
- 100 mL 둥근바닥 플라스크 NS 29/32
- 가열원

* 비고 : 이와 유사하거나 동등한 장치 사용 가능

(2) 초음파 수조 : 온도조절 가능한 것

(3) 반응용기 : 단단히 잠기는 열 저항성 유리 용기, 20~50 mL

(4) 열원 : 70 ± 2 °C

(5) 유리 또는 폴리프로필렌 컬럼 : 내경 25~30 mm, 길이 130~150 mm 이고, 20 g의 구조토로 충전되며, 배출구 부분이 유리 섬유로 채워진 것

(6) 감압회전증발장치

3) 시약 및 시액

(1) 클로로벤젠(chlorobenzene)

(2) 아세토니트릴(acetonitrile)

(3) 메탄올(methanol)

(4) t-부틸메틸에테르(t-butyl methyl ether)

(5) n-펜탄(n-pentane)

(6) 0.06 mol/L 구연산/수산화나트륨 완충 용액 (pH 6)

(7) 200 mg/mL 히드로아황산나트륨 수용액 (사용시 제조)

(8) 10% 수산화나트륨용액

(9) 규조토 컬럼

4) 표준물질

(1) 아닐린(CAS 번호 : 62-53-3)

(2) 1,4-페닐렌디아민(CAS 번호 : 106-50-3)

(3) 내부표준물질

가) 벤지딘-d8(CAS 번호 : 92890-63-6)

나) 나프탈렌-d8(CAS 번호 : 1146-65-2)

다) 2,4,5-트리클로로아닐린(CAS 번호 : 636-30-6)

라) 안트라센-d10(CAS 번호 : 1719-06-8)

(4) 방향족 아민

순번	CAS 번호	Index 번호	EC 번호	물 질 명
1	92-67-1	612-072-00-6	202-177-1	- biphenyl-4-ylamine - 바이페닐-4-일아민 - 4-aminobiphenyl - 4-아미노바이페닐 - xenylamine - 제닐아민
2	92-87-5	612-042-00-2	202-199-1	- benzidine - 벤지딘
3	95-69-2	612-196-00-0	202-441-6	- 4-chloro-o-toluidine - 4-클로로-오쏘-톨루이딘
4	91-59-8	612-022-00-3	202-080-4	- 2-naphthylamine - 2-나프틸아민
5 ^a	97-56-3	611-006-00-3	202-591-2	- o-aminoazotoluene - 오쏘-아미노아조톨루엔

				- 4-amino-2',3-dimethylazobenzene - 4-아미노-2',3-디메틸아조벤젠 - 4-o-yolyazo-o-toluidine - 4-오쏘-톨라조-오쏘-톨루이딘
6 ^a	99-55-8	612-210-00-5	202-765-8	- 2-amino-4-nitrotoluene - 2-아미노-4-니트로톨루엔 - 5-nitro-o-toluidine - 5-니트로-오쏘-톨루이딘
7	106-47-8	612-137-00-9	203-401-0	- 4-chloroaniline - 4-클로로아닐린
8	615-05-4	612-200-00-0	210-406-1	- 2,4-diaminoanisole - 2,4-다이아미노아니졸 - 4-methoxy-m-phenylenediamine - 4-메톡시-메타-페닐렌디아민
9	101-77-9	612-051-00-1	202-974-4	- 4,4'-diamino-diphenylmethane - 4,4'-디아미노-디페닐메탄 - 4,4'-methylenedianiline - 4,4'-메틸렌디아닐린
10	91-94-1	612-068-00-4	202-109-0	- 3,3'-dichlorobenzidine - 3,3'-디클로로벤지딘 - 3,3'-dichlorobiphenyl-4,4'-ylendiamine - 3,3'-디클로로바이페닐-4,4'-알렌디아민
11	119-90-4	612-036-00-X	204-355-4	- 3,3'-dimethoxybenzidine - 3,3'-디메톡시벤지딘 - o-dianisidine - 오쏘-디아니시딘
12	119-93-7	612-041-00-7	204-358-0	- 3,3'-dimethylbenzidine - 3,3'-디메틸벤지딘 - 4,4'-bi-o-toluidine - 4,4'-바이-오쏘-톨루이딘
13	838-88-0	612-085-00-7	212-658-8	- 4,4'-methylenedi-o-toluidine - 4,4'-메틸렌디-오쏘-톨루이딘
14	120-71-8	612-209-00-X	204-419-1	- p-cresidine - 파라-크레지딘 - 6-methoxy-m-toluidine - 6-메톡시-메타-톨루이딘
15	101-14-4	612-078-00-9	202-918-9	- 4,4'-methylene-bis-(2-chloroaniline) - 4,4'메틸렌-비스-(2-클로로아닐린) - 2,2'-dichloro-4,4'-methylene-dianiline - 2,2'-디클로로-4,4'-메틸렌-디아닐린
16	101-80-4	612-199-00-7	202-977-0	- 4,4'-oxydianiline

				- 4,4'-옥시디아닐린
17	139-65-1	612-198-00-1	205-370-9	- 4,4'-thiodianiline - 4,4'-티오디아닐린
18	95-53-4	612-091-00-X	202-429-0	- o-toluidine - 오쏘-톨루이딘 - 2-aminotoluene - 2-아미노톨루엔
19	95-80-7	612-099-00-3	202-453-1	- 2,4-toluylenediamine - 2,4-톨루일렌디아민 - 2,4-diaminotoluene - 2,4-디아미노톨루엔 - 4-methyl-m-phenylenediamine - 4-메틸-메타-페닐렌디아민
20	137-17-7	612-197-00-6	205-282-0	- 2,4,5-trimethylaniline - 2,4,5-트리메틸아닐린
21	90-04-0	612-035-00-4	201-963-1	- o-anisidine - 오쏘-안시딘 - 2-methocyaniline - 2-메톡시아닐린
22 ^b	60-09-3	611-008-00-4	200-453-6	- 4-aminoazobenzene - 4-아미노아조벤젠
23	95-68-1	-	202-440-0	- 2,4-xylydine - 2,4-자일리딘
24	87-62-7	-	201-758-7	- 2,6-xylydine - 2,6자일리딘
^a CAS 번호 97-56-3(번호 5)과 99-55-8(번호 6)은 CAS 번호 95-53-4(번호 18)와 95-80-7(번호 19)로 환원된다.				
^b 4-아미노아조벤젠을 형성할 수 있는 아조 염료는 이 방법의 조건에서 아닐린과 1,4-페닐렌디아민을 발생시킨다. 검출 한계 때문에 오직 아닐린만 검출될 수 있다. 이러한 염료의 존재는 '다. 4-아미노아조벤젠 시험법'에 따라 시험해야 한다.				

5) 표준용액

(1) 아민표준원액

적합한 용매로 mL 당 아민 표준물질이 100 µg 보다 크거나 이와 동등한 농도를 가지도록 아민표준원액을 조제한다.

* 아세토니트릴은 좋은 안정성을 가지므로 저장 용액으로 적절

한 용매이다.

(2) 매일 사용하기 위한 아민표준용액

적합한 용매로 mL 당 아민 표준물질이 15 μg 의 농도가 되도록 아민표준원액을 희석한다.

(3) 정량을 위한 아민표준용액

적합한 용매를 사용하여 검량선 작성을 위하여 mL 당 2~50 μg 농도의 용액을 조제한 것을 아민표준용액으로 한다.

(4) 내부표준용액(IS)

가) 적합한 용매로 mL 당 내부표준물질이 1.0 mg 이 되도록 조제한다.

나) GC-MS 분석의 경우 다음의 내부 표준 용액 중 하나를 사용해야 한다.

① 벤지딘-d8(benzidine-d8), CAS 번호 : 92890-63-6

② 나프탈렌-d8(naphthalene-d8), CAS 번호 : 1146-65-2

③ 2,4,5-트리클로로아닐린(2,4,5-trichloroaniline), CAS 번호 : 636-30-6

④ 안트라센-d10(anthracene-d10), CAS 번호 : 1719-06-8

* DAD를 이용한 벤지딘 검증 분석 시, 내부 표준용액으로 벤지딘-d8를 사용한다면 중수소화 되지 아니한 벤지딘 피크와 분리할 수 없으므로 적합하지 않다.

6) 시료의 준비

(1) 일반

가) 시험편을 총 1 g이 되도록 잘라서 준비한다. 추출장치를 사용하는 경우 염료 추출을 위해 시험편은 가늘고 긴 조각으로 자른다. 만약 다른 장치에 사용하거나 오직 환원 분해를 위한 시험편이라면 작은 조각으로 자른다.

나) 참고로 시료는 다음 기준을 근거로 선정하여야 한다.

- 섬유 제품의 부위
- 섬유 조성의 특성(섬유조성)
- 프린트된 물질
- 색상
- 가죽 제품

(2) 섬유제품

가) 만약 섬유제품이 실, 천과 같은 반공정 제품이라면 그것으로부터 시험편을 채취한다.

나) 섬유 제품이 의류와 같이 여러 부분으로 구성되어 있다면, 피부에 직접적이고 지속적으로 접촉하는 섬유 제품의 모든 부분으로부터 시험편을 채취한다.

(3) 섬유조성

아래의 표 1.에 대한 적용은 염료의 추출에 기본적으로 기반을 두고 분산 염료의 사용 여부를 확인하기 위하여 섬유 조성의 특성을 확인한다.

[표 1. 섬유특성에 관련된 분산 염료로부터 염료 추출 적용]

직물특성	분산염료 사용	경우	분산 염료 추출이 필요한가
천연섬유	아니오	A	아니오
합성섬유	아니오	B	아니오
	확인불가	C	예
	예	D	예
* 섬유가 염색되지 않았다면 시험하지 않는다.			

천연섬유 또는 합성섬유에 사용되는 염료 물질의 범주는 [참고1]에서 설명한다.

(4) 섬유 혼방의 경우

다른 종류의 섬유가 혼방되었을 경우, 분산 염료의 추출방법을 결정하기 위하여 아래의 표 2.를 참조한다.

[표 2. 섬유혼방에 관련된 분산 염료를 위한 착색제 추출의 적용]

분산 염료의 염료 추출이 필요한가?		혼방의 다른 부분			
		A	B	C	D
혼방의 한 부분	A	아니요	아니요	예	예
	B	아니요	아니요	예	예
	C	예	예	예	예
	D	예	예	예	예
* A, B, C, D의 의미는 표 1 참조					

(5) 프린트물질

만약 물질이 안료로 프린트 된 경우 7) 시험용액의 조제 중 (2) 분산 염료가 아닌 다른 염료로 염색된 섬유 제품에 따라 시험용액을 조제한다.

(6) 색상

가) 일반

모든 색상에 대하여 시험한다. 다만 ‘흰색’은 색상으로 간주하지 않으므로 ‘흰색’ 부위는 시험하지 않는다.

나) 혼합된 색상의 경우

세 가지 색상까지 함께 시험할 수 있으며, 세 가지 색상의 혼합을 위하여 다음의 순서대로 적용한다.

- 섬유 제품의 동등한 부위로부터 세 가지 색상을 선택한다.
- 만약, 섬유 제품의 동등한 부위로부터 세 가지 색상을 채취할 수 없다면, 섬유 제품의 같은 형태로 만들어진 부분에서 세 가지 색상을 선택한다.
- 만약 섬유 제품의 동등한 부위로부터 세 가지 색상을 채취할 수 없고, 섬유 제품의 같은 형태로도 채취할 수 없다면, 같은 절차(시험방법)를 적용하는 섬유 제품으로부터 세 가지 색상을 선택한다.

다) 세 가지 색상의 시험편 준비

각 색상은 대략 같은 질량을 가지되, 그 총 질량이 1 g 되어야 한다.

만약, 혼합 시험의 결과로 특정 아민의 농도가 5~30 mg/kg 범위에 존재한다면, 단일 색상 시험편의 시험 결과가 30 mg/kg을 초과할 수 있기 때문에 개별 시험이 필요하다.

7) 시험용액의 조제

(1) 분산 염료에 대한 염료 추출

가) 클로로벤젠으로 분산 염료 추출

분산 염료로 염색된 시험편을 25 mL의 끓는 클로로벤젠으로 제시된 추출장치를 이용하여 30분 동안 추출한다. 클로로벤젠 추출물은 추출장치로부터 제거하기 전에 실온으로 냉각시킨다.

45~60 °C 온도에서 회전감압증발기를 이용하여 클로로벤젠 추출물을 소량의 잔류물로 농축시킨다. 잔류물에 1 mL 메탄올을 두 번에 나누어 첨가하고, 염료를 분산시키기 위하여 초음파 처리한 후 반응 용기에 담는다.

나) 분산 염료로만 염색된 섬유

추출 장치에서 섬유 시험편을 제거한다. 그리고 분산 염료로만 염색된 섬유이거나 추출 후 완전히 제거되었다면 시험편을 폐기하여도 된다.

다) 분산 염료 및 다른 염료로 염색된 섬유

만약 A 및 B의 경우(표. 2)에 해당되는 섬유를 포함한다면, 추출 장치로부터 추출된 섬유 시험편을 꺼낸다. 그리고 n-펜탄 또는 t-부틸메틸에테르 같은 적절한 용매로 시험편을 세척하고 그 것을 건조시킨다.

만약 필요하다면 환원 분해를 위해서 작은 조각들로 자른다. 상기 가) 클로로벤젠으로 분산 염료 추출에서 분산된 메탄올 용액(총 2 mL)과 건조된 시험편을 반응 용기에 옮긴다.

(2) 분산 염료가 아닌 다른 염료로 염색된 섬유 제품

만약 섬유 시험편이 오직 A 및 B의 경우(표. 2)에만 해당된다면, 반응 용기에 직접 시험편을 넣고 메탄올을 2 mL 첨가한다.

(3) 환원에 의한 분해

70 °C로 예열된 구연산 완충 용액 15 mL를 반응 용기에 넣는다. 반응 용기는 밀폐하고 70 ± 2 °C에서 30 ± 1 분 동안 처리한다.

그 다음, 3 mL의 히드로아황산나트륨 수용액을 아조 그룹의 환원 분해를 위해 반응 용기로 첨가한다. 그런 뒤 강하게 흔들어 섞고, 즉시 70 ± 2 °C에서 30분 동안 처리한다. 그리고 2분 이내에 실온인 $20 \sim 25$ °C로 냉각시킨다.

(4) 아민 분리와 농축

가) 0.2 mL의 수산화나트륨 용액을 반응 용액에 넣고 강하게 흔든다. 규조토 컬럼에 반응 용액을 옮기고 15분 동안 컬럼에 의해 흡수시킨다.

나) 반응 용기 내에 10 mL의 t-부틸메틸에테르를 넣고 강하게 흔들어 준다. 그리고 15분 후 이 t-부틸메틸에테르는 컬럼의 상단에 시험편과 함께 부어 주고, 증발 장치 사용을 위해 100 mL 둥근 바닥 플라스크나 유리 용기에 용출액을 모은다.

다) 추가로 반응 용기를 10 mL의 t-부틸메틸에테르로 행구어 주고, 그 용매는 컬럼으로 옮겨 넣는다. 그 다음 60 mL의 t-부틸메틸에테르를 직접 컬럼 안에 부어준다.

라) 아민의 검출과 정량을 위해 t-부틸메틸에테르 추출물은 50 °C

미만에서 약 1 mL(건조 주의)로 농축한다. 만약 다른 용매로의 전환이 필요하다면, 약한 유량의 비활성 기체로 매우 조심히 용매의 잔류물을 제거한다.

* 만약 제시된 조건에 맞지 않게 용매를 제거(회전 감압 증발기에서의 농축, 건조에 의한 증발)할 경우, 아민의 상당한 손실을 일으킬 수 있다. 단, 질소 농축기 등과 같이 아민 손실이 일어나지 않는 장치를 사용한 농축은 가능하다.

마) 추출물이나 잔류물은 즉시 아세토니트릴 또는 t-부틸메틸에테르와 같은 적합한 용매를 첨가하여 2 mL가 되게 하고 지체 없이 분석한다. 24시간 내에 분석을 완료할 수 없다면 시료는 -18 °C 미만의 온도로 보관되어야 한다.

* 매질로 인해 2,4-디아미노톨루엔과 2,4-디아미노아니졸과 같은 아민은 매우 낮은 안정성을 나타내는 경향이 있다. 작업 중 지연이 발생하는 경우 아민은 기기 분석 시 검출되지 않을 수도 있다.

바) ‘(4) 중 가) ~ 다)’ 과정을 대신하여 다음의 규모토 없이 액체-액체 추출을 사용할 수 있다. 다만, 본 절차에 의한 시험결과에서 ‘4) 중 (4) 방향족 아민’ 중에서 일부 성분이 5 mg/kg 이상 100 mg/kg 이하의 농도범위 안에서 검출된 경우 ‘(4) 중 가) ~ 다)’의 규모토 컬럼 액체-액체 추출로 재분석해야 한다.

① ‘5) 중 (1) 아민표준원액’으로부터 적합한 용매로 mL 당 각 아

민의 농도가 6 μg 이 되도록 희석한다. 이 액으로부터 mL 당 각 아민의 농도가 0.8 μg 에서 20 μg 의 정량 농도가 되도록 적당한 용매로 희석하여 조제한다.

* 필요시 아민 표준용액의 농도 범위를 조절할 수 있다.

② t-부틸메틸에테르로 mL 당 15 μg 의 농도가 되도록 희석한 것을 내부표준용액으로 사용한다. GC-MS 분석의 경우 ‘5), (4 중 나)’의 내부표준용액 중 하나를 사용하여야 한다.

③ 0.5 mL의 수산화나트륨 수용액 40%, 7 g의 염화나트륨, 5 mL의 내부표준용액을 반응용액에 넣고, 수평 진탕기에서 15 ± 1 분 동안 진탕한다.

④ 진탕 후 분리가 완벽하게 이루어지기 위해서 혼합물을 원심 분리할 것을 추천한다.

⑤ 가능하면 아민 분석 시에 농축하지 않은 상층액을 취하여 사용한다.

⑥ ‘(4) 중 (라)’부터의 과정을 따라 한다.

⑦ ‘(4) 중 바)’절차를 위한 추가 시약 및 시험장치 : 수산화나트륨 수용액 질량분율 40%, 염화나트륨, 수평 진탕기(초당 5회 진동, 진동 폭 2 cm에서 5 cm 가능하거나 이와 동등한 것), 원심분리기(3,000r/분 이상)

(5) 아민 검출과 정량

제시된 크로마토그래프를 이용하여 아민을 검출하며 정량을 확인

하기 위하여 세 점의 검량곡선을 작성해야 한다.

* 만약 확인된 아민들이 이성질체를 가진다면 정확한 확인을 위해 주의해야 한다.

(6) 검증절차

가) 일반

과정을 검증하기 위하여 예열된 구연산/수산화나트륨 완충 용액 15 mL가 들어 있는 반응 용기에 아민 저장 용액(또는 반응 용기에 각 아민 10 μg 이 포함하는 용량에 해당) 100 μg 과 메탄올 2.0 mL를 첨가한다. 이 검증 절차는 개별 시료 배치마다 수행한다. 그 다음 상기 (4) 아민 분리와 농축 및 (5) 아민 검출과 정량 과정을 진행하며, 매일 작성된 검량곡선을 기반으로 검증 표준을 정량한다.

