

크릴유 중 잔류용제 5종 시험법

□ 헤드스페이스/기체크로마토그래프-질량분석기를 이용한 정성 및 정량

1. 시험법 적용범위

크릴유 등 식용유지에 적용한다.

2. 분석원리

검체 중 잔류용제 5종(메틸알콜, 아세톤, 이소프로필알콜, 초산에틸, 헥산)을 벤질알콜로 추출한 후 헤드스페이스를 이용하여 일정 온도에서 가열하고 평형상태에 있는 기체상의 일정량을 기체크로마토그래프로 분리하여 질량 분석기로 검출하는 방법이다.

3. 장치

가. 헤드스페이스/기체크로마토그래프/질량분석기(HS/GC/MS)

4. 시약 및 시액

가. 용매 : 기체크로마토그래프용 또는 이와 동등한 것

나. 물 : 3차 증류수 또는 이와 동등한 것

다. 표준용액: 