나) 내부 표준물질을 이용한 검량(가스 크로마토그래프에 의한 정량)

$$P_S = P_C \times \frac{A_S \times A_{ISC}}{A_C \times A_{ISS}} \times \frac{V_S}{V}$$

P_S : 시험편 추출 용액에 포함된 아민의 농도 ($\mu\text{g/mL}$)

A_S : 시험 용액에 포함된 아민의 피크면적

A_C : 표준 용액에 포함된 아민의 피크면적

A_{ISS} : 시험편 추출 용액에 추가된 내부 표준물질의 피크면적

A_{ISC} : 표준 용액에 추가된 내부 표준물질의 피크면적

V : 시험편 추출용액의 최종부피 (mL)

V_S : 검증과정에 적용되는 아민 용액의 부피 (mL)

P_C : 표준 용액에서 아민의 농도 ($\mu\text{g/mL}$)

다) 외부 표준물질을 이용한 검량

$$P_S = P_C \times \frac{A_S}{A_C} \times \frac{V_S}{V}$$

P_S : 시험편 추출 용액에 포함된 아민의 농도 ($\mu\text{g/mL}$)

A_S : 시험 용액에 포함된 아민의 피크면적

A_C : 표준 용액에 포함된 아민의 피크면적

V : 시험편 추출용액의 최종부피 (mL)

V_S : 검증과정에 적용되는 아민 용액의 부피 (mL)

P_C : 표준 용액에서 아민의 농도 ($\mu\text{g/mL}$)

8) 시험조작

(1) 고성능액체 크로마토그래프/다이오드 어레이 검출기(DAD)

가) 분석컬럼 : Zorbax Eclipse XDB C18(3.5 μm), 150 $\times$ 4.6 mm

나) 컬럼온도 : 32 $^{\circ}\text{C}$

다) 검출파장 : 다이오드 어레이 검출기(DAD) 240 nm, 280 nm,
305 nm, 380 nm

라) 주 입 량 : 5 μL

마) 이 동 상 : 메탄올(A), 인산이수소칼륨 0.68 g을 증류수 1,000 mL에 녹인 다음 메탄올 150 mL을 첨가한다.(B)

시간	유속(mL/min)	A(%)	B(%)
0.00	0.6	10.0	90.0
22.50	0.6	55.0	45.0
27.50	0.6	100.0	0.0
28.50	0.95	100.0	0.0
28.51	2.0	100.0	0.0
29.00	2.0	100.0	0.0
29.01	2.0	10.0	90.0
31.00	0.6	10.0	90.0
35.00	0.6	10.0	90.0

(2) 고성능액체 크로마토그래프/질량분석기(HPLC/MS)

가) 분석컬럼 : Zorbax Eclipse XDB C18(3.5 μ m), 2.1 $\times$ 50 mm

나) 컬럼온도 : 40 $^{\circ}$ C

다) 검출기 : 사중극자 및 이온 포획 질량 검출기, 스캔모드 및 daughter 이온 질량 검출

라) 이온화 : API 전자 분무 방식 양이온, 조각 이온화 전압 120 V

마) 주입량 : 2.0 μ L

바) 유량 : 300 μ L/분

사) 이동상 : 아세토니트릴(ACN)(A), 1,000 mL 증류수에 5 mmol 암모늄아세테이트, pH 3.0(B)

시간	유속(mL/min)	A(%)	B(%)
0.00	0.3	10.0	90.0
1.50	0.3	20.0	80.0
6.00	0.3	90.0	10.0

(3) 가스크로마토그래프/질량분석기(GC/MS)

가) 분석컬럼 : DB-35MS(J&W), 35 m × 0.25 mm, 두께 0.25 μ m

나) 주입방식 : split/splitless

다) 주입구 온도 : 260 $^{\circ}$ C

라) 운반기체 : 헬륨

마) 컬럼온도 : 100 $^{\circ}$ C(2분), 100 $^{\circ}$ C $\rightarrow$ 310 $^{\circ}$ C(15 $^{\circ}$ C/분) $\rightarrow$ 310 $^{\circ}$ C
(2분)

바) 주 입 량 : 1.0 μ L, 분할(1 : 15)

사) 검 출 기 : 질량분석기

9) 계산

(1) 일반

특정 아민이 매일 작성된 검량곡선을 통해 5 mg/kg 이상 검출 및 정량된다면, 정량은 다중 포인트 검량 그래프를 작성해야 하며, 검량곡선으로부터 아민 농도(μ g/mL)를 결정한다.

(2) 시험편의 아민 함량 계산

다음 식에 따라 시험편 내 아민 함량(W)을 mg/kg의 질량분율로 계산한다.

$$W = \frac{P_S \times V}{m_E}$$

P_S : 시험편 추출용액에 포함된 아민의 농도 ($\mu\text{g/mL}$)

V : 추출물 최종부피

m_E : 시험편 질량 (g)

* 30 mg/kg 이하의 아민 농도 해석은 잘못된 검출 결과를 야기시킬 수 있어 주의를 기울여야 한다.

나. 4-아미노아조벤젠 시험법

4-아미노아조벤젠을 형성할 수 있는 아조 염료는 ‘가. 아릴아민 시험법(4-아미노아조벤젠 제외)’ 조건하에서 아민류인 아닐린과 1,4-페닐렌디아민을 생성한다. 이러한 4-아미노아조벤젠 염료의 존재는 추가적인 정보나 특별한 절차 없이는 시험하기가 어려우므로 본 시험법은 ‘가. 아릴아민 시험법(4-아미노아조벤젠 제외)’을 보완하고 특정 아조 염료를 사용할 때 생성되는 4-아미노아조벤젠을 확인하기 위한 시험법이다.

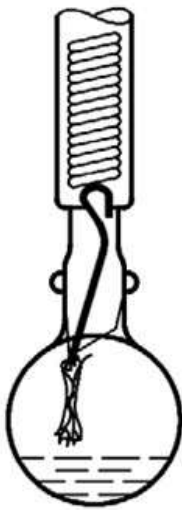
따라서, ‘가. 아릴아민 시험법(4-아미노아조벤젠 제외)’에서 아닐린 또는 1,4-페닐렌디아민 검출 시 동 시험법에 따라 4-아미노아조벤젠 확인여부를 시험한다.

1) 장치

- (1) 액체크로마토그래프/다이어드 어레이 검출기(HPLC/DAD)
- (2) 액체크로마토그래프/질량분석기(HPLC/MS)
- (3) 가스크로마토그래프/질량분석기(GC/MS)

2) 기구

(1) 추출장치



- 코일 콘덴서 NS 29/32
- 비활성 소재로 만들어진 고리로 시험편을 적절히 고정하고, 응축된 용매가 시험편으로 떨어지게 한다.
- 100 mL 둥근바닥 플라스크 NS 29/32
- 가열원

* 비고 : 이와 유사하거나 동등한 장치 사용 가능

(2) 반응용기 : 단단히 잠기는 열 저항성 유리 용기, 20~50 mL

(3) 열원 : 40 ± 2 °C

(4) 원심분리기

(5) 감압회전증발장치

3) 시약 및 시액

- (1) 200 mg/mL 히드로아황산나트륨 수용액 (사용시 제조)

- (2) 2% 수산화나트륨용액
- (3) n-펜탄(n-pentane)
- (4) 메탄올(methanol)
- (5) 클로로벤젠(chlorobenzene)
- (6) t-부틸메틸에테르(t-butyl methyl ether)
- (7) 염화나트륨

4) 표준물질

- (1) 4-아미노아조벤젠
- (2) GC 분석을 위한 내부표준물질
 - ① 벤지딘-d8(benzidine-d8), CAS 번호 : 92890-63-6
 - ② 나프탈렌-d8(naphthalene-d8), CAS 번호 : 1146-65-2
 - ③ 2,4,5-트리클로로아닐린(2,4,5-trichloroaniline), CAS 번호 : 636-30-6
 - ④ 안트라센-d10(anthracene-d10), CAS 번호 : 1719-06-8

5) 표준용액

- (1) 내부표준물질 일정량을 t-부틸메틸에테르에 녹여 10.0 $\mu\text{g/mL}$ 의 농도로 제조한 것을 내부표준용액으로 한다.
- (2) 4-아미노아조벤젠 일정량을 메탄올에 녹여 500 $\mu\text{g/mL}$ 의 농도로 조제한 것을 표준용액으로 한다.

6) 시료의 준비

- (1) 다양한 색상을 가진 원단의 경우, 가능한 색상별로 분리해서 시험해야 한다. 다양한 직물 특성으로 구성된 제품, 다양한 특성의 시편(섬유와 색상에 관해)은 분리해서 분석해야 한다.
- (2) 시험시편을 잘라 총 질량 1 g이 되도록 준비한다. 염료 추출 방법으로 진행하는 시료는 길게 자르고 만약 다른 시험기구를 사용하거나 시료가 염료 추출 없이 환원 분해한다면 작은 조각으로 자른다.

7) 시험용액의 조제

- (1) 분산 염료에 대한 염료 추출

가) 클로로벤젠으로 분산 염료 추출

분산염료로 염색된 시험편을 25 mL의 클로로벤젠으로 제시된 추출장치를 이용하여 30분간 추출한다. 클로로벤젠 추출물은 추출장치로부터 제거하기 전에 실온으로 냉각시킨다.

45~60 °C 온도에서 회전감압증발기를 이용하여 클로로벤젠 추출물을 소량의 잔류물로 농축시킨다. 잔류물에 7 mL 메탄올을 가하고, 염료를 분산시키기 위하여 초음파 처리한 후 반응 용기에 담는다.

* 이 단계는 여러 번 거치는 것이 좋다. 예를 들어 메탄올을 4 mL을 첨가하고 초음파수조를 사용하여 유리 플라스크로

부터 잔류물을 용해하고 난 다음 피펫을 사용하여 반응용기 내에 정량적으로 현탁액을 옮기고 그 다음에 메탄올을 1 mL씩 3회 나누어 녹여내어 정량적으로 용액을 옮긴다.

* 4-아미노아조벤젠을 생성시키는 분산 염료의 직접적인 확인을 위해 메탄올 추출용액으로 HPLC/DAD/MS를 이용하여 바로 분석할 수 있다.

나) 분산 염료로만 염색된 섬유

추출 장치에서 섬유 시험편을 제거한다. 그리고 분산 염료로 염색된 섬유로 구성되어 있거나 추출 후 탈색이 되었다면 그것을 폐기한다. 추출장치에서 섬유편을 제거한다. 그리고 분산염료로만 염색된 섬유이거나 추출 후 완전히 색이 제거되었다면 시료를 폐기해도 된다.

다) 분산염료 및 다른 염료로 염색된 섬유

추출장치로부터 추출된 섬유 시험편을 꺼낸다. 그리고 n-펜탄 또는 t-부틸메틸에테르 같은 적절한 용매로 시험편을 세척하고 그것을 건조시킨다.

만약 필요하다면 분산염료와 함께 환원 반응을 위하여 녹여낸 메탄올 용액이 들어 있는 반응용기에 건조된 시험편을 잘라 넣는다.

(2) 분산염료가 아닌 다른 염료로 염색된 섬유

반응용기에 직접 시험시편을 넣고 메탄올 7 mL를 첨가한다.

(3) 환원 분해

9 mL의 수산화나트륨 용액을 메탄올 혼합 용액 또는 시료((1) 중가) 및 다), (2))에 첨가하고, 반응용기를 밀폐하여 강하게 흔든다.

그 다음 1 mL의 히드로아황산나트륨 수용액을 환원 분해를 위해 첨가한다. 혼합액을 강하게 흔들어 섞고 정확하게 40 ± 2 °C에 30분 동안 처리한다. 그리고 1분 이내에 실온인 20~25 °C로 냉각시킨다.

(4) 4-아미노아조벤젠의 분리와 농축

5 mL t-부틸메틸에테르 또는 5 mL 내부표준용액을 반응용액에 첨가한다. 그 후 7 g의 염화나트륨을 첨가하고 혼합액을 45분 동안 수평방향으로 일정하게 $\pm 5s^{-1}$ 의 빈도로 진탕한다.

* 냉각과 진탕 사이의 지연 시간은 5분을 초과해서는 안된다.

진탕 후의 완전한 상 분리를 위해 혼합물을 원심분리 하는 것을 추천한다.

이후 분석을 위해 t-부틸메틸에테르층의 일부를 적합한 바이알에 옮기고 즉시 밀폐한다. 4-아미노아조벤젠의 검출 및 정량은 크로마토그래피법을 사용하여 수행한다.

* 다음 분석을 위해서는 용매를 변경하거나 (3) 환원 분해로부터 추출물을 농축하고 이를 적절한 다른 용매(메탄올 등)로 전환시킬 필요가 있다. 만약 제시된 조건에 맞지 않게 용매를 제거할 경우 상당한 4-아미노아조벤젠의 손실을 일으킬 수 있다.

t-부틸메틸에테르 추출액을 감압증발농축기에서 약한 진공으로 50

℃ 미만에서 약 1 mL(건조주의)까지 농축한다. 그 다음 진공 없이 약한 유량의 비활성 기체로 매우 조심히 잔류 용매를 제거한다. 분석절차의 과정에 매질효과로 인해 분석물의 심각한 손실이 발생할 수 있다면 가능한 한 용매를 바꾸는 것은 피한다.

24시간 이내에 분석을 완료할 수 없다면 -18 ℃ 미만의 온도로 보관되어야 한다.

* 매질로 인해 4-아미노아조벤젠은 매우 낮은 안정성을 나타내므로 작업 중 지연이 발생할 경우 분석에 큰 손실을 가져올 수 있다.

(5) 검정용액

가) 염료를 추출하지 않은 시료의 검정용액

5 mL t-메틸부틸에테르 또는 5 mL 내부표준용액에 4-아미노아조벤젠 검정용액 100 μ L를 첨가한다. 이 절차에 따르면 상 분리를 통해 4-아미노아조벤젠의 회수율은 95~100% 이기 때문에 이 혼합액은 검정을 위해 사용한다.

나) 추출된 시료의 검정용액

100 μ L 4-아미노아조벤젠 검정용액을 6.9 mL 메탄올, 9 mL 수산화나트륨용액, 1 mL 증류수, 염화나트륨, 5 mL t-부틸메틸에테르 또는 5 mL 내부표준용액에 첨가한다. 이 혼합액을 일정하게 수평방향 $\neq 5s^{-1}$ 의 빈도로 45분 동안 진탕한다. 다음 분석을 위해 t-부틸메틸에테르 상에서 분석용 바이알에 분취하고 즉시 밀폐한다.

(6) 분석체계의 점검

가) 염료를 추출하지 않은 시료 준비

절차를 확인하기 위해 4-아미노아조벤젠 검정용액 100 μL 로 (3) 환원 분해에 따라 처리한다. 4-아미노아조벤젠의 회수율은 최소 60% 이상이어야 한다.

나) 염료를 추출하는 시료 준비

절차를 확인하기 위해 4-아미노아조벤젠 검정용액 100 μL 를 메탄올 6.9 mL에 첨가한다. 이 혼합액은 (3) 환원 분해에 따라 처리한다. 4-아미노아조벤젠의 회수율은 최소 60% 이상이어야 한다.

8) 시험조작

(1) 고성능액체 크로마토그래프/다이오드 어레이 검출기(HPLC/DAD)

가) 분석컬럼 : Zorbax Eclipse XDB C18(3.5 μm), 150 $\times$ 4.6 mm

나) 컬럼온도 : 32 $^{\circ}\text{C}$

다) 검출과장 : 다이오드 어레이 검출기(DAD) 240 nm, 280 nm

라) 주 입 량 : 5 μL

마) 이 동 상 : 메탄올(A), 인산이수소칼륨 0.68 g을 증류수 1,000 mL에 녹인 다음 메탄올 150 mL을 첨가한다.(B)

시간	유속(mL/min)	A(%)	B(%)
0.00	0.6	10.0	90.0
22.50	0.6	55.0	45.0
27.50	0.6	100.0	0.0
28.50	0.95	100.0	0.0
28.51	2.0	100.0	0.0
29.00	2.0	100.0	0.0
29.01	2.0	10.0	90.0
31.00	0.6	10.0	90.0
35.00	0.6	10.0	90.0

(2) 고성능액체 크로마토그래프/질량분석기(HPLC/MS)

가) 분석컬럼 : Zorbax Eclipse XDB C18(3.5 μ m), 2.1 $\times$ 50 mm

나) 컬럼온도 : 40 $^{\circ}$ C

다) 검출기 : 사중극자 및 이온 포획 질량 검출기, 스캔모드 및 daughter 이온 질량 검출

라) 이온화 : API 전자 분무 방식 양이온, 조각 이온화 전압 120 V

마) 분사기체 : 질소

바) 주입량 : 2.0 μ L

사) 유량 : 300 μ L/분

아) 이동상 : 아세토니트릴(ACN)(A), 1,000 mL 증류수에 5 mmol 암모늄아세테이트, pH 3.0(B)

시간	유속(mL/min)	A(%)	B(%)
0.00	0.3	10.0	90.0
1.50	0.3	20.0	80.0
6.00	0.3	90.0	10.0

(3) 가스크로마토그래프/질량분석기(GC/MS)

가) 분석컬럼 : DB-35MS(J&W), 35 m × 0.25 mm, 두께 0.25 μm

또는 이와 동등한 것

나) 주입방식 : split/splitless

다) 주입구 온도 : 260 °C

라) 운반기체 : 헬륨

마) 컬럼온도 : 100 °C(2분), 100 °C → 310 °C(15 °C/분) → 310 °C
(2분)

바) 주 입 량 : 1.0 μL, 분할(1 : 15)

사) 검 출 기 : 질량분석기

9) 계산

(1) 내부표준물질을 이용한 계산

$$W = P_C \times \frac{A_S \times A_{ISC} \times V}{A_C \times A_{ISS} \times m_E}$$

W : 시험편 중 4-아미노아조벤젠의 질량분율 (mg/kg)

P_C : 검정용액 중 4-아미노아조벤젠의 농도 (μg/mL)

A_S : 시험용액 중 4-아미노아조벤젠의 피크면적

A_C : 검정용액 중 4-아미노아조벤젠의 피크면적

A_{ISS} : 시험편용액 중 내부표준용액의 피크면적

A_{ISC} : 검정용액 중 내부표준용액의 피크면적

V : 시험용액의 부피 (mL)

m_E : 시험편의 무게 (g)

(2) 외부표준물질을 이용한 계산

$$W = P_C \times \frac{A_S \times V}{A_C \times m_E}$$

W : 시험편 중 4-아미노아조벤젠의 질량분율 (mg/kg)

P_C : 검정용액 중 4-아미노아조벤젠의 농도 (μg/mL)

A_S : 시험용액 중 4-아미노아조벤젠의 피크면적

A_C : 검정용액 중 4-아미노아조벤젠의 피크면적

V : 시험용액의 부피 (mL)

m_E : 시험편의 무게 (g)

* 4-아미노아조벤젠의 함량이 30 mg/kg 이하인 경우 불검출로 판단한다.

[참고 1] 다양한 섬유 제품에 사용된 염료의 종류

1) 일반

착색제종류		염료 물질										안료
		기본	산	크롬	금속 착염	직접	분산	아조	황 ^a	견염 ^a	반응	
천연 섬유												
동물성 섬유	모		xx	xx	xx	(x)					x	x
	견	(x)	xx	x	x	(x)			(x)	(x)	x	x
	면											
	마											
	아마											
	자바섬					xx		xx	xx	xx	xx	x
	사이잘마											
	모시											
	황마											
인조 섬유												
폴리에스터							xx					x
폴리아마이드			xx	x	xx	(x)	x		x	x	x	x
트리아세이트							xx					x
디아세이트						xx	x	(x)	(x)	(x)	xx	x
아크릴		xx					(x)					x
비스코스 (레이온)						xx		xx	x	xx	xx	x
염화비닐섬유							x					x
^a 아조 염료가 쓰이지 않음. x 해당 염료 물질이 쓰임. (x) 해당 염료 물질이 특별한 경우에 쓰임. xx 해당 염료 물질이 보통 쓰임.												

분산 염료만 염료 추출 시험에 관련되어 있다. 만약 분산 염료가 존재한다면 시료는 끓는 클로로벤젠으로 20분 동안 섬유 안의 염료를 추출하여 확인할 수 있다. 만일 용매가 색을 나타낸다면 분산 염료가 사용된 것이다.

2) 프린트 재질에 대한 기준

(1) 안료 프린트의 기준

- 프린트는 섬유에 남아 있는 고착제에 의해 고정된다.
- 작은 입자들은 섬유에 결합되어 있다.
- 섬유의 촉감은 프린트되지 않은 부분보다 더 뽀뽀하다.
- 혼방 섬유에 가장 저렴하게 프린트할 수 있는 것은 안료이다.
- 내마모성은 염료로 프린트된 것보다 성능이 떨어진다.
- 안료 프린트를 사용해야만 기질보다 더 하얗거나 밝은 색상을 나타낼 수 있다.

(2) 염료로 염색된 프린트의 기준

- 염료는 고착제에 의해 고정되지 않는다.
- 염료는 섬유를 투과한다.
- 유연한 섬유 제품을 당겼을 때, 일반적으로 하얗거나 밝은 줄무늬가 보이지 않는다.
- 혼방 섬유를 프린트하는 것은 어렵다. 왜냐하면 섬유마다 색심도가 다르기 때문이다.
- 내마모성은 안료로 프린트한 것보다 뛰어나다.

16. 프탈레이트계 가소제

1) 장치

- (1) 기체크로마토그래프/질량분석기(GC/MS)

2) 기구

- (1) 초음파추출기
- (2) 냉동분쇄기
- (3) PTFE 실린지 필터 0.45 μm 또는 이와 동등한 성능의 필터 0.45 μm

3) 시약 및 시액

- (1) n-헥산(n-hexane)
- (2) 테트라하이드로퓨란(tetrahydrofuran)
- (3) 아세톤(acetone)

4) 표준물질

- (1) 디에틸헥실프탈레이트(di-(2-ethylhexyl) phthalate, DEHP)
- (2) 디부틸프탈레이트(dibutyl phthalate, DBP)
- (3) 벤질부틸프탈레이트(benzyl butyl phthalate, BBP)
- (4) 디이소노닐프탈레이트(diisononyl phthalate, DINP)
- (5) 디이소데실프탈레이트(diisodecyl phthalate, DIDP)

- (6) 디엔옥틸프탈레이트(di-n-octyl phthalate, DnOP)
- (7) 디이소부틸프탈레이트(diisobutyl phthalate, DIBP)
- (8) 내부표준물질 : 안트라센-d10(anthracene-d10)

5) 표준용액의 조제

- (1) 프탈레이트 표준원액(1,000 mg/L)

각 표준물질(디에틸헥실프탈레이트(DEHP), 디부틸프탈레이트(DBP), 벤질부틸프탈레이트(BBP), 디이소노닐프탈레이트(DINP), 디이소데실프탈레이트(DIDP), 디엔옥틸프탈레이트(DnOP), 디이소부틸프탈레이트(DIBP)) 약 100 mg을 각각 정밀하게 측정하여 n-헥산을 넣어 녹여 정확하게 100 mL로 한 액을 표준원액으로 한다.

- (2) 프탈레이트 표준용액

표준원액을 n-헥산으로 희석하여 10 ~ 200 mg/L 농도의 표준용액을 조제한다. 농도별로 5개의 표준용액을 준비한다.

- (3) 내부표준원액(1,000 mg/L)

내부표준물질(안트라센-d10) 약 100 mg을 정밀하게 측정하여 n-헥산을 넣어 녹여 정확하게 100 mL로 한다.

- (4) 내부표준액(10 mg/L)

내부표준원액을 n-헥산으로 희석하여 10 mg/L 농도의 내부표준액을 조제한다.

- (5) 검량선용 표준용액

농도별로 조제된 5개의 표준용액 1 mL를 정확하게 취하여 10 mL 부피 플라스크에 각각 넣은 후 내부표준액 1 mL를 정확하게 취하여 넣고 n-헥산을 넣어 10 mL로 하여 각각의 표준물질이 1 ~ 20 mg/L 농도가 되도록 검량선용 표준용액을 조제한다.

6) 시료의 준비

시료를 절단기 또는 가위를 사용해 5 mm × 5 mm의 크기로 미리 절단 하여 냉동분쇄기에 넣어 입자 크기 500 μm 이하로 분쇄하여 준비한다. 냉동분쇄기를 적용할 수 없는 시료는 1 mm 이하로 절단한다.

* 사용 전 모든 유리제품(마개 포함)은 세척제를 이용하여 깨끗이 세척한 후 물로 2회 이상 행군다. 이를 다시 아세톤으로 행구고 n-헥산으로 2회 이상 행군 후 105 $^{\circ}\text{C}$ 에서 충분히 건조한다.

7) 시험용액의 조제

시료 약 0.3 g을 정밀하게 달아 테트라하이드로퓨란 10 mL를 넣고 120 분간 초음파 추출한다. 여기에 내부표준액 3 mL 와 n-헥산 17 mL를 넣고 세계 흔들어 섞은 다음 고분자 물질이 가라앉을 때까지 최소 5분간 방치하고 PTFE 실린지 필터 0.45 μm 를 사용하여 액을 여과한다. 여과한 액을 시험용액으로 한다.

8) 바탕시험용액 조제

시료를 포함하지 않고 7) 시험용액의 조제에 따라 조제한다.

9) 시험조작

- (1) 기기 : 기체크로마토그래프 질량분석기(GC/MS)
- (2) 컬럼 : DB-5MS(30 m × 0.25 mm, 0.25 μm) 또는 이와 동등한 것
- (3) 운반기체 : 헬륨
- (4) 컬럼온도 : 110℃에서 시험용액을 주입하고 0.5분간 유지한 후 20℃/분의 속도로 280℃로 상승시키고 1분간 유지한다. 20℃/분의 속도로 320℃까지 상승시킨 후 5분간 유지한다.
- (5) 주입구 온도 : 300 ℃
- (6) 검출기 온도 : 320 ℃
- (7) 시료주입량 : 1 μL (Splitless 모드)
- (8) 이온화부 : 전자이온화법(EI)
- (9) 분석부 : 사중극자형(Quadrupole)
- (10) 검출범위 : 50~500 m/z

[기체크로마토그래프-질량분석을 위한 특성이온]

물질	타겟이온(m/z)	참고이온(m/z)
디에틸헥실프탈레이트(DEHP)	279	149, 167
디부틸프탈레이트(DBP)	223	149, 205
벤질부틸프탈레이트(BBP)	206	91, 149
디이소노닐프탈레이트(DINP)	293	149, 307
디이소데실프탈레이트(DIDP)	307	149, 293

디엔옥틸프탈레이트(DnOP)	279	149, 167
디이소부틸프탈레이트(DIBP)	223	149, 205
안트라센-d10(내부표준물질)	188	94, 160

10) 계산

검량선용 표준용액 중 각 프탈레이트계 가소제의 농도를 x축으로 하고, 각 검량선용 표준용액에서 얻은 내부표준물질 피크면적(A_{IS})에 대한 프탈레이트계 가소제의 피크면적(A_S)의 비(A_S/A_{IS})를 y축으로 하여 검량선을 작성한다.

검량선에서 얻어진 각 프탈레이트계 가소제의 농도를 사용하여 다음 식에 따라 프탈레이트계 가소제 함유량 (%)을 계산한다.

계산으로 얻어진 각각의 프탈레이트계 가소제의 함유량을 합하여 프탈레이트계 가소제 총 합(%)을 구한다.

$$C = \frac{(A_1 - A_2)}{m} \times V \times 1/10,000$$

C : 시료 중 각각의 가소제 함유량 (%)

A_1 : 검량선에서 얻어진 시험용액 중의 가소제 농도 (mg/L)

A_2 : 검량선에서 얻어진 바탕시험용액 중의 가소제 농도 (mg/L)

V : 시험용액의 총부피 (mL)

m : 시료의 무게 (g)

17. 납

1) 장치

- (1) 원자흡광광도기(AAS)
- (2) 유도결합플라즈마 분광분석기(ICP-OES)
- (3) 유도결합플라즈마 질량분석기(ICP-MS)

2) 기구

- (1) 마이크로파 분해 시스템 시료용기와 고압 TFM(tetrafluoromethaxil)이나 PFA(perfluoro-alkoxyfluorocarbon) 또는 다른 불화탄소물질로 이루어진 용기를 사용

3) 시약 및 시액

- (1) 황산
- (2) 질산
- (3) 염산
- (4) 과산화수소
- (5) 플루오르화 수소산
- (6) 붕산

4) 표준용액

(1) 납 표준용액 1,000 mg/L

(2) 내부표준용액

분석대상원소와 방해되지 않는 내부표준물질을 사용하고, 적은 양의 내부표준원소를 사용한다. 내부표준원소로는 Sc, In, Tb, Lu, Re, Rh, Bi, Y등이 대표적으로 사용된다. ICP-OES의 경우에는 Sc, Y가 추천되고, 농도는 반드시 1,000 mg/kg 이하이어야 한다.

(3) 검량선용 표준용액

납 표준용액을 0~100 µg을 단계적으로 취해 100 mL 부피 플라스크에 옮겨 넣는다. 내부표준물 첨가방법으로 측정 할 경우에는 시료용액의 산농도와 내부표준물 검량선 용액의 산 농도를 동일한 조건으로 만들어 준다.

5) 시료의 준비

시료 분해방법 선택에 따라 적당한 시료량의 범위는 가장 많은 양으로 시작하는 것이 좋다. 시료채취에 있어 산분해법은 절단, 분쇄된 시료 400 mg을 0.1 mg까지 정확하게 달아 취하고, 건식 회화법 또는 밀폐된 용기에 의한 산분해법은 시료를 분쇄하거나, 깎거나, 잘라서 200 mg을 0.1 mg까지 정확히 달아 취한다.

6) 시험용액의 조제

(1) 건식 회화법

가) 할로젠 원소를 포함하지 않는 시료의 경우

- ① 시료를 달아 도가니에 넣어 가열판 위에 놓고 가열한다.
- ② 환기가 잘 되는 후드 내에서 시료에 불이 붙지 않도록 하면서 도가니를 버너로 가열한다.
- ③ 시료가 숯 덩어리로 탄화되면서 발생된 휘발성 물질을 완전히 배출시키고 재만 남을 때까지 서서히 가열한다.
- ④ $550 \pm 25^{\circ}\text{C}$ 로 조절된 전기로에 시료가 든 도가니를 넣고 전기로의 문을 살짝 열어두어 산화되도록 충분한 공기를 제공해준다.
- ⑤ 탄소가 완전히 산화되고 재만 남을 때까지 계속 가열한 후,
- ⑥ 도가니를 전기로에서 꺼내어 실온으로 식힌다.
- ⑦ 질산 5 mL를 넣고 서서히 가열하여 찌끼를 용해시킨 후, 이 용액을 50 mL 부피 플라스크로 옮겨 넣고 물로 눈금까지 묽힌다. 시료용액은 측정기기의 적당한 농도가 되게 물로 희석한다. 내부표준물질을 사용할 경우, 플라스크를 눈금까지 묽히기 전에 ICP-OES 경우 500 μL 를 넣어주고, ICP-MS를 사용할 경우는 1 : 1,000으로 묽혀 내부표준용액을 넣는다.

나) 할로젠 원소를 포함하는 시료의 경우

- ① 시료를 도가니에 넣고 무게를 단다.
- ② 황산 5~15 mL를 넣고 가열판 또는 모래 중탕에 도가니를 올려놓고 시료가 검게 탄화될 때까지 서서히 가열한다.
- ③ 식힌 후, 질산 5 mL를 넣고 시료가 완전히 분해되어 황산 백

연이 발생될 때까지 계속 가열한다.

- ④ 가열한 도가니를 식힌 후, $550 \pm 25^{\circ}\text{C}$ 로 조절된 전기로에 옮겨 넣고 탄소가 완전히 연소될 때까지 가열하고 수분을 증발시키고 태운다.
- ⑤ 전기로에서 도가니를 꺼내 실온으로 식힌 후, 질산 5 mL를 넣고 서서히 가열하여 찌끼를 용해시킨다. 이 용액을 50 mL 부피 플라스크로 옮겨 넣고 물로 눈금까지 묽힌다. 시료용액은 측정기기의 적당한 농도가 되게 물로 희석한다. 내부표준물질을 사용할 경우, 플라스크를 눈금까지 묽히기 전에 ICP-OES 경우 500 μL 를 넣어주고, ICP-MS를 사용할 경우는 1 : 1,000으로 묽혀 내부표준용액을 각각 넣는다.
- ⑥ 시료가 완전히 용해되지 않고 잔류물이 남아 있을 경우에는 원심분리를 하거나 걸러서 분리한다. 그리고 잔류물의 납의 함유 존재를 확인하기 위하여 적절한 측정방법을 이용한다.

(2) 산분해법

가) 일반적인 분해 방법

시료 약 1~2 g을 0.1 mg까지 무게를 달아 코니컬 비커에 넣는다. 시료에 황산 약 10 mL를 가하고 시계접시를 덮은 다음 가열판에서 서서히 가열하여 시료를 분해시킨 후, 조심스럽게 질산을 소량씩 추가하면서 가열하여 액의 색이 갈색을 나타낼 때 가열을 중단하고 식힌 뒤에 과염소산* 2 mL와 질산 5 mL를 주의하

면서 가하고 가열한다. 반응의 정도에 따라 가열의 세기를 조절하여 액의 색이 무색이 될 때까지 질산 소량을 가하고, 황산의 흰 연기가 발생하면 가열을 중지하고 냉각시킨다. 비커 안벽을 물로 세척하고 서서히 가열하여 황산을 증발 건고시킨다. 냉각시킨 후에 염산 10 mL를 가하고 시계접시를 덮은 후에 증발 건고시킨다. 다시 염산 10 mL를 가하고 가열시킨 후에 아이오딘화 수소산 2 mL를 첨가한 후 서서히 가열하여 용액이 10 mL가 되도록 농축한다. 냉각시키고 물 50 mL와 질산 2~3 mL를 가하고 서서히 가열하여 과잉의 아이오딘화 수소산을 휘발시킨다. 이 투명 용액을 50 mL 부피 플라스크에 옮기고 물로 눈금까지 희석한 후 흔들어 섞고 시험용액으로 한다.

* 과염소산을 넣고 가열할 경우에는 가열 온도가 200℃ 이상 되거나 또는 다량의 유기물이 분해되기 전에 증발 건고되면 폭발을 일으킬 수 있으므로 각별히 주의하여야 한다.

나) 실리카를 함유한 고무의 분해 방법

시료 약 1 g을 달아 테프론 비커에 넣고 황산 약 5 mL를 가해서 가열하여 분해시키고 황산의 흰 연기가 약간 나올 정도의 온도로 서서히 가열, 탄화시킨다. 질산 5 mL, 플루오르화 수소산 3 mL를 조심스럽게 가하기 시작하여 시료의 1차 분해를 마무리하고 증발 건고시킨다. 이 조작을 2~3회 반복해서 행한 뒤, 질산 5 mL, 과염소산 3 mL를 주의하면서 가하고 반응 정도에 따라

가열 온도를 조절하여 가열 용해시킨 후 질산을 소량씩 가하여 액이 거의 무색이 될 때까지 반복한다. 이 용액을 증발 건조시키고 염산 10 mL를 가한 다음 시계접시를 덮은 후에 증발 건조시킨다. 다시 염산 10 mL를 가하고 가열시킨 후에 물 50 mL와 질산 2~3 mL를 가하고 서서히 가열하여 과잉의 아이오딘화 수소산을 휘발시킨 후, 이 투명 용액을 50 mL 부피 플라스크에 옮기고 물로 눈금까지 희석한 후 흔들어서 시험 용액으로 한다.

(3) 마이크로파 분해 방법

가) 일반적인 분해 방법

시료를 달아 마이크로파 분해 용기에 옮겨 넣고, 질산 5 mL와 과산화수소 0.1~1.0 mL를 넣는다. 시료와 산류의 반응이 끝나고 안정되었을 때 용기를 마개로 막고, 마이크로파 분해 장치를 조립한 후, 미리 제시된 분해 프로그램에 따라 마이크로파 오븐을 조작하여 시료를 용해시킨다. 용기를 식힌 후 용액을 50 mL 부피 플라스크에 옮겨 넣고 눈금까지 물로 묽힌다. 시료용액은 각 측정기기의 농도 수준에 적합하게 물로 희석한다. 내부표준물질을 사용할 경우, 플라스크의 눈금까지 묽히기 전에 ICP-OES 경우 500 μ L를 넣어주고, ICP-MS를 사용할 경우는 1 : 1,000으로 묽혀 내부표준물질을 각각 넣는다.

나) 상기 가)의 방법으로 분해되지 않거나 시료에 실리카 또는 티타늄이 함유되어 있는 제품의 분해 방법

시료를 달아 마이크로파 분해 용기로 옮겨 넣고, 질산 5 mL, 플루오르화 수소 1 mL 및 과산화수소 0.1~1.0 mL를 넣는다. 용기를 마개로 막고, 마이크로파 분해 장치를 조립한 후, 미리 제시된 분해 프로그램에 따라 마이크로파 오븐을 조작하여 시료를 용해시킨다. 용기를 식힌 후 용액을 50 mL 저밀도 폴리에틸렌 (low density polyethylene, LDPE) 또는 PFA 부피 플라스크로 옮겨 넣고 눈금까지 물로 묽힌다. 석영 플라즈마 토치(만일 산에 견디는 시료도입장치가 없다면)를 보호하기 위하여 플루오르화 착물을 형성하도록 붕산을 넣는다.

시료용액은 각 측정기기의 농도 수준에 적합하게 물로 희석한다. 내부표준물질을 사용할 경우, 플라스크의 눈금까지 묽히기 전에 ICP-OES 경우 500 μ L를 넣어주고, ICP-MS를 사용할 경우는 1 : 1,000으로 묽혀 내부표준용액을 각각 넣는다.

* 비고; 과산화수소는 시료의 반응물질을 알 때 첨가한다. 쉽게 산화되는 물질과는 빠르고 격렬하게 반응하므로 쉽게 산화되는 물질이 많이 존재할 경우, 첨가하지 말아야 한다.

다) 상기 가) 및 나)에 따른 시험 용액에 잔류물이 남아 있을 경우에는 원심분리하거나 걸러서 분리한다. 그리고 잔류물에 납의 함유 존재를 확인하기 위하여 적절한 측정방법을 이용하여 확인해야 한다.

* 시료를 제외하고 사용된 모든 시약을 사용하여 시료용액 조제

방법에 따라 동일한 방법으로 조작하여 공시험 용액을 조제한다.

(4) 용매추출법(일회용 타월)

4% 초산을 침출용액으로 하여 표면적(양면의 표면적을 합하여 계산한다) 1 cm² 당 2 mL 비율의 침출용액에 시료를 담근 후 시계 접시로 덮고 25℃를 유지하면서 10분간 방치한 액을 낚, 카드뮴 시험용액으로 한다.

7) 시험조작

일반적으로 시료는 미지조성물로 되어 있다고 가정하며, 이와 같은 경우 내부표준물법(감도비교법)을 추천한다. 필요하다면 표준물 첨가법을 사용할 수도 있다. 간섭원소가 없거나 시료의 조성이 알려져 있으면 검량선법(매질보정법)을 사용할 수 있다.

* 비교; 모든 상황에서 산은 시료의 농도에 따라 조정되어야 한다.

(1) 검량선 작성

분광기는 정량을 위해 준비한다. 조제된 검량선 용액의 일부를 각각 아르곤 플라즈마 또는 공기-아세틸렌 불꽃 안으로 분무한다. 플루오르화 수소산이 함유된 시료를 측정할 경우에는 플루오르화 수소산에 견디는 시료 도입 장치를 사용한다.

가) 원자흡광광도법(AAS)

낚, 카드뮴 원소의 흡광도(파장 : 낚 283.3 nm, 카드뮴 228.8 nm)

를 측정하여 정량한다. 검량선법(매질보정법)에서는 납 원소의 흡광도와 농도의 관계를 나타낸 곡선을 검량선으로 작성한다.

표준물 첨가법에서 표준물을 시료용액에 넣어주고, 미지농도는 영의 흡광도로 첨가곡선을 외삽하여 결정한다.

0.998보다 큰 직선계수(R^2)를 가진 직선 회귀곡선은 초기검정에 사용될 수 있다. 검정 표준물질 측정 결과(즉, 표준물질, 표준용액 등)가 예상치보다 20% 이상 차이가 나면 관계있는 검정 표준물질과 모든 시료는 다시 측정한다.

나) 유도결합플라즈마 분광분석기(ICP-OES)

납, 카드뮴 원소의 방출세기를 측정하여 정량한다. 검량선법으로 납, 카드뮴 원소를 정량할 경우 납, 카드뮴 원소의 방출세기와 납, 카드뮴 농도의 관계를 검량선으로 작성한다. 내부표준물 첨가법에서는 내부표준원소의 곡선에 대한 납, 카드뮴 원소의 세기비와 농도의 관계를 검량선으로 작성한다.

다) 유도결합플라즈마 질량분석법(ICP-MS)

납, 카드뮴 원소의 질량대전하수의 비율을 측정하여 정량한다. 검량선법에서는 납, 카드뮴 원소의 질량/전하수의 비율의 세기와 납, 카드뮴 농도의 관계를 검량선으로 작성한다. 내부표준물 첨가법에서는 내부표준원소의 곡선에 대한 납, 카드뮴 원소의 세기비와 농도의 관계를 검량선으로 작성한다.

(2) 시료 측정

검량선을 작성한 후, 바탕용액과 시료용액을 측정한다. 만약 시료의 농도가 검량선보다 높으면 시료용액을 검량선 범위 내로 묽혀 다시 측정한다.

측정 정밀도는 일정한 간격을 두고 표준물질, 검량선 용액 등으로 확인한다. (10개 시료마다 1회) 만약 필요할 경우 검량선을 다시 작성한다.

비고. 만약 시료용액이 검량선 범위로 희석되면 희석된 시료용액안의 내부표준농도는 표준용액으로 맞춘다.

8) 계산

(1) 시료 중의 납

다음 식에 따라 시료 중의 납 함유량(mg/kg)을 계산한다.

$$C = \frac{A_1 - A_2}{m} \times V$$

C : 시료 중의 납 농도(mg/kg)

A₁ : 시료용액 중의 납 농도(μg/mL)

A₂ : 바탕 시험 용액 중의 납 농도(μg/mL)

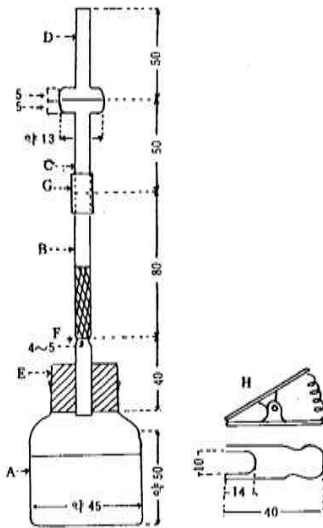
V : 시료용액의 총 부피(mL)

m : 시료량(g)

18. 비소

가. 비색법

1) 장치



A : 발생병, 용량 약 60 mL로서 40 mL에 표시선이 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 초산 납시액 및 물을 같은 양의 혼액으로 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

(1) 요오드칼륨시액 : 요오드칼륨(KI) 16.5 g을 물에 녹여 100 mL로

하여 갈색병에 보존한다.

- (2) 산성염화제1주석시액 : 염화제1주석($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 4 g을 염산 125 mL에 녹이고 물을 가하여 250 mL로 하여 밀봉하여 보존한다. 조제 후 1개월 내에 사용한다.
- (3) 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.
- (4) 사상아연 : 아연(무비소, 약 1,000~1,410 μm)을 쓴다.
- (5) 초산납시액 : 초산납 11.8 g을 물에 녹여 100 mL로 하고 초산 2 방울을 가하여 밀봉하여 보존한다.

3) 표준용액

비소표준용액 : 아비산(As_2O_3)을 미세한 분말로 하여 데시케이터(황산)에서 건조한 다음 0.10 g을 정확하게 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 한 액을 표준원액으로 한다.

이 표준원액 10 mL에 희석한 황산(1→20) 10 mL를 넣고 새로 끓여

서 식힌 물을 넣어 1,000 mL로 한 액을 표준용액으로 한다. 이 액은 쓸 때 만들어 밀봉하여 보존한다.

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

4) 시험용액의 조제

(1) 세척제, 행굼보조제

검체소량을 가열하여 탄화할 때는 1법에 의하고, 탄화하지 아니할 때는 2법에 따른다.

가) 1법

이 품목에 물을 가하여 사용농도로 희석한 액 100 mL를 취하여 분해플라스크에 넣고 질산 10 mL를 가하여 혼합한 다음 천천히 가열하여 식히고 황산 10 mL를 가하여 다시 가열한다. 액의 색이 암색이 되기 시작하면 질산 2~3 mL씩을 추가하면서 액이 무색~옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 50 mL 및 포화수산암모늄시액 10 mL를 가하여 황산의 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 10 mL를 가하여 식히면서 암모니아시액으로 중화하고, 이를 100 mL이하로 증발 농축한 다음 물을 가하여 정확히 100 mL로 한 액을 시험용액으로 한다.

나) 2법

이 품목에 물을 가하여 사용농도로 희석한 액 100 mL에 질산을 가하여 산성으로 한 다음 다시 질산 10 mL를 가하여 수욕상에

서 15분간 가열하고, 식힌 다음 물 20 mL를 가하여 여과하고, 여과지상의 잔류물을 물 20 mL로 씻어 그 씻은 액을 여액에 합쳐 암모니아시액으로 중화하고 이를 100 mL 이하로 증발 농축한 다음 물을 가하여 정확히 100 mL로 한 액을 시험용액으로 한다.

(2) 이쭈시개

가) 합성수지제, 전분제

4% 초산을 침출용액으로 하여 식품과 접촉하는 면에 대하여 표면적 1 cm² 당 2 mL 비율의 70℃로 가온한 침출용액에 접촉시킨 후 70℃를 유지하면서 30분간 방치한 후 침출용액을 추가하여 처음의 액량으로 맞춘 액을 시험용액으로 한다.

나) 목재

물을 침출용액으로 하여 식품과 접촉하는 면에 대하여 표면적 1 cm² 당 2 mL 비율로 70℃의 가온한 물에 접촉시킨 후 70℃를 유지하면서 30분간 방치한 후 물을 추가하여 처음의 액량으로 맞춘다. 이 용액 50 mL를 백금제, 석영제 또는 내열유리제 도가니에 취하여 수욕상에서 증발건고 한다. 이에 황산 2 mL를 가하여 천천히 가열하여 황산의 흰연기가 발생하지 않을 때까지 가열하여 대부분 탄화될 때까지 가열한다. 화력을 강하게 하면서 약 450℃에서 가열 회화하여 거의 백색이 될 때까지 이 조작을 반복하고, 이를 식힌 후 잔류물에 4% 초산 20 mL를 넣고 가온하

여 잔류물을 녹인 다음 4% 초산을 가하여 50 mL로 한 액을 시험용액으로 한다.

(3) 위생물수건

17. 납 6) 시험용액의 조제 (1)에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

(4) 일회용 타월

17. 납 6) 시험용액의 조제 (4)에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

5) 시험조작

과일·채소용 및 식품용 기구·용기용 세척제(헥검보조제 포함)의 경우는 발생병에 시험용액 20 mL를, 식품 제조·가공장치용 세척제의 경우는 시험용액 2.5 mL를, 이쭉시개는 시험용액 10 mL를 취하여 발생병에 넣거나 또는 따로 규정이 없는 한 발생병에 적당량의 시험용액을 넣고 필요하면 암모니아수 또는 암모니아시액으로 중화한 다음, 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.

6) 표준색의 제법

발생병에 비소표준용액 1 mL를 넣고 위의 시험용액과 동일하게 처리한다.

7) 비소한도

5) 및 6)의 조작을 될 수 있는 대로 동시에 하고 장치는 적어도 2개씩을 사용하여 시험하되 조작한 다음 즉시 브롬제2수은지를 꺼내어 직사광선을 피하여 곧 비색한다. 이 때 5)에서 얻은 색이 6)에서 얻은 색보다 진하여서는 아니된다. 같은 조작에 의하여 얻은 정색의 정도가 다를 때에는 조작을 다시한다.

8) 조작상의 주의

- (1) 이 시험 및 시험용액의 제조에 사용하는 시약은 공시험에서 정색되지 아니하거나 거의 정색되지 아니하는 것을 써야 한다.
- (2) 발생가스가 새지 아니하도록 브롬제2수은지를 끼워 맞춘 부분의 연결을 긴밀히 하여야 한다.
- (3) 브롬제2수은지의 정색은 빛, 열, 습기 등에 의하여 퇴색하므로 비색은 즉시 하여야 하며, 데시케이터에 차광하여 두면 잠시 보존할 수 있다.

나. 원자흡광광도법

1) 장치

일반적으로 광원부, 검체원자화부, 분광부 및 측광부로 되어 있다. 광원부에는 중공음극(中空陰極)램프(Hollow cathod lamp) 또는 방전(放電)램프 등을 사용한다. 검체원자화부는 화염(火炎)방식(직접분무기) 및 무염(無炎)방식이 있으며 무염방식은 다시 환원기화법 및 가열기화법 등으로 나뉜다. 화염방식은 버너 및 가스유량조절기, 환원기화법은 밀폐기(密閉器) 및 펌프, 가열기화법은 석영접시 및 가열장치로 되어 있다. 분광부에는 회절격자 또는 프리즘을 쓴다. 측광부는 검출기 및 지시계기 등으로 되어 있다.

2) 표준용액

가. 비색법 3) 표준용액에 따라 조제한 액을 비소표준용액으로 한다. 다만, 시판 중인 비소표준용액을 사용하는 경우 As_2O_3 으로 환산한다.

3) 시험용액의 조제

가. 비색법 4) 시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

4) 시험조작

시험용액을 다음의 어느 한 방법에 따라 측정한다.

- (1) 화염방식 : 따로 규정하는 광원램프를 끼우고 측광부에 전기를 넣어 광원램프를 켜고 분광기를 따로 규정하는 분석선파장(分析線波長)에 맞춘 다음 적당한 전류값을 설정한다. 다음 따로 규정하는 조연성(助燃性)가스 및 가연성가스를 써서 이 혼합가스에 점화하고 가스유량, 압력을 조정하고 용매를 화염중에 분무시켜서 영점(零點)을 맞춘다. 따로 규정하는 방법으로 조제한 검액을 화염 중에 분무하여 그 흡광도를 측정한다.
- (2) 무염방식 : 따로 규정하는 광원램프를 끼우고 측광부에 전기를 넣는다. 광원램프를 켜고 분광기를 따로 규정하는 분석선파장에 맞춘 다음 적당한 전류값을 설정한다. 다음 환원기화법에서는 검액을 밀폐기에 취하고 적당한 환원제를 넣어 원소로 될 때까지 환원시킨 다음 기화시킨다. 또 가열기화법에서는 검체를 가열하여 기화시킨다. 이러한 방법에 의하여 생긴 원자증기의 흡광도를 측정한다.

5) 정량법

보통 다음의 어느 한 방법에 따른다. 특히 정량을 할 때는 간섭(干涉) 및 공시험보정(Back ground)을 고려할 필요가 있다.

- (1) 검량선법 : 3종 이상의 농도가 다른 표준액을 조제하고 각각의 표준액에 대한 그 흡광도를 측정하여 얻은 값으로부터 검량선을

작성한다. 다음 측정가능한 농도범위로 조제한 검액의 흡광도를 측정한 다음 검량선으로부터 피검원소량(농도)을 구한다.

- (2) 표준첨가법 : 같은 양의 검액 3개 이상을 취하여 각각에 피검원소가 단계적으로 함유되도록 표준액을 첨가하고 이에 용매를 넣어 일정용량으로 한다. 각각의 용액의 흡광도를 측정하고 횡축에 첨가한 표준피검원소량(농도), 종축에 흡광도를 취하여 그래프에 각각의 값을 그려 넣는다. 이 그려 넣은 값으로 얻어진 회귀선을 연장하여 횡축과 만나는 점과 원점과의 거리로서 피검원소량(농도)을 구한다. 다만, 이 방법은 (1)에 의한 검량선이 원점을 지나는 직선일 경우에만 적용된다.

- (3) 내부표준법 : 내부표준원소의 일정량에 대하여 표준피검원소의 기지량을 각각 단계적으로 함유되도록 표준액을 첨가하고 이에 용매를 넣어 일정용량으로 한다. 각각의 용액의 흡광도를 측정하고 횡축에 첨가한 표준피검원소량(농도), 종축에 흡광도의 비를 취하여 검량선을 작성한다. 다음 검액의 조제에는 표준액의 경우와 같이 동량의 내부표준원소를 넣는다. 다음에 검량선을 작성할 때와 같은 조건으로 얻은 피검원소에 의한 흡광도와 내부표준원소에 의한 흡광도와의 비를 구하여 검량선으로부터 피검원소량(농도)을 구한다. (※ 주의 : 시험에 쓰는 시약, 시액은 측정에 방해가 되지 않는 것을 쓴다.)

다. 유도결합플라즈마발광강도측정법

1) 장치

유도결합플라즈마발광강도측정기

2) 표준용액

가. 비색법 3) 표준용액에 따라 조제한 액을 비소표준용액으로 한다.

다만, 시판 중인 비소표준용액을 사용할 경우 As_2O_3 으로 환산한다.

3) 시험용액의 조제

가. 비색법 4) 시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

4) 시험조작

일반적으로 전류가 통하는 부분에 이상이 없는 것을 확인한 후 여기원부 및 제어장치의 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 파장 193.7 nm에서 발광 스펙트럼선의 발광강도를 측정한다.

시험용액에 대한 발광강도를 시험용액과 동일하게 조작하여 얻은

표준용액에 대한 발광강도와 비교하여 시험용액 중 목적하는 비소의 농도를 구한다.

19. 카드뮴

1) 장치

- (1) 원자흡광광도기(AAS)
- (2) 유도결합플라즈마 분광분석기(ICP-OES)
- (3) 유도결합플라즈마 질량분석기(ICP-MS)

2) 기구

- (1) 마이크로파 분해 시스템 시료용기와 고압 TFM(tetrafluoromethaxil)이나 PFA(perfluoro-alkoxyfluorocarbon) 또는 다른 불화탄소물질로 이루어진 용기를 사용

3) 시약 및 시액

- (1) 황산
- (2) 질산
- (3) 염산
- (4) 과산화수소
- (5) 플루오르화 수소산
- (6) 붕산

4) 표준용액

(1) 카드뮴 표준용액 1,000 mg/L

(2) 내부표준용액

분석대상원소와 방해되지 않는 내부표준물질을 사용하고, 적은 양의 내부표준원소를 사용한다. 내부표준원소로는 Sc, In, Tb, Lu, Re, Rh, Bi, Y등이 대표적으로 사용된다. ICP-OES의 경우에는 Sc, Y가 추천되고, 농도는 반드시 1,000 mg/kg 이하이어야 한다.

(3) 검량선용 표준용액

카드뮴 표준 용액을 0~100 µg을 단계적으로 취해 100 mL 부피 플라스크에 옮겨 넣는다. 내부표준물 첨가방법으로 측정 할 경우에는 시료용액의 산농도와 내부표준물 검량선 용액의 산 농도를 동일한 조건으로 만들어 준다.

5) 시료의 준비

시료 분해방법 선택에 따라 적당한 시료량의 범위는 가장 많은 양으로 시작하는 것이 좋다. 시료채취에 있어 산분해법은 절단, 분쇄된 시료 400 mg을 0.1 mg까지 정확하게 달아 취하고, 건식 회화법 또는 밀폐된 용기에 의한 산분해법은 시료를 분쇄하거나, 깎거나, 잘라서 200 mg을 0.1 mg까지 정확히 달아 취한다.

6) 시험용액의 조제

17. 납 시험법 6) 시험용액의 조제에 따른다.

7) 시험조작

17. 납 시험법 7) 시험조작에 따른다.

8) 계산

다음 식에 따라 시료 중의 카드뮴 함유량(mg/kg)을 계산한다.

$$C = \frac{A_1 - A_2}{m} \times V$$

C : 시료 중의 카드뮴 농도(mg/kg)

A₁ : 시료용액 중의 카드뮴 농도(μg/mL)

A₂ : 바탕 시험 용액 중의 카드뮴 농도(μg/mL)

V : 시료용액의 총 부피(mL)

m : 시료량(g)

20. 수은

1) 시험용액의 조제

(1) 황산-질산환류법

시료(5~10 g)를 분해플라스크에 취하고, 물 10 mL 및 질산 20 mL를 넣어 혼합하여 잠시 방치한 다음 황산 20 mL를 천천히 넣는다. 환류냉각기를 연결하여 주의하면서 NO_2 의 발생이 끝날 때까지 가열한다. 분해액이 담황색으로 투명하게 되지 않을 때에는 식힌 다음 질산 5 mL를 넣어 다시 가열한다. 필요하면 질산 5 mL의 추가를 되풀이 하여 분해액이 담황색으로 투명하게 되고 NO_2 의 발생이 끝나면 식힌 다음 물 50 mL 및 10% 요소용액 10 mL를 넣어서 10분간 끓이고 식혀 과망간산칼륨 1 g을 넣고 10분간 때때로 흔들어 섞는다. 자홍색이 없어지면 다시 과망간산칼륨 1 g을 넣고 흔들어 섞는다. 이 조작을 자홍색이 남을 때까지 되풀이 하고 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 되풀이 하고 식혀 용액이 무색투명하게 될 때까지 10% 과산화수소용액을 주의하여 가한다. 다만, 비색의 경우에는 과산화수소 대신 20% 염산히드록실아민용액을 이용한다. 식힌 다음 장치의 내부 및 연결부분을 황산(1→100) 20 mL로 씻고 플라스크에 합쳐 일정량으로 하여 시험용액으로 한다. 지방분

이 많은 시료는 헥산 20 mL 씩으로 3회 추출하여 수용액을 시험용액으로 한다.

2) 측정

(1) 원자흡광광도법에 의한 정량(환원기화법)

가) 분석원리

시험용액을 환원기화장치를 이용하여 흡광도를 측정한다.

나) 시약 및 시액

① 염화제일주석($\text{SnCl}_2(\text{II})$)용액 : 염화제일주석 100 g을 100 mL 염산에 녹여 물을 가하여 1,000 mL로 한다.

② 수은표준용액 : 염화제이수은 0.135 g을 10% 질산 100 mL에 녹이고 물을 가하여 1,000 mL로 한다. 사용 시 이 용액을 1% 질산으로 1,000배 희석하여 표준용액으로 한다.

$$\text{수은표준용액 } 1 \text{ mL} = 0.1 \text{ } \mu\text{L Hg}$$

다) 시험조작

시험용액 및 공시험용액, 염화제일주석용액을 시험용액병에 취하여 환원기화장치에 연결한 다음 다이아프램펌프(diaphragm pump)에 의해 공기를 흡수셀 중에 순환시켜 파장 253.7 nm에서 흡광도를 측정한다. 수은표준용액 0, 5, 10, 15, 20 mL에 물을 가해서 100 mL로 하여 시험용액과 같은 조작을 한 다음 각각의 흡광도를 측정하여 작성한 검량선으로부터 수은(Hg)의 함량을 구

한다.

(2) 원자흡광광도법에 의한 정량(금아말감법)

가) 분석원리

시료 중 수은을 금아말감으로 포집하여 냉원자흡광법으로 측정한다.

나) 장치

시료의 연소에서 금아말감에 의한 포집, 냉원자흡광법에 의한 측정까지를 자동화한 수은 측정장치를 쓴다.

다) 시약 및 시액

① 수은표준원액 : 염화제이수은 135.4 mg을 10% 질산에 녹여 1,000 mL로 한다(어두운 곳에서 1~2개월까지 보존가능). 1 mL = 100 µg Hg

② 수은표준용액 : 수은표준 원액을 10% 질산으로 희석하여 0~20 µg/mL로 한다(쓸 때에 만든다).

③ 첨가제

- 산화알루미늄
- 수산화칼슘 + 탄산나트륨(1 : 1 혼합물)을 쓸 때에 950 °C에서 30분간 활성화시킨다.

라) 시험조작

첨가제* ㉠ 약 1 g을 도가니에 고르게 펴고 고체 시료는 그 위에 세절 또는 균질화한 시료를 10~300 mg, 액체시료는 0.1~0.5 mL

를 첨가제 ㉔에 완전히 스며들게 하고, 그 위에 첨가제 ㉔ 약 0.5 g ㉔ 약 1 g을 차례로 고르게 펴 층을 이루게 한다. 도가니를 연소부에 넣고 공기 또는 산소를 0.521 L/min를 통과하면서 300 °C에서 60초간 건조하고 850 °C에서 180초간 분해하여 수은을 유지시켜 포집관에 수은을 포집한다. 포집관을 약 700 °C로 가열하여 수은증기를 냉원자흡광분석장치에 보내고, 흡광도를 측정하여 A로 한다. 따로 도가니에 첨가제만을 취해 같은 조작을 되풀이하여 흡광도를 측정하여 Ab로 한다. 다음 수은표준용액을 써서 같은 조작을 되풀이하여 얻어진 흡광도에서 검량선을 작성하여 A-Ab 값을 검량선으로부터 시료 중의 수은량을 산출한다.

* 장비 사양에 따라 첨가제를 사용하지 않을 수 있으며, 장비 사용설명서를 참고한다.

21. 중금속

1) 장치

네슬레관, 원자흡광광도기 또는 유도결합플라즈마발광강도측정기

2) 시약 및 시액

황화나트륨시액 : 황화나트륨 5 g을 물 10 mL 및 글리세린 30 mL의 혼액에 녹인다.

3) 표준용액

납표준용액 : 질산납(II)($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$) 159.8 mg을 10% 질산 10 mL에 녹이고 물을 가하여 100 mL로 한 액을 납표준원액으로 한다. 납표준원액 1 mL를 취해 물을 가하여 1,000 mL로 한 액을 납표준용액으로 한다.

$$\text{납표준용액 } 1 \text{ mL} = 1 \text{ } \mu\text{g Pb}$$

4) 시험용액의 조제

(1) 세척제, 행굼보조제

18. 비소, 가. 비색법 중 (4) 시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

(2) 이쭈시개

가) 합성수지제, 전분제

4% 초산을 침출용액으로 하여 식품과 접촉하는 면에 대하여 표면적 1 cm² 당 2 mL 비율의 70℃로 가온한 침출용액에 접촉시킨 후 70℃를 유지하면서 30분간 방치한 후 침출용액을 추가하여 처음의 액량으로 맞춘 액을 시험용액으로 한다.

나) 목재

물을 침출용액으로 하여 식품과 접촉하는 면에 대하여 표면적 1 cm² 당 2 mL 비율로 70℃의 가온한 물에 접촉시킨 후 70℃를 유지하면서 30분간 방치한 후 물을 추가하여 처음의 액량으로 맞춘다. 이 용액 50 mL를 백금제, 석영제 또는 내열유리제 도가니에 취하여 수욕상에서 증발건고 한다. 이에 황산 2 mL를 가하여 천천히 가열하여 황산의 흰연기가 발생하지 않을 때까지 가열하여 대부분 탄화될 때까지 가열한다. 화력을 강하게 하면서 약 450℃에서 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.

5) 시험조작

(1) 비색법

가) 세척제, 행굼보조제

과일·채소용 및 식품용 기구·용기용 세척제(헥검보조제 포함)의 경우는 시험용액 20 mL를, 식품 제조·가공장치용 세척제의 경우는 시험용액 10 mL를 취하여 네슬러관에 넣고, 이에 희석한 초산(6→100) 2 mL 및 물을 가하여 50 mL로 한다. 따로 납표준용액 2 mL를 취하여 네슬러관에 넣고, 이에 희석한 초산(6→100) 2 mL 및 물을 가하여 50 mL로 하여 비교표준용액으로 한다. 양 액에 황화나트륨시액 2방울씩을 가하여 잘 섞어 5분간 방치한 다음 양 관을 백색을 배경으로 하여 위와 옆에서 보아 액의 색을 비교할 때 시험용액의 색이 비교표준용액의 색보다 진하여서는 아니된다.

나) 이쭈시개

시험용액 20 mL를 취하여 네슬러관에 넣고, 이에 희석한 4% 초산 20 mL 및 물을 가하여 50 mL로 한다. 따로 납표준용액 2 mL를 취하여 네슬러관에 넣고, 4% 초산 20 mL 및 물을 가하여 50 mL로 하여 비교표준용액으로 한다. 양 액에 황화나트륨시액 2방울씩을 가하여 잘 섞어 5분간 방치한 다음 양 관을 백색을 배경으로 하여 위와 옆에서 보아 액의 색을 비교할 때 시험용액의 색이 비교표준용액의 색보다 진하여서는 아니된다.

(2) 원자흡광광도법

시험용액과 표준용액에 대하여 17. 납 4) 시험조작 (1) 원자흡광광도법(파장 283.3 nm)에 따라 시험하여 시험용액 중 납의 양을 구

한다.

(3) 유도결합플라즈마발광강도측정법

시험용액과 표준용액에 대하여 17. 남 4) 시험조작 (2) 유도결합플라즈마발광강도측정법(파장 220.4 nm)에 따라 시험하여 시험용액 중 납의 양을 구한다.

22. 6가 크롬

1) 장치

분광광도계

2) 시액

(1) 디페닐카바지드시액

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

(2) 알칼리분해액

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

(3) 0.1 M 인산염완충액

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

3) 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($2\text{ }\mu\text{g/mL}$).

4) 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 90~95℃ 가열기 위에서 60분간 저어주며 가열하고 상온으로 식힌 다음 0.45 µm 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.

5) 시험조작

(1) 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 ± 0.5 로 맞춘 다음 물을 가하여 100 mL로 한다. 각 액을 10분간 방치한 후 파장 540 nm에서 흡광도를 측정하여 검량선을 작성한다.

(2) 시험

시험용액 50 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 이에 디페닐카바지드시액 2 mL를 가하고 10% 황산으로 pH (2 ± 0.5)로 맞

춘 다음 물을 가하여 100 mL로 한다. 이 액을 10분간 방치한 후 파장 540 nm에서 흡광도를 측정하여 미리 작성한 검량선으로부터 시료 중 6가 크롬의 양을 구한다. 따로 공시험용액 50 mL를 사용하여 시험용액과 동일하게 처리하여 파장 540 nm에서 흡광도를 측정하여 보정한다.

23. 유해원소 용출

1) 장치

- (1) 원자흡광광도기
- (2) 유도결합플라즈마

2) 시험용액의 준비

(1) 종이 및 판지

가) 시험편 준비

종이와 판지는 표면 코팅되어 있으나 제거되지 않는다면 하나의 재료로 처리되어야 한다. 종이 또는 판지 시험편은 되도록 100 mg 이상 채취한다. 시험 재료의 재질이 균일하지 않으며 100 mg 이상의 무게를 갖는 각각 다른 재질로부터 시험편을 채취한다. 시험편 100 mg을 사용한 것으로 적당량의 원소의 양을 계산한다. 종이와 판지, 페인트, 바니시, 래커, 인쇄잉크, 접착제 또는 유사한 코팅이 되어 있으며, 코팅 부분을 구분할 필요는 없다. 이러한 경우의 시료는 코팅면을 포함하기 위하여 재질로부터 채취되어야 한다.

나) 추출 과정

시험편이 고르게 섞일 수 있도록 37 ± 2 °C에서 증류수의 무게가 시험편의 25배가 되도록 혼합하여 준비한다. 혼합물의 손실이

없이 적당한 크기의 추출용기에 옮긴 다음 $37\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 에서 농도 0.14 mol/L 인 염산 수용액의 무게가 시험편의 25배가 되도록 혼합하여 준비한다.

1분 동안 흔들고 혼합물의 pH를 확인한다. pH가 1.5 이상이면 농도 약 2 mol/L 인 염산 수용액을 pH가 1.0~1.5로 될 때까지 흔들면서 한 방울씩 첨가한다.

혼합물은 빛을 차단하고 $37\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 에서 1시간 동안 흔들어 준 다음 $37\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 에서 1시간 동안 방치 후 용액과 시험편을 분리한다. 먼저 여과지를 이용하여 여과하고 필요하면 $5,000\text{ G}$ 이상으로 원심분리한다. 방치 시간이 끝난 후 가능하면 빨리 분리 과정을 진행하여야 한다. 원심분리할 경우 10분 이내에 끝낸 것을 시험 용액으로 한다.

추출용액을 원소 분석 전에 하루 이상 보관할 경우에는 염산 수용액을 첨가하여 보관 용액의 농도가 1 mol/L 가 되도록 한다.

(2) 천연섬유 및 합성섬유

가) 시험편 준비

시험편은 섬유 재질을 잘라 되도록 100 mg 이상 채취한다. 시험편은 압축되지 않은 상태에서 약 6 mm 를 넘지 않아야 한다. 시험 시료의 재질이 고르지 않거나 다른 색을 가질 경우에는,

100 mg 이상의 무게를 갖는 각각 다른 재질 또는 색으로부터 시험편을 채취한다. 동일 재질 또는 동일 색의 시험편이 10~100 mg이면 주된 재질에 포함된다.

나) 추출 과정

적당한 크기의 추출용기를 사용하여 37 ± 2 °C에서 농도 0.07 mol/L인 염산 수용액의 무게가 준비된 시험편의 50배가 되도록 혼합하여 준비한다. 시험편의 무게가 10~100 mg이면, 37 ± 2 °C에서 농도 0.07 mol/L인 염산 수용액 5.0 mL에 시험편을 혼합하여 준비한다.

1분 동안 흔들고 혼합물의 pH를 확인한다. pH가 1.5 이상이면 농도 약 2 mol/L인 염산 수용액을 pH가 1.0~1.5 될 때까지 흔들면서 한 방울씩 첨가한다. 혼합물은 빛을 차단하고 37 ± 2 °C에서 1시간 동안 흔들어준 다음 37 ± 2 °C에서 1시간 동안 방치 후 용액과 시험편을 분리한다.

먼저 여과지를 이용하고 여과하고, 필요하면 5,000 G 이상으로 원심 분리한다. 방치 시간이 끝난 후 가능한 한 빨리 분리 과정을 진행하여야 한다. 원심분리할 경우 10분 이내로 끝낸 것을 시험용액으로 한다.

추출용액을 원소 분석 전에 하루 이상 보관할 경우에는 염산 수용액을 첨가하여 보관 용액의 농도가 약 1 mol/L가 되도록 한다.

(3) 착색되었거나 착색되지 않은 기타물질(나무, 가죽)

가) 시험편 준비

상기 ‘종이 및 판지’, ‘천연섬유 및 합성섬유’ 중 적당한 방법에 따라 100 mg 이상 시험편을 얻는다. 시험 시료는 재질이 균일하지 않으면 100 mg 이상의 무게를 갖는 각각 다른 재질로부터 시험편을 얻는다.

나) 추출 과정

추출 과정은 ‘종이 및 판지’ 또는 ‘천연섬유 및 합성섬유’ 시험 방법에 따른다.

(4) 고분자 재질 및 유사한 재질(플라스틱 면봉)

가) 시험편의 준비

시험재료의 질이 균일하지 않으면, 100 mg 이상 무게를 갖는 각각의 다른 재질로부터 시험편을 얻는다. 동일 재질의 시험편이 10 mg~100 mg이면 시험편 100 mg을 사용한 것으로 적당량의 원소의 양을 계산한다.

나) 추출 과정

적당한 크기의 추출용기를 사용하여 37 ± 2 °C에서 농도 0.07 mol/L인 염산 수용액의 무게가 준비된 시험편의 50배가 되도록 혼합하여 준비한다. 시험편의 무게가 10~100 mg이면, 37 ± 2 °C에서 농도 0.07 mol/L인 염산 수용액 5.0 mL에 시험편을 혼합

하여 준비한다.

1분 동안 흔들고 혼합물의 pH를 확인한다. pH가 1.5 이상이면 농도 약 2 mol/L인 염산 수용액을 pH가 1.0~1.5 될 때까지 흔들면서 한 방울씩 첨가한다. 혼합물은 빛을 차단하고 37 ± 2 °C에서 1시간 동안 흔들어준 다음 37 ± 2 °C에서 1시간 동안 방치 후 용액과 시험편을 분리한다. 먼저 여과지를 이용하고, 필요하면 5,000 G 이상으로 원심 분리한다. 방치 시간이 끝난 후 가능한 빨리 분리 과정을 진행 하여야 한다. 원심분리 할 경우 10분 이내로 끝낸 것을 시험용액으로 한다. 추출용액을 원소 분석 전에 하루 이상 보관할 경우에는 염산 수용액을 첨가하여 보관 용액의 농도가 약 1 mol/L가 되도록 한다.

3) 시험조작

(1) 원자흡광광도법

이 방법은 시험용액중의 금속원소를 적당한 방법으로 해리시켜 원자증기화하여 생성한 기저상태의 원자가 그 원자증기를 통과하는 빛으로부터 측정과장의 빛을 흡수하는 현상을 이용하여 광전측정 등에 따라 목적원소의 특정과장에 있어서 흡광도를 측정하고 시험용액중의 목적원소의 농도를 구하는 방법이다. 시료를 원자화하는 일반적인 방법은 화염방식과 무염방식이 있다. 시험용액 및 공시험용액을 그대로, 혹은 희석 또는 농축한 다음 원자흡광광도계에 주

입하여 흡광도를 구하고 따로 표준용액 및 이의 공시험용액에 대해서도 각각 시험용액의 경우와 같은 조작을 해서 검량선을 작성하여 시험용액의 농도를 구한다.

(2) 유도결합플라즈마법(inductively coupled plasma, ICP)

이 방법은 아르곤 가스에 고주파를 유도결합방법으로 걸어 방전되어 얻어진 아르곤 플라즈마에 시험용액을 주입하여 목적원소의 원자선 및 이온선의 발광광도를 측정하여 시험용액 중의 목적원소의 농도를 구하는 방법이다. 표준용액과 시험용액 및 공시험용액을 ICP(유도결합플라즈마)에 주입하여 시험용액의 농도를 구한다.

24. PCBs

1) 장치

기체크로마토그래프/질량분석기

2) 시약 및 시액

(1) 용매

잔류농약 분석용 또는 이와 동등 이상인 것

(2) 다층 실리카 카트리지

실리카겔이 아래서부터 중성실리카겔 0.2 g, 산성실리카겔 0.4 g, 염기성 실리카겔 0.2 g, 중성실리카겔 0.1 g의 순서로 충전한 카트리지(6 mL, SUPELCO 52732-U) 또는 이와 동등 이상의 것)를 n-헥산 10 mL로 활성화 시킨다.

3) 표준용액

(1) 혼합표준용액

폴리염화비페닐 7종의 표준품을 노란에 녹여 각각 10 µg/mL가 되게 한다.

<표1> 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 노란에 녹여 $5\text{ }\mu\text{g/mL}$ 가 되게 한다. 이 내부표준원액에 n-헥산을 가해 $0.1\text{ }\mu\text{g/mL}$ 가 되게 한다.

(3) 검량선 작성용 표준용액

표준원액과 내부표준원액에 n-헥산을 가해 표준용액 5단계 이상의 농도 범위 $0.025\sim 1\text{ }\mu\text{g/mL}$ 로 조제한 것을 사용한다. 단, 검량선 작성용 표준용액들은 직선성을 유지하여야 한다.

<표2> 폴리염화비페닐의 검량선 작성용 표준용액

(단위 : $\mu\text{g/mL}$)

동족체	IUPAC number	표준용액 검량선 및 내부표준물질 농도					
3염화비페닐	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
4염화비페닐	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
5염화비페닐	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

* 내부표준물질

4) 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).

5) 시험조작

(1) 기체크로마토그래프 측정조건

- 칼럼 : DB-1(60m, 0.25 mm I.D., 0.25 μ m) 또는 이와 동등 이상의 것
- 주입부온도 : 280℃

- 오븐온도 : 초기온도 100℃에서 15℃/분의 비율로 200℃까지 온도를 상승시켜 3분간 유지하고 2℃/분의 비율로 250℃까지 상승시켜 5분간 유지한 다음 5℃/분의 비율로 300℃까지 상승시켜 3분간 유지한다.
- 운반기체 : 헬륨(1.0 mL/분)
- 주입방법 : splitless
- 주입량 : 1.0 μ L

(2) 질량분석기 조건

- 이온화법 : EI
- 이온화전압 : 70 eV
- 특성이온 : <표3>참조

<표3> 폴리염화비페닐의 특성이온 및 이론비

동족체	IUPAC number	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	

* 내부표준물질

(3) 정성시험

위의 조건에서 얻어진 시험용액의 크로마토그램상의 각 피크를 표준용액의 표준물질 및 내부표준물질의 피크의 머무름 시간과 비교할 때 일치하여야 하며, 측정한 선택 이온 2개의 이온세기 비율 ($M/M+2$ 또는 $M+2/M+4$)은 <표3>에 나타난 이론비에 대하여 $\pm 20\%$ 이내이어야 한다.

(4) 정량시험검량선

작성용 표준용액의 각각 표준물질의 피크면적(AS)과 내부표준물질 피크면적에 대한 비(AS/AIS)를 Y축으로 하고 표준물질의 농도를 X축으로 하여 검량곡선을 작성하고, 시험용액에서 얻어진 폴리염화비페닐 피크면적과 내부표준물질의 면적비($ASAM/ASAMIS$)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.

$$\begin{array}{l} \text{폴리염화비페닐 동족체 농도} \\ (C, \text{ ng/g}) \end{array} = P \times \frac{V}{M_s}$$

P : 검량선에서 구한 폴리염화비페닐 동족체 농도(ng/mL)

V : 최종부피(mL)

Ms : 시료 채취량(g)

폴리염화비페닐 7종 농도(ng/g) = $\sum C_i$

Ci : i 동족체의 폴리염화비페닐의 농도 (i=PCB 28, 52, 101, 118,
138, 153, 180)

폴리염화비페닐농도(ng/g) = $\sum C_i \times 2$

25. 일반세균수

가. 표준평판법

표준한천배지에 검체를 혼합 응고시켜 배양 후 발생한 세균 집락수를 계수하여 검체 중의 생균수를 산출하는 방법이다.

1) 배지

미생물 시험을 위한 배지 조제 시 이미 상품화된 배지의 사용이 가능하며, 사용할 경우 각 제조사별 조제법을 따를 수 있다.

(1) 표준한천배지(Plate count Agar)

Tryptone	5.0 g
Yeast Extract	2.5 g
Dextrose	1.0 g
Agar	15.0 g

위 성분을 증류수 1,000 mL에 녹여 pH 7.0±0.2로 조정 한 후 121℃로 15분간 멸균한다.

2) 시험용액의 조제

(1) 채취한 검체는 희석액을 이용하여 필요에 따라 10배, 100배, 1,000배 등 단계별 희석용액을 만들어 사용할 수 있다.

(2) 희석액은 멸균생리식염수, 멸균인산완충액 등을 사용할 수 있다.

단, 별도의 시험용액 제조법이 제시되는 경우 그에 따른다.

(3) 실험을 실시하기 직전에 잘 균질화 하고 검사검체에 따라 다음과 같이 시험용액을 제조한다.

가) 액상검체 : 채취된 검체를 강하게 진탕하여 혼합한 것을 시험용액으로 한다.

나) 고체검체 : 채취된 검체의 일정량(10~25 g)을 멸균된 가위와 칼 등으로 잘게 자른 후 희석액을 가해 균질기를 이용해서 가능한 한 저온으로 균질화한다. 여기에 희석액을 가해서 일정액(100~250 mL)으로 한 것을 시험용액으로 한다. 단, 위생물수건은 한 장 전체를 검체로 하고, 일회용 면봉은 1 g 이상을 멸균된 가위와 칼 등으로 잘게 잘라 검체로 하여 검체 무게의 10배가 되도록 희석액을 가해 균질기를 이용해서 균질화한 액을 시험용액으로 한다.

3) 시험조작

시험용액 1 mL와 10배 단계 희석액 1 mL씩을 멸균 페트리접시 2매 이상씩에 무균적으로 취하여 약 43~45 °C로 유지한 표준한천배지 약 15 mL를 무균적으로 분주하고 페트리접시 뚜껑에 부착하지 않도록 주의하면서 조용히 회전하여 좌우로 기울이면서 검체와 배지를 잘 혼합하여 응고시킨다.

확산집락의 발생을 억제하기 위하여 다시 표준한천배지 3~5 mL를 가하여 중첩시킨다. 이 경우 검체를 취하여 배지를 가할 때까지의 시

간은 20분 이상 경과하여서는 아니 된다. 응고시킨 페트리접시는 뒤집어 $35\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 에서 48 ± 2 시간(시료에 따라서 $30\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 또는 $35\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 에서 72 ± 3 시간) 배양한다. 집락수의 계산은 확산집락이 없고 1개의 평판당 15~300개의 집락을 생성한 평판을 택하여 집락수를 계산하는 것을 원칙으로 한다. 시험용액을 가하지 아니한 동일 희석액 1 mL를 대조시험액으로 하여 시험조작의 무균여부를 확인한다.

4) 집락수 산정

배양 후 생성된 집락수를 신속히 계산한다. 부득이할 경우에는 $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 에 보존시켜 24시간 이내에 산정한다. 집락수의 계산은 확산집락이 없고 (전면의 1/2이하 일 때에는 지장이 없음) 1개의 평판 당 15~300개의 집락을 생성한 평판을 택하여 집락수를 계산하는 것을 원칙으로 한다. 전 평판에 300개 초과 집락이 발생한 경우 300에 가까운 평판에 대하여 밀집평판 측정법에 따라 계산한다. 전 평판에 15개 미만의 집락만을 얻었을 경우에는 가장 희석배수가 낮은 것을 측정한다.

5) 세균수의 기재보고

표준평판법에 있어서 검체 1 mL 중의 세균수를 기재 또는 보고할 경우에 그것이 어떤 제한된 것에서 발육한 집락을 측정한 수치인 것을 명확히 하기 위하여 1평판에 있어서의 집락수는 상당 희석배수로 곱하고 그 수치가 표준평판법에 있어서 1 mL 중(1 g 중)의 세균수 몇 개라고

기재보고하며 동시에 배양온도를 기록한다. 숫자는 높은 단위로부터 3단계에서 반올림하여 유효숫자를 2단계로 끊어 이하를 0으로 한다.

① 15 - 300 CFU/ plate인 경우

$$N = \frac{\Sigma C}{\{(1 \times n_1) + (0.1 \times n_2)\} \times (d)}$$

N = 검체 g 또는 mL 당 세균 집락수

ΣC = 모든 평판에 계산된 집락수의 합

n1 = 첫 번째 희석배수에서 계산된 평판수

n2 = 두 번째 희석배수에서 계산된 평판수

d = 첫 번째 희석배수에서 계산된 평판의 희석배수

구 분	희 석 배 수		CFU/g(mL)
	1 : 100	1 : 1,000	
집 락 수	232	33	24,000
	244	28	

$$N = \frac{(232 + 244 + 33 + 28)}{\{(1 \times 2) + (0.1 \times 2)\} \times 10^{-2}}$$

$$= 537 / 0.022 = 24,409 = 24,000$$

② 15 CFU / plate 미만인 경우

구 분	희 석 배 수		CFU/g(mL)
	1 : 10	1 : 100	
집 락 수	14	2	120
	10	1	

$$N = \frac{(14 + 10)}{(1 \times 2) \times 10^{-1}}$$

$$= 24 / 0.2 = 120$$

나. 건조필름법

1) 배지

미생물 시험을 위한 배지 조제 시 이미 상품화된 배지의 사용이 가능하며, 사용할 경우 각 제조사별 조제법을 따를 수 있다.

(1) 세균수 건조필름배지 I

Pancreatic Digest of Casein	3.4 g
Yeast Extract	2.4 g
Sodium Pyruvate	6.8 g
Dextrose	0.6 g
Dipotassium Phosphate	1.3 g
Monopotassium Phosphate	0.4 g
Guar Gum	91.4 g
2,3,5-Triphenyltetrazolium Chloride	0.0205 g

위 성분을 증류수 1,000 mL에 녹인 후 121 °C에서 15분간 멸균하여 건조필름을 제조한다.

(2) 세균수 건조필름배지 II

Peptone	5 g
Bonito meat extract(Erich meat extract)	1 g
Yeast extract	2.5 g
Glucose	1 g
Potassium hydrogen phosphate	0.8 g
2,3,5-triphenyl-2H-tetrazolium chloride	0.05 g

위 성분을 증류수 1,000 mL에 녹인 후 121 °C에서 15분간 멸균하여 건조필름을 제조한다.

2) 시험조작

상기 가. 표준평판법 2)에 따른 시험용액 1 mL와 각 10배 단계 희석액 1 mL를 상기 나. 건조필름법 1) (1) 세균수 건조필름배지 I 또는 (2) 세균수 건조필름배지 II에 각 2매 이상씩 접종한 후 잘 흡수시키고 35 ± 1 °C에서 48 ± 2 시간 배양한 후 생성된 붉은 집락수를 계산하고 그 평균집락수에 희석배수를 곱하여 일반세균수로 한다. 시험용액을 가하지 아니한 동일 희석액 1 mL를 대조시험액으로 하여 시험조작의 무균여부를 확인한다. 균수 산출 및 기재보고는 가. 표준평판법에 따라 한다.

26. 대장균

대장균은 한도시험으로 판정한다. 한도시험방법은 일정한 한도까지 균수를 정성적으로 측정하는 방법이다.

1) 배지

미생물 시험을 위한 배지 조제 시 이미 상품화된 배지의 사용이 가능하며, 사용할 경우 각 제조사별 조제법을 따를 수 있다.

(1) EC배지(EC broth)

Peptone	20.0 g
Lactose	5.0 g
Bile salt mixture	1.5 g
Dipotassium phosphate	4.0 g
Monopotassium phosphate	1.5 g
Sodium chloride	5.0 g

위 성분을 증류수 1,000 mL에 녹여 pH 6.9 ± 0.2 로 조정하여 시험관에 분주하여 발효관을 넣은 후 121 °C에서 15분간 멸균한다.

(2) EMB한천배지(Eosine Methylene Blue Agar)

Peptone	10.0 g
Lactose	5.0 g
Sucrose	5.0 g
Dipotassium phosphate	2.0 g
Eosin Y	0.4 g
Methylene Blue	0.065 g
Agar	13.5 g

위의 성분을 증류수 1,000 mL에 녹여 pH 6.8 ± 0.2 로 조정 한 후 121 °C에서 15분간 멸균한다.

(3) 보통한천배지(Nutrient Agar)

Peptone	5.0 g
Beef Extract	3.0 g
Agar	15.0 g

위의 성분을 증류수 1,000 mL에 녹여 pH 6.8 ± 0.2 로 조정 한 후 121°C에서 15분간 멸균한다.

2) 시험용액의 조제

25. 일반세균수 중 2) 시험용액의 조제에 따라 조제한 액을 시험용액으로 한다.

3) 시험조작

시험용액 1 mL씩을 3개의 EC배지에 접종하고 44 ± 1 °C에서 24 ± 2 시

간 배양한다. 이때 가스발생을 인정한 발효관은 추정시험 양성으로 하고 가스발생이 인정되지 않을 때에는 추정시험 음성으로 한다. 시험용액을 가하지 아니한 동일 회석액 1 mL를 대조시험액으로 하여 시험조작의 무균여부를 확인한다. 추정시험이 양성일 때에는 해당 EC발효관으로부터 EMB 한천배지에 접종하여 35 ~ 37℃에서 24±2 시간 배양한 후 전형적 집락을 보통한천배지에 접종하여 35 ~ 37℃에서 24±2시간 배양한다. 보통한천배지에서 배양된 집락을 취하여 그람염색을 실시하여 그람음성, 무아포성 간균을 확인한 후 생화학 시험을 실시하여 대장균 양성으로 판정한다.

27. 진균수

1) 배지

(1) 포테이토 덱스트로오즈 한천배지(Potato Dextrose Agar)

Potato Infusion	200.0 g
Dextrose	20.0 g
Agar	15.0 g

위의 성분을 증류수 1,000 mL에 녹여 pH 5.6 ± 0.2 로 조정 한 후 121 °C에서 15분간 멸균하여 식히고 멸균된 10% 주석산을 무균적으로 가하여 pH를 3.5 ± 0.1 로 맞춘다.

2) 시험조작

진균수(효모 및 사상균수)의 측정방법은 25. 일반세균수, 가. 표준평판법에 준하여 시험한다. 다만, 배지는 포테이토 덱스트로오즈 한천배지를 사용하여 25 °C에서 5~7일간 배양한 후 발생한 집락수를 계산하고 그 평균집락수에 희석배수를 곱하여 진균수로 한다.

28. 내용량 시험법

가. 용량표시제품

검체의 내용물을 메스실린더에 완전히 옮겨 측정한다. 다만, 점성 등이 있어 내용물을 완전히 옮기기 어려운 검체에 대해서는 내용물이 들어 있는 용기에 물을 적가하여 용기를 가득 채웠을 때의 양을 측정하고, 용기의 내용물을 제거하여 물 또는 적당한 용매로 용기의 내부를 깨끗이 씻어 말린 후 물을 적가하여 용기를 가득 채웠을 때의 양을 측정하여 전후의 용량차로 계산한다.(검체 3개를 가지고 시험하여 평균값을 내용량으로 한다)

나. 중량표시제품

내용물이 들어있는 용기 외면을 깨끗이 닦고 무게를 정밀히 측정 후, 내용물을 완전히 제거하고 물 또는 용매 등으로 용기의 내부를 깨끗이 씻어 말린 후 용기의 무게를 달아 전후의 무게차로 계산한다.(검체 3개를 가지고 시험하여 평균값을 내용량으로 한다)

다. 길이표시제품

검체를 넓은 검사장소에 변형되지 않도록 적당한 방법으로 펼친 후 제품의 길이를 전체 또는 분단하여 측정한다.(검체 3개를 가지고 시험하여 평균값을 내용량으로 한다) 검체를 분단하여 측정하고자 하는

경우 균등하게 분단해야 하며 분단 길이 측정값의 합을 전체 길이로 계산한다.

29. 색소

1) 시험조작

일정한 형태 및 질량을 가지고 1개 또는 1조의 상태로 사용되는 것은 1개 또는 1조를 취하여 검체로 한다.(박리지 제외) 검체를 10배량(질량)의 새로 끓여 식힌 물에 5분간 담그고 저어 섞어서 여과하고 여액을 시험용액으로 한다. 시험용액 5 mL를 취하여 안지름 15 mm의 시험관에 넣고 위에서 관찰할 때 거의 색깔이 나타나지 않아야 한다. 다만, 고분자쉬트(또는 고분자흡수제)를 함유한 제품에 대해서는 검체질량의 60배량의 새로 끓여 식힌 물을 사용하여 시험용액을 만들고 시험용액은 25 mL를 취한다.

30. 산 및 알칼리

1) 시험조작

‘29. 색소’ 시험에 따라 제조한 시험용액 5 mL에 페놀프탈레인시액 2방울을 넣을 때 액은 홍색을 나타내지 않아야 한다. 또 시험용액 5 mL에 메틸오렌지시액 1방울을 넣을 때 액은 적색을 나타내지 않아야 한다. 다만, 고분자췌트(또는 고분자흡수제)를 함유한 제품에 대해서는 시험용액 25 mL를 취한다.

31. 흡수량

1) 시험조작

‘29. 색소’ 검체 채취법에 따라 채취한 검체를 검체의 사용면을 위로 하여 미리 질량을 단 1,680 μm (10 mesh)인 금망위에 놓고 그 전면에 비커로 가만히 물을 부어 검체 전체에 완전히 흡수시키고 물이 넘쳐흐를 때까지 물을 추가한 다음 1분간 방치하고 흡수량을 측정한다.

32. 삼출

1) 시험조작

‘29. 색소’ 검체 채취법에 따라 채취한 검체를 유리판 위에 펴 놓은 종이 위에 사용면을 위로하여 놓고 그 중앙부에 0.2 % 콩고레드용액을 넣은 뷰렛의 끝을 가볍게 접촉시켜 1분간 1~2 mL의 속도로 1.5 mL를 떨어뜨린 다음 1분간 정지시키고 그 부분에 지름 50 mm, 질량 1 kg의 질량을 가할 때 콩고레드용액이 방수층을 뚫고 3분 내에 삼출되지 않아야 한다. 다만, 폭이 50 mm 이하인 제품은 지름 25 mm, 질량 250 g인 질량을 가하여 시험한다.

33. 강도

1) 시험조작

‘29. 색소’ 검체 채취법에 따라 채취한 검체를 장축방향의 거의 중앙 점에서 장축방향으로 같은 간격으로 양 끝의 간격이 50 mm되는 두 곳을 폭 100 mm 이상인 금속집게로 쪼고 장축방향으로 1 kg의 질량을 가할 때 1분 내에 끊어지지 않아야 한다. 다만, 검체가 짧아 위의 두 곳의 간격으로 할 수 없는 경우에는 검체의 장축 양끝을 집게로 쪼는다.

제6. 규제 의 재검토

「행정규제기본법」 제8조 및 「훈령·예규 등의 발령 및 관리에 관한 규정」(대통령훈령 제248호)에 따라 2018년 7월 1일을 기준으로 매 3년이 되는 시점(매 3년째의 6월 30일까지를 말한다)마다 그 타당성을 검토하여 개선 등의 조치를 하여야 한다.

【별표 1】 세척제에 사용할 수 있는 성분

순번	성분명(한글)	성분명(영문)	구분
1	1,3-이아미노메틸시클로헥산	1,3-bis(aminomethyl)cyclohexane	2, 3
2	1-히드록시에틸-1-벤질-2-운데실이미다졸리움 클로라이드	1-Hydroxyethyl-1-Benzyl-2-Undecyli midazolium Chloride	3
3	1-히드록시에틸리덴-1,1-디포스포린산	1-Hydroxy ethylidene-1,1-diphosphonic acid	2, 3
4	2,4,7,9-테트라메틸-5-데킨-4,7-디올	2,4,7,9-Tetra methyl-5-decyne-4,7-diol	3
5	2-디메틸아미노에틸 2-메틸-2-프로페노에이트 폴리머 (1,2-프로판디올 모노-2-프로페노에이트, 2-히드록시-1,2,3-프로판트리카 르복시레이트 포함)	2-(Dimethylamino)ethyl 2-methyl-2-propenoate polymer with 1,2-propanediol mono-2-propenoate, 2-hydroxy-1,2,3-propanetricarboxylate	2, 3
6	2-아미노-2-메틸-1-프로판올	2-Amino-2-methyl-1-propanol	2*, 3
7	2-포스포노-부탄-1,2,4-트리카르복실산	2-phosphono butane-1,2,4-tricarboxylic acid	3
8	개미산	Formic acid	1, 2, 3
9	과붕산나트륨	Sodium perborate	2*, 3
10	과산화수소	Hydrogen peroxide	3
11	과산화요소	Urea Peroxide	1, 2, 3
12	과탄산나트륨	Sodium percarbonate	2, 3
13	구연산	Citric acid	1, 2, 3
14	구연산나트륨	Sodium citrate	1, 2, 3
15	구연산나트륨이수화물	Sodium citrate, dihydrate	1, 2, 3
16	규산나트륨	Sodium silicate	1, 2, 3
17	규산마그네슘	Magnesium silicate	1, 2, 3
18	규산칼륨	Potassium silicate	1, 2, 3
19	글루코스 아미드	Glucose amide	2, 3
20	글루코헵토산나트륨	Sodium glucoheptonate	2, 3
21	글루콘산	Gluconic acid	1, 2, 3
22	글루콘산나트륨	Sodium gluconate	1, 2, 3

순번	성분명(한글)	성분명(영문)	구분
23	글리세린	Glycerin	1, 2, 3
24	글리세린 지방산 에스테르	Glycerin fatty acid ester	1, 2, 3
25	글리세릴폴리옥시에틸에테르	Glyceryl polyoxyethylether	2, 3
26	녹차추출물	Green Tea Ext.	1, 2, 3
27	니트릴로트리아세트산삼나트륨	Trisodium nitrilotriacetate	2*, 3
28	데나토늄벤조에이트	Denatoniumbenzoate	2,3
29	데카노인산	Decanoic acid	2, 3
30	데히드로초산나트륨	Sodium dehydroacetate	1, 2, 3
31	디메틸설폭시드	Dimethyl sulfoxide	2, 3
32	디메틸올-5,5-디메틸히단토인	Dimethylol-5,5-dimethylhydantoin	2, 3
33	디부틸 히드록시 톨루엔	2,6-di-t-butyl-4-methylphenol	1, 2, 3
34	디에탄올아민	Diethanolamine	2, 3
35	디에틸렌 글리콜 모노부틸 에테르	Diethylene glycol monobutyl ether	2, 3
36	디에틸렌삼아민오아세트산 오나트륨염	Penta sodium salt of Diethylene Triamine Penta Acetic Acid	2, 3
37	디에틸렌트리아민 펜타메틸렌포스포네이트	Diethylenetriamine pentamethylene phosphonate	1, 2, 3
38	디카르복실산	Dicarboxylic acid(C4-6)	1, 2, 3
39	디클로로이소시아눌산나트륨**	Sodium dichloroisocyanurate**	2, 3
40	디클로로이소시아눌산칼륨	Potassium dichloroisocyanurate	3
41	디클로로-s-트리아진트리온	Dichloro-s-triazinetriene	3
42	디클로산	Dichlosan	2, 3
43	디프로필렌 글리콜 메틸에테르	Dipropylene glycol methylether	2, 3
44	라우라미도프로필아민 옥시드	Lauramidopropylamine oxide	2, 3
45	라우릴 미리스틴모노에탄올아미드	Lauryl myristin monoethanolamide	2, 3
46	라우릴 에테르 에톡시 설페이트 나트륨	Sodium Lauryl Ether ethoxy sulfate	1, 2, 3
47	라우릴 에테르 황산나트륨	Sodium Lauryl Ether Sulfate	1, 2, 3
48	라우릴 염화 피코릴레움	Lauryl Picolineum Chloride	2, 3

순번	성분명(한글)	성분명(영문)	구분
49	라우릴 폴리글루코사이드	Lauryl Polyglucoside (Vegetable oil ext.)	1, 2, 3
50	라우릴 황산나트륨	Sodium lauryl sulfate	2, 3
51	리그노술폰산나트륨	Sodium lignosulfonate	3
52	말레인산	Maleic acid	1, 2, 3
53	말레인산아크릴산공중합체 나트륨염	Maleic acid, acrylic acid copolymer of sodium salt	2, 3
54	메타규산나트륨	Sodium metasilicate	1, 2, 3
55	메타중아황산나트륨	Sodium metabisulfite	1, 2, 3
56	메탄술폰산	Methanesulfonic acid	3
57	메틸글리신디초산나트륨	Sodium methylglycinediacetate	2, 3
58	메틸셀룰로오스	methylcellulose	1, 2, 3
59	메틸옥시란 중합체 옥시란 함유 모노헥실 에테르	Methyloxirane polymer with oxirane, monohexyl ether	3
60	메틸옥시레인 중합체함유 옥시레인 에테르 함유(1,2-에탄딜-디니트리로)테 트라커스(프로판올)	Methyloxirane polymer with oxirane, ether with(1,2-ethane diyldinitrilo)tetrakis(propanol)	2, 3
61	메틸파라벤	Methylparaben	1, 2, 3
62	모노과황산칼륨	Potassium monopersulfate	2, 3
63	모노디알킬인산에스테르	Mono-(di)alkyl phosphoric acid ester	2, 3
64	모노에탄올아민	Monoethanol amine	2, 3
65	무정형 착규산염	Amorphous complex silicate	2, 3
66	미리스틸디메틸아민옥사이드	Myristyldimethylamine oxide	1, 2, 3
67	벤조트리아졸	benzotriazol	2, 3
68	복숭아잎 추출물	Peach leaves fluid	2, 3
79	부톡시에톡시 초산나트륨	Sodium butoxyethoxy acetate	3
70	붕산	Boric acid	1, 2, 3
71	브로노폴	Bronopol	2, 3
72	산성피로인산나트륨	Disodium dihydrogen pyrophosphate	1, 2, 3
73	산화마그네슘	Magnesium oxide	1, 2, 3
74	살구추출물	Apricot HS ext.	1, 2, 3

순번	성분명(한글)	성분명(영문)	구분
75	설펜민산	Sulfamic acid	2, 3
76	소르빈산칼륨	Potassium sorbate	1, 2, 3
77	수산화나트륨	Sodium hydroxide	1, 2, 3
78	수산화칼륨	Potassium hydroxide	2, 3
79	수소첨가피마자유	PEG-40 Hydrogenated Castor Oil	2, 3
80	스티렌/아크릴 중합체	Styrene/Acrylates Copolymer	2, 3
81	스티렌/아크릴산 암모늄 공중합체	Styrene/Acrylic acid polymer, ammonium salt	2, 3
82	아민폴리글리콜콘덴세이트	Aminepolyglycol condensate	3
83	아밀라아제	Amylase	2, 3
84	안식향 추출물	Benzoin Extract	1, 2, 3
85	안식향산나트륨	Sodium benzoate	1, 2, 3
86	알로에 에센스	Aloe essence	1, 2, 3
87	알로에베라 젤	Aloe vera gel	1, 2, 3
88	알로에추출물	Aloe Ext.	1, 2, 3
89	알루미늄산 나트륨	Sodium aluminate	2, 3
90	알루미늄산실리콘	Silicone aluminate	2, 3
91	알카놀아민	Alkanol amine	2, 3
92	알칸술폰산나트륨	Sodium alkansulfonate	2, 3
93	알코올알콕시레이트	Alcohol alkoxyate	2, 3
94	알킬글루코시드	Alkyl glucoside	1, 2, 3
95	알킬벤젠설펜네이트	Alkylbenzene sulfonate	1, 2, 3
96	알킬(C12-C15)에테르 황산암모늄	Ammonium C12-15 pareth sulfate	2, 3
97	알킬폴리글루코시드	Alkylpolyglucoside	1, 2, 3
98	알킬 폴리에틸렌 글리콜 폴리옥시 프로필렌 글리콜 에테르	Alkyl polyethylene glycol polyoxypropylene glycol ether	2, 3
99	알킬(C12-C18)폴리에틸렌글리콜 (3EO-8EO)폴리프로필렌글리콜 (8PO)에테르	Alkyl(C12-C18) polyethyleneglycol(3EO-8EO) polypropyleneglycol(8PO)ether	2, 3
100	알킬디메틸 벤질염화암모늄**	Alkyl dimethyl benzyl ammonium	2, 3

순번	성분명(한글)	성분명(영문)	구분
		chloride**	
101	알킬디메틸베타인	Alkyl dimethyl betaine	2, 3
102	알킬디메틸아민옥사이드	Alkyl dimethyl amine oxide	1, 2, 3
103	알킬메틸에틸벤질염화암모늄	Alkylmethyl ethyl benzyl ammonium chloride	2, 3
104	알킬벤젠설포산	Alkylbenzene sulfonic acid	1, 2, 3
105	알킬에톡시나트륨	Sodium alkyl ethoxylate	2, 3
106	알킬폴리에틸렌 글리콜	Alkyl(C12-C18) polyethylene glycol	2, 3
107	알파 술포 메틸 코코넛 나트륨	Alpha Sulfo Methyl Coconut Sodium salt (Coconut Oil Ext.)	2, 3
108	암모니아수	Ammonium hydroxide	2, 3
109	에스테라아제	Esterase	2, 3
110	에탄올	Ethanol	1, 2, 3
111	에톡시레이티드 지방알콜	Ethoxylated Fatty Alcohol	2, 3
112	에틸렌글리콜	ethyleneglycol	2, 3
113	에틸렌글리콜모노부틸에테르	Ethylene glycol monobutyl ether	2, 3
114	염산	Hydrochloric Acid	2, 3
115	염화나트륨	Sodium chloride	1, 2, 3
116	염화디데실 디메틸암모늄	Didecyl dimethyl ammonium chloride	1, 2, 3
117	염화디알킬 디메틸 암모늄염	Dialkyl dimethyl ammonium chloride	2, 3
118	염화마그네슘	Magnesium chloride	1, 2, 3
119	염화아연	Zinc chloride	2, 3
120	염화암모늄	Ammonium chloride	1, 2, 3
121	염화칼슘	Calcium chloride	1, 2, 3
122	오이추출물	Cucumber Ext.	1, 2, 3
123	옥사반-A	Oxaban-A	2, 3
124	옥타노익산	Octanoic Acid	2, 3
125	옥탄설포산 나트륨	Sodium octane sulfonate	2, 3
126	옥탄포스포닉산	Octanephosphonic acid	2, 3
127	옥틸황산염나트륨	Sodium octyl sulfate	2, 3

순번	성분명(한글)	성분명(영문)	구분
128	올레인산	Oleic acid	1, 2, 3
129	요소	Urea	1, 2, 3
130	요오드	Iodine	2, 3
131	요오드칼륨	Potassium iodide	1, 2, 3
132	은	Silver	3
133	이디티에이 2나트륨	Ethylene diamine tetra acetic acid, disodium salt(EDTA-2Na)	1, 2, 3
134	이디티에이 3나트륨	Ethylenediamine tetra acetic acid, trisodium salt(EDTA-3Na)	1, 2, 3
135	이디티에이 4나트륨	Ethylene diamine tetra acetic acid, tetrasodium salt(EDTA-4Na)	1, 2, 3
136	이소프로필알콜	Isopropyl alcohol	2, 3
137	이차 알칸 술포네이트	Secondary alkane sulfonate	2, 3
138	인산 1-헥사데카놀	1-Hexadecanol phosphate	2, 3
139	인산아미노트리메틸렌	Aminotrimethylene phosphate	2, 3
140	인산에스테르	phosphoric acid ester	1, 2, 3
141	자당지방산에스테르	Sucrose fatty acid ester	1, 2, 3
142	제라니올	Geraniol(3,7-dimethyl-trans-2,6-octadien-1-ol)	1, 2, 3
143	제사 코코 알킬아민 에톡실레이트	Quaternary coco alkylamine ethoxylate	3
144	제삼인산나트륨	Sodium phosphate, tribasic	1, 2, 3
145	제이인산나트륨	Sodium Phosphate,Dibasic	1, 2, 3
146	제일인산나트륨	Sodium Phosphate, monobasic	1, 2, 3
147	중규산나트륨	Sodium disilicate	2, 3
148	지방산 탈로우	Tallow fatty acid	1, 2, 3
149	3,5,5-트리메틸헥사놀산	3,5,5-Trimethylhexanoic acid	3
150	지방산코코넛	Coconut fatty acid	1, 2, 3
151	지방산폴리글리세롤에테르	Polyglycerol fatty acid ether	2, 3
152	질산	Nitric acid	3
153	차아염소산나트륨	Sodium hypochlorite	2, 3

순번	성분명(한글)	성분명(영문)	구분
154	차아염소산칼슘	Calcium hypochlorite	3
155	초산	Acetic acid	1, 2, 3
156	초산나트륨	Sodium acetate	1, 2, 3
157	카라멜	Caramel	1, 2, 3
158	카르복시 메틸셀룰로오스나트륨	Sodium carboxy methylcellulose	1, 2, 3
159	카르복실산 나트륨	Sodium carboxylate	2, 3
160	카보닐히드롤라아제	Carbonyl hydrolases	2, 3
161	칼슘디소듐 에틸렌 디아민테트라 아세테이트	Calcium disodium ethylene diaminetetra acetate	2, 3
162	코코넛 디에탄올아미드	Coconut fatty acid diethanolamide	1, 2, 3
163	코코넛아미도 프로필 베타인	Cocoamidopropyl betaine	1, 2, 3
164	코코아모카르복시 글리시네이트	Cocoamphocarboxy glycinate	3
165	코크아미도 프로필아민 산화물	Cocamidopropyl amine oxide	3
166	코크아미드 디에탄올아민	Cocamide diethanolamine	2, 3
167	퀴놀린 옐로우	Quinolin Yellow	2, 3
168	큐멘설포산 나트륨	Sodium cumene sulfonate	2, 3
169	큐멘설포산 지방알콜	Cumen sulfonate fatty alcohol	2, 3
170	클로로헥시딘 디글루콘산염	Chlorohexidine digluconate	3
171	키실렌설포산나트륨	Sodium xylene sulfonate	2, 3
172	키실렌설포산칼슘	Calcium xylene sulfonate	2, 3
173	탄산나트륨	Sodium carbonate	1, 2, 3
174	탄산수소나트륨	Sodium hydrogen carbonate, sodium bicarbonate	1, 2, 3
175	탄산칼륨	Potassium carbonate	1, 2, 3
176	테트라아세틸에틸렌디아민	Tetraacetylene diamine(TAED)	2*, 3
177	톨루엔 술포산	toluene sulfonic acid	2, 3
178	톨루엔 술포산 나트륨	Sodium toluene sulfonate	2, 3
179	톨루엔 술포산 칼륨	Potassium toluene sulfonate	2, 3
180	트리에탄올아민	Triethanol amine	2, 3
181	트리에틸렌글리콜	Triethylene glycol	2, 3

순번	성분명(한글)	성분명(영문)	구분
182	트리클로산	Triclosan	2, 3
183	트리클로카반	Triclocarban	2, 3
184	삼인산나트륨	Sodium triphosphate	1, 2, 3
185	트리폴리인산나트륨	Sodium tripolyphosphate	1, 2, 3
186	파라옥시안식향산 부틸	Butyl-p-hydroxybenzoate	1, 2, 3
187	파라옥시안식향산 에틸	Ethyl-p-hydroxybenzoate	1, 2, 3
188	파라옥시안식향산 이소부틸	Isobutyl-p-hydroxybenzoate	1, 2, 3
189	파라옥시안식향산 이소프로필	Isopropyl-p-hydroxybenzoate	1, 2, 3
190	파라핀 오일	Paraffine oil	1, 2, 3
191	파라핀 왁스	paraffin wax	1, 2, 3
192	파인오일	Pine oil	1, 2, 3
193	패각소성칼슘		1, 2, 3
194	페이턴트블루 V	Patent blue V	2, 3
195	펜타소디움디에틸렌트리아민 펜타아세테이트	Pentasodium diethylenetriaminepentaacetate	2, 3
196	펜타아민아세토코발트 질산염	Penta Amine Acetato Cobalt III Nitrate	3
197	포스피노폴리카르복실산	Phosphino polycarboxylic acid	2 ,3
198	폴리디메틸실록산	Polydimethyl siloxane	2, 3
199	폴리디메틸아미노에틸메타크릴레 이트	Polydimethyl amino ethyl methacrylate	2, 3
200	폴리소르베이트 20	Polyoxyethylene(20) sorbitan monolaurate	1, 2, 3
201	폴리소르베이트 80	Polyoxyethylene(80) sorbitan monooleate	1, 2, 3
202	폴리아크릴/이타코닉 코폴리머	Polyacryl/itaconic copolymer	2, 3
203	폴리아크릴산	Polyacrylic acid	2, 3
204	폴리아크릴산나트륨	Sodium polyacrylate	2, 3
205	폴리알킬렌 글리콜 에테르	Polyalkylene glycol ether	2, 3
206	폴리에톡시 폴리프로폭시 알터네이팅 콘덴세이트	Polyethoxy polypropoxy alternating condensate	2, 3
207	폴리에톡시 폴리프로폭시	Polyethoxy polypropoxy alternating	2, 3

순번	성분명(한글)	성분명(영문)	구분
	알터네이팅 콘덴세이트 벤질레이트	condensate benzylate	
208	폴리에틸렌 글리콜	Polyethylene glycol	1, 2, 3
209	폴리에틸렌폴리프로필렌 공중합물	Polyethylene polypropylene block copolymer	1, 2, 3
210	폴리옥시알킬렌알킬에테르	Polyoxyalkylene alkyl ether	2, 3
211	폴리옥시에틸렌 올레일에테르	Polyoxyethylene oleyl ether	2, 3
212	폴리옥시에틸렌알킬에테르	Polyoxyethylene alkyl ether	2, 3
213	폴리프로필렌글리콜	Polypropylene glycol	2, 3
214	표백분	Bleaching powder	3
215	프로테아제	Protease	2, 3
216	프로필렌 글리콜	Propylene glycol	1, 2, 3
217	프로필렌글리콜 1-메틸에테르	Propylene glycol 1-methyl ether	2, 3
218	피로인산칼륨	Potassium pyrophosphate	1, 2, 3
219	피마자유	Castor oil	1, 2, 3
220	헥사메타인산나트륨	Sodium hexametaphosphate	1, 2, 3
221	황산	sulfuric acid	2, 3
222	황산나트륨	Sodium Sulfate	2, 3
223	황산마그네슘	Magnesium sulfate	2, 3
224	황삼산화물	Sulfur trioxide	2, 3
225	히드록시에틸셀룰로오스	Hydroxy ethylcellulose	2, 3
226	C12-14선형 글루코스아미드	C12-14 Linear glucose amide	2, 3
227	C12-15-옥소알콜에톡시레이티드 프로폭시레이티드	C12-15-Oxoalcohol ethoxylate propoxylate	2, 3
228	D-글루코스데실옥틸에테르	D-glucose decyloctyl ether	1, 2, 3
229	PCA나트륨	Sodium PCA	2, 3
230	α -라우릴-오메가-하이드록시폴리 (옥시에틸렌)	α -Lauryl-omega-hydroxypoly(oxyethylene)	1, 2, 3
231	α -올레핀설포산나트륨	α -olefin sulfonate(AOS)	1, 2, 3

순번	성분명(한글)	성분명(영문)	구분
232	알카린 프로테아제	Alkaline Protease	2, 3
<색 소>			
1	식용색소 녹색 제3호	Fast green FCF	1, 2, 3
2	녹색 201호	Alizarine Cyanine Green F	2, 3
3	녹색 202호	Quinizarine green SS	2, 3
4	녹색 204호	Pyranine Conc	2, 3
5	녹색 2호	Light green SF yellowish	2, 3
6	녹색 401호	Naphthol green B	2, 3
7	녹색 402호	Guinea green B	2, 3
8	식용색소 적색 제2호	Amaranth	1, 2, 3
9	식용색소 적색 제40호	Alura red(Food Red 40)	1, 2, 3
10	식용색소 적색 제102호	New Coccin(or Ponceau 4R)	1, 2, 3
11	적색 103호의 (1)	Eosine YS	2, 3
12	적색 104호의 (1)	Phloxine B	2, 3
13	적색 104호의 (2)	Phloxine BK	2, 3
14	적색 105호의 (1)	Rose bengal	2, 3
15	적색 105호의 (2)	Rose bengal K	2, 3
16	적색 106호	Acid Red	2, 3
17	적색 201호	Lithol Rubine B	2, 3
18	적색 202호	Lithol Rubine BCA	2, 3
19	적색 203호	Lake red C	2, 3
20	적색 204호	Lake red CBA	2, 3
21	적색 205호	Lithol red	2, 3
22	적색 206호	Lithol red CA	2, 3
23	적색 207호	Lithol red BA	2, 3
24	적색 208호	Lithol red SR	2, 3
25	적색 213호	Rhodamine B	2, 3
26	적색 214호	Rhodamine B Acetate	2, 3
27	적색 215호	Rhodamine B Stearate	2, 3

순번	성분명(한글)	성분명(영문)	구분
28	적색 218호	Tetrachlorotetrabromofluorescein	2, 3
29	적색 219호	Brilliant lake red R	2, 3
30	적색 220호	Deep Maroon	2, 3
31	적색 221호	Toluidine red	2, 3
32	적색 223호	Tetrabromofluorescein	2, 3
33	적색 225호	Sudan III	2, 3
34	적색 226호	Helindon Pink CN	2, 3
35	적색 227호	Fast Acid magenta	2, 3
36	적색 228호	Permaton red	2, 3
37	적색 230호의 (2)	Eosine SK	2, 3
38	적색 401호	Violamine R	2, 3
39	적색 404호	Brilliant fast scarlet	2, 3
40	적색 405호	Parmanent red F5R	2, 3
41	적색 503호	Ponceau R	2, 3
42	적색 504호	Ponceau SX	2, 3
43	적색 506호	Fast red S	2, 3
44	식용색소청색 제1호	Brilliant blue FCF	1, 2, 3
45	식용색소 청색 제2호	Indigocarmine	1, 2, 3
46	청색 201호	Indigo	2, 3
47	청색 202호	Patent blue NA	2, 3
48	청색 203호	Patent blue CA	2, 3
49	청색 204호	Carbanthrene blue	2, 3
50	청색 205호	Alphazurine FG	2, 3
51	청색 403호	Sudan blue B	2, 3
52	청색 404호	Phthalocyanine blue	2, 3
53	식용색소 황색4호	Tartrazine	1, 2, 3
54	식용색소 황색5호	Sunset yellow FCF	1, 2, 3
55	황색 201호	Fluorescein	2, 3
56	황색 202호의 (1)	Uranine	2, 3

순번	성분명(한글)	성분명(영문)	구분
57	황색 202호의 (2)	Uranine K	2, 3
58	황색 203호	Quinoline yellow WS	2, 3
59	황색 204호	Quinoline yellow SS	2, 3
60	황색 205호	Benzidine yellow G	2, 3
61	황색 401호	Hanza yellow	2, 3
62	황색 403호의 (1)	Naphthol yellow S	2, 3
63	황색 407호	Fast Light yellow 3G	2, 3
64	등색 201호	Dibromofluorescein	2, 3
65	등색 203호	Permanent orange	2, 3
66	등색 204호	Benzidine orange G	2, 3
67	등색 205호	Orange II	2, 3
68	등색 206호	Diiodofluorescein	2, 3
69	등색 207호	Erythrosine yellowish NA	2, 3
70	등색 402호	Orange I	2, 3
71	자색 201호	Alizurine purple SS	2, 3
72	자색 401호	Alizurol purple	2, 3
73	갈색 201호	Resorcin Brown	2, 3
74	흑색 401호	Naphthol blue black	2, 3
<향 료>			
1	구연산 향료	Citrus fragrance	1, 2, 3
2	레몬향	Perfume, Lemon flavor	1, 2, 3
3	사과향	Apple fragrance	1, 2, 3
4	스위트 오렌지 오일	Sweet orange oil	1, 2, 3
5	시트랄	Citral (3,7-dimethyl-2,6-octadienal)	2, 3
6	오렌지엠텐스(오렌지향)	Orange essence (Orange fragrance)	1, 2, 3
7	천연레몬오일	Natural lemon oil	1, 2, 3
8	텐시드향	Tensid flavor	2, 3
9	L-멘톨	L-menthol	1, 2, 3

※ 1: 과일·채소용 세척제, 2: 식품용 기구·용기용 세척제, 3: 식품 제조·

가공장치용 세척제

* 자동식기세척기용 및 세척과정 중 손에 직접 닿지 않는 곳에 사용하는 세척제에 한함

** 분사형 제품에는 사용금지

【별표 2】 행굼보조제에 사용할 수 있는 성분

순번	성분명(한글)	성분명(영문)	사용농도
1	구연산	Citric acid	농도제한 없음
2	D-글루콘산나트륨	D-Gluconic acid,monosodium salt	760 ppm 이하
3	글루타르알데히드	Glutaraldehyde	0.3 ppm이하
4	α-라우로일-ω-하이드록시 폴리(옥시에틸렌)	α-Lauroyl-ω-hydroxypoly(oxyethylene) with an average of 8-9 moles ethylene oxide, average molecular weight(in amu), 400	농도제한 없음
5	2-메틸-2,4-펜탄디올	2,4-Pentanediol, 2-methyl-	농도제한 없음
6	2-부톡시-에탄올	2-butoxy-ethanol	농도제한 없음
7	붕산나트륨	Boric acid, sodium salt	농도제한 없음
8	알킬(C ₁₂₋₁₅)폴리에틸렌글리콜	Linear alcohol 12-13mole ethoxylate (Alkyl(C ₁₂₋₁₅)polyethyleneglycol)	7.14 ppm
9	α-알킬(C _{11-C15})-ω-하이드록시폴리 (옥시에틸렌)	α-Alkyl(C _{11-C15})-ω-hydroxypoly (oxyethylene) with ethylene oxide content 9 to 13moles, 18moles	농도제한 없음
10	α-알킬(C _{10-C14})-ω-하이드록시폴리(옥시에틸렌)폴리(옥시프로필렌)	α-Alkyl(C _{10-C14})-ω-hydroxypoly(oxyethylene) poly(oxypropylene)	농도제한 없음
11	α-알킬(C _{12-C15})-ω-하이드록시폴리 (옥시에틸렌)폴리(옥시프로필렌)	α-Alkyl(C _{12-C15})-ω-hydroxypoly(oxyethylene) polyoxypropylene, average molecular weight(in amu), 965	농도제한 없음
12	α-알킬(C _{12-C18})-ω-하이드록시폴리(옥시에틸렌)폴리(옥시프로필렌)	α-Alkyl(C _{12-C18})-ω-hydroxypoly (oxyethylene) poly(oxypropylene)	농도제한 없음
13	에탄올	Ethanol	농도제한 없음
14	2-(2-에톡시에톡시)에탄올	Ethanol, 2-(2-ethoxyethoxy)-	농도제한 없음
15	에틸렌디아민테트라아세트산, 사나트륨	Ethylenediaminetetraacetic acid(EDTA), tetrasodium salt	농도제한 없음
16	에틸렌디아민테트라아세트산, 이나트륨	Ethylenediaminetetraacetic acid(EDTA), disodium salt	1,400 ppm 이하

순번	성분명(한글)	성분명(영문)	사용농도
17	(에틸렌-프로필렌)폴리알킬렌글리콜	Alkyl(C ₁₂ -C ₁₅) monoether of mixed(ethylene-propylene) polyalkylene glycol, cloud point of 70-77 °C in 1%aqueous solution, average molecular weight(in amu), 807	농도제한 없음
18	(에틸렌-프로필렌)폴리알킬렌글리콜부톡시모노에테르	Butoxy monoether of mixed (ethylene-propylene)polyalkylene glycol, cloudpoint of 90-100 °C in 0.5 aqueous solution, average molecular weight (in amu), 3,300	농도제한 없음
19	옥시에틸렌옥시프로필렌공중합체	Oxirane, methyl-, polymer with oxirane, block, average molecular weight (in amu), 1,900	농도제한 없음
20	옥시에틸렌옥시프로필렌공중합체	Oxirane, methyl-, polymer with oxirane, block, minimum average molecular weight (in amu), 2,000	농도제한 없음
21	옥시에틸렌옥시프로필렌공중합체	Oxirane, methyl-, polymer with oxirane, block, 27 to 31 moles of polyoxypropylene, average molecular weight(in amu), 2,000	농도제한 없음
22	옥타데칸산칼슘	Octadecanoic acid, calcium salt (Calcium stearate)	16 ppm 이하
23	옥탄산	Octanoic acid	52 ppm 이하
24	1-옥탄설폰산나트륨	1-Octanesulfonic acid, sodium salt	46 ppm 이하
25	옥틸황산염나트륨	Sodium 2-ethylhexyl sulfate(Octyl sodium sulfate)	20 ppm 이하
26	요소	Urea	농도제한 없음
27	인산	Phosphoric acid	농도제한 없음
28	인산나트륨	Phosphoric acid, monosodium salt	350 ppm 이하
29	인산삼나트륨	Phosphoric acid, trisodium salt	5,916 ppm 이하

순번	성분명(한글)	성분명(영문)	사용농도
30	젖산	Lactic acid	138 ppm 이하
31	초산	Acetic acid	290 ppm 이하
32	코코지방산칼륨	Fatty acids, coco, potassium salts	농도제한 없음
33	큐멘설포산나트륨	Cumene sulfonate, sodium salt	40 ppm 이하
34	n-클로로-4-메틸벤젠설포아미드나트륨	Benzene sulfonamide, n-chloro-4-methyl, sodium salt	농도제한 없음
35	키실렌설포산나트륨	Xylene sulfonate, sodium salt	40 ppm 이하
36	톨루엔설포산나트륨	Tolune sulfonate, sodium salt	40 ppm 이하
37	톨루엔설포산칼륨	Tolune sulfonate, potassium salt	40 ppm 이하
38	α,α -트리메틸-3-시클로헥산-1-메탄올	3-Cyclohexene-1-methanol, $\alpha,\alpha,4$ -trimethyl-	농도제한 없음
39	폴리실록산베타인	Polybetaine polysiloxane copolymer	2.14 ppm
40	폴리알킬렌글리콜(에틸렌-프로필렌)부톡시모노에테르	Butoxy monoether of mixed (ethylene-propylene)polyalkylene glycol, minimum average molecular weight(in amu), 2,400	농도제한 없음
41	폴리에틸렌 글리콜(400) 모노라우레이트	Polyethylene glycol(400) monolaurate	농도제한 없음
42	폴리에틸렌 글리콜 폴리프로필렌글리콜, 모노부틸에테르	Polyethylene glycol polypro-pylene glycol, monobutyl ether, (MW 2400-3500)	농도제한 없음
43	폴리에틸렌 글리콜/폴리프로필렌 글리콜 n-알킬 에테르, C_{12} - C_{15}	PEG/PPG n-alkyl ether, C_{12} - C_{15}	농도제한 없음
44	폴리(옥시-1,2-에탄디일), α -[(1,1,3,3-테트라메틸부틸), 페닐]- ω -하이드록시, 페놀 1분자와 4-14분자의 에틸렌옥사이드의 반응물)	Poly(oxy-1,2-ethanediyl), α -[(1,1,3,3- tetra methylbutyl)phenyl]- ω -hydroxy-, produced with one mole of the phenol and 4 to 14 moles ethylene oxide	농도제한 없음

순번	성분명(한글)	성분명(영문)	사용농도
45	폴리(옥시에틸렌)(1분자) α-알킬(C ₁₂ -C ₁₅)-ω-하이드 록시폴리(옥시에틸렌)황산 나트륨	Sodium-α-alkyl(C ₁₂ -C ₁₅)-ω-hydrox y poly(oxyethylene) sulfate with the poly(oxyethylene) c ontent averaging one mole	농도제한 없음
46	폴리옥시에틸렌폴리옥시 프로필렌 공중합체	Oxirane, methyl-, polymer with oxirane, minimum molecular weight(in amu), 1,900	112 ppm
47	폴리옥시에틸렌폴리옥시 프로필렌 폴리머	Polyoxyethylenepolyoxypropylen e block polymer(MW 2,800)	농도제한 없음

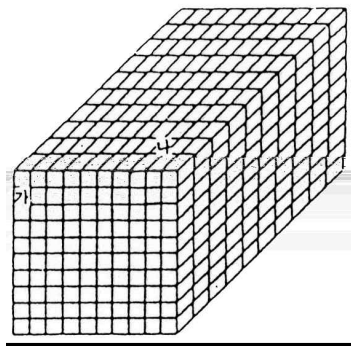
【별표 3】 난수표

	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 네 번째 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, 1

로 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.

【별표 4】 검체채취내역서

① 검 사 의 퇴 번 호		② 제 품 명	
		③ 제 조 번 호 또 는 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 ①인
		⑪ 인 수 자	소속 :
			성명 ①인
※ 기타 정밀검사시 참고할 사항			

【별표 5】 식별표

검 체 채취 식별표

①채취일자	년 월 일	②채취량	() mL () kg () 개 () 기타
③채취목적	○ ○ ○	④채취자	○ ○ ○

OO지방식품의약품안전청

부칙<제2018-19호, 2018.3.21>

제1조(시행일) 이 고시는 2018년 4월 19일부터 시행한다.

제2조(적용례) 이 고시는 이 고시 시행 이후 제조·가공·소분·수입(선적일을 기준으로 한다.)·위생처리 되는 위생용품부터 적용한다.

제3조(경과조치) ① 이 고시 시행 당시 종전의 규정에 따라 검사가 진행 중인 사항에 대하여는 종전의 규정에 따른다.

② 이 고시 시행 당시 종전의 규정에 따라 기준 및 규격이 적합한 위생용품은 이 고시에 따라 기준 및 규격이 적합한 위생용품으로 본다.

제4조(다른 고시의 폐지) ① 이 고시 시행 당시 법률 제5839호 공중위생관리법 부칙 제3조에 따라 적용되는 종전의 「공중위생법」(법률 제5839호로 폐지되기 전의 것을 말한다) 제15조제1항에 따른 「위생용품의 규격 및 기준」(보건복지부 고시 제2017-199호, 2017.11.1.)과 같은 법 제12조제1항 및 같은 법 시행규칙 제14조제2항에 따른 「위생처리업의 위생관리기준」(보건복지부 고시 제2014-201호, 2014.11.19.)은 폐지한다.

② 이 고시 시행 당시 「전기용품 및 생활용품 안전관리법」 제15조제3항 및 같은 법 시행규칙 제3조제4항에 따른 「안전확인대상생활용품의 안전기준」(국가기술표준원 고시 제2017-335호, 2017.8.29.) 중 “일회용 기저귀(부속서 41)”와 같은 법 제23조제3항 및 같은 법 시행규칙 제3조제6항에 따른 「공급자적합성확인대상생활용품의 안전

기준」(국가기술표준원 고시 제2017-336호, 2017.8.29.) 중 “화장지(부속서 7), 면봉(부속서 13)”을 삭제한다.

③ 이 고시 시행 당시 「어린이제품 안전 특별법」 제22조제2항에 따른 「안전확인대상 어린이제품의 안전기준」(산업통상자원부 고시 제2017-16호, 2017.1.31.) 중 “부속서 10(어린이용 일회용기저귀)”와 같은 법 제25조제2항에 따른 「개별안전기준이 있는 공급자적합성확인 대상 어린이제품의 안전기준」(산업통상자원부 고시 제2017-107호, 2017.7.21.) 중 “부속서 2(어린이용 면봉)”을 삭제한다.

부칙<제2018-80호, 2018.10.30.>

제1조(시행일) 이 고시는 고시한 날부터 시행한다.

제2조(적용례) 이 고시는 이 고시 시행 이후 제조·가공·소분·수입(선적일을 기준으로 한다.)되는 위생용품부터 적용한다.

부칙 <제2019-115호, 2019.11.28.>

제1조(시행일) 이 고시는 고시한 날부터 시행한다.

제2조(적용례) 이 고시는 이 고시 시행 이후 최초로 제조·가공·소분·위생처리 또는 수입(선적일 기준)한 위생용품부터 적용한다.

제3조(검사중인 사항에 관한 경과조치) 이 고시 시행 당시 종전의 고시에 따라 검사가 진행 중인 사항에 대하여는 종전의 규정에 따른

다.

제4조(이미 제조된 위생용품에 관한 경과조치) 이 고시 시행 당시 종전의 규정에 따라 이미 제조·가공·소분·위생처리·판매·수입(선적일 기준)한 위생용품은 이 고시 시행 이후에도(유통기한이 있는 경우에는 그 유통기한까지 한함) 판매할 수 있다.

부칙 <제2021-112호, 2021.12.23.>

제1조(시행일) ① 이 고시는 고시한 날부터 시행한다.

② 제1조제1항에도 불구하고 제1. 3. 24), 제3. 1. 2), 제3. 1. 3) (1), (2) 및 (4), 제3. 1. 4)의 구분 중 “과일·채소용 세척제, 식품용 기구·용기용 세척제, 식품 제조·가공장치용세척제” 유형명칭, 제3. 1. 5), 제3. 3. 1), 제3. 15. 3) (1)~(3), 제3. 15. 4) (11), 제3. 15. 5) (8), 제5. 18. 5), 제5. 21. 5), [별표 1] 하단 중 “* 1 : 과일·채소용 세척제, 2 : 식품용 기구·용기용 세척제, 3 : 식품 제조·가공장치용 세척제”의 개정 규정 및 부칙 제5조는 2023년 7월 1일부터 시행한다.

제2조(적용례) ① 이 고시는 이 고시 시행 이후 최초로 제조·가공·소분·위생처리 또는 수입(선적일 기준)한 위생용품부터 적용한다.

② 제2조제1항에도 불구하고 제1. 3. 24), 제3. 1. 2), 제3. 1. 3) (1), (2) 및 (4), 제3. 1. 4)의 구분 중 “과일·채소용 세척제, 식품용 기구·용기용 세척제, 식품 제조·가공장치용세척제” 유형명칭, 제3.

3. 1), 제3. 15. 3) (1)~(3), 제3. 15. 4) (11), 제3. 15. 5) (8), 제5. 18. 5), 제5. 21. 5), [별표 1] 하단 중 “* 1 : 과일·채소용 세척제, 2 : 식품용 기구·용기용 세척제, 3 : 식품 제조·가공장치용 세척제”의 개정 규정은 고시 시행 전 제조·가공·소분·위생처리 또는 수입(선적일 기준)된 위생용품이 이 고시를 적용받고자 하는 경우 개정 규정을 미리 적용할 수 있다.

제3조(검사 중인 사항에 관한 경과조치) 이 고시 시행 당시 종전의 고시에 따라 검사가 진행 중인 사항에 대하여는 종전의 규정에 따른다.

제4조(이미 제조된 위생용품에 관한 경과조치) 이 고시 시행 당시 종전의 규정에 따라 이미 제조·가공·소분·위생처리·판매·수입(선적일 기준)한 위생용품은 이 고시 시행 이후에도(유통기한이 있는 경우에는 그 유통기한까지 한함) 판매할 수 있다.

제5조(다른 고시의 개정) ① 「위생용품의 표시기준」을 다음과 같이 개정한다.

Ⅲ. 제1호사목 중 “1종 세척제, 2종 세척제, 3종 세척제”를 “과일·채소용 세척제, 식품용 기구·용기용 세척제, 식품 제조·가공장치용 세척제”로 한다.

Ⅲ. 제1호자목 및 차목을 다음과 같이 한다.

자. 사용기준

1) 과일·채소용 세척제의 경우 세척제의 용액에 과일 혹은 채소를 5분

이상 담가서는 아니된다.

- 2) 과일·채소용 세척제의 경우 세척제의 용액으로 과일, 채소, 음식기 또는 조리기구 등을 씻은 후에는 반드시 음용에 적합한 물로 씻어야 한다. 이 때 흐르는 물을 사용할 때에는 과일 혹은 채소를 30초 이상, 식기류는 5초 이상 씻고 흐르지 않는 물을 사용할 때는 물을 교환하여 2회 이상 씻어야 한다.
- 3) 식품용 기구·용기용, 식품 제조·가공장치용 세척제에 사용한 후에는 음식기, 조리기구 등에 세척제가 잔류하지 않도록 음용에 적합한 물로 씻어야 한다.
- 4) 식품용 기구·용기용, 식품 제조·가공장치용 세척제를 사용하는 경우에는 용도 이외로 사용하거나 규정 사용량 이상을 사용하여서는 아니된다.
- 5) 과일·채소용 세척제는 식품용 기구·용기용 또는 식품 제조·가공장치용 세척제, 식품용 기구·용기용 세척제는 식품 제조·가공장치용 세척제의 목적으로 사용할 수 있으나, 식품 제조·가공장치용 세척제는 과일·채소용 또는 식품용 기구·용기용 세척제, 식품용 기구·용기용 세척제는 과일·채소용 세척제의 목적으로 사용하여서는 아니된다.

차. 사용방법

- 제품별 표준사용농도와 사용방법을 표시

② 「위생용품의 자가품질검사 항목 및 세부 사항 지정」을 다음과

같이 개정한다.

별표 중 “1종 세척제”, “2종 세척제”, “3종 세척제”를 각각 “과일·채소용 세척제”, “식품용 기구·용기용 세척제”, “식품 제조·가공·장치용 세척제”로 한다.

부칙 <제2022-50호, 2022. 07. 21>

제1조(시행일) 이 고시는 고시 후 6개월이 경과한 날부터 시행한다.

제2조(적용례) 이 고시는 이 고시 시행 이후 최초로 제조·가공·소분·위생처리 또는 수입(선적일 기준)한 위생용품부터 적용한다.

제3조(검사 중인 사항에 관한 경과조치) 이 고시 시행 당시 종전의 고시에 따라 검사가 진행 중인 사항에 대하여는 종전의 규정에 따른다.

제4조(이미 제조된 위생용품에 관한 경과조치) 이 고시 시행 당시 종전의 규정에 따라 이미 제조·가공·소분·위생처리·판매·수입(선적일 기준)한 위생용품은 이 고시 시행 이후에도(유통기한이 있는 경우에는 그 유통기한까지 한함) 판매할 수 있다.

부칙 <제2022-67호, 2022. 09. 08.>

제1조(시행일) ① 이 고시는 고시한 날부터 시행한다.

② 제1조제1항에도 불구하고 제3. 1. 4) 표 하단 중 ②는 2023년 7월

1일부터 시행한다.

제2조(적용례) ① 이 고시는 이 고시 시행 이후 최초로 제조·가공·소분·위생처리 또는 수입(선적일 기준)한 위생용품부터 적용한다.

② 제1항에도 불구하고 이 고시 시행 전에 제3. 1. 4) 표 하단 중 ②의 개정규정에 대하여 이 고시를 적용받고자 하는 경우 개정규정을 미리 적용받을 수 있다.

제3조(검사 중인 사항에 관한 경과조치) 이 고시 시행 당시 종전의 고시에 따라 검사가 진행 중인 사항에 대하여는 종전의 규정에 따른다.

제4조(이미 제조된 위생용품에 관한 경과조치) 이 고시 시행 당시 종전의 규정에 따라 이미 제조·가공·소분·위생처리·판매·수입(선적일 기준)한 위생용품은 이 고시 시행 이후에도(유통기한이 있는 경우에는 그 유통기한까지 한함) 판매할 수 있다.

부칙<제2023-66호, 2023. 10. 10>

제1조(시행일) 이 고시는 고시 후 6개월이 경과한 날부터 시행한다.
다만, 제3. 1. 4)의 개정 규정은 고시한 날부터 시행한다.

제2조(적용례) 이 고시는 이 고시 시행 이후 최초로 제조·가공·소분·위생처리 또는 수입(선적일 기준)한 위생용품부터 적용한다.

제3조(검사 중인 사항에 관한 경과조치) 이 고시 시행 당시 종전의 고

시에 따라 검사가 진행 중인 사항에 대하여는 종전의 규정에 따른다.

제4조(이미 제조된 위생용품에 관한 경과조치) 이 고시 시행 당시 종전의 규정에 따라 이미 제조·가공·소분·위생처리·판매·수입(선적일 기준)한 위생용품은 이 고시 시행 이후에도(유통기한이 있는 경우에는 그 유통기한까지 한함) 판매할 수 있다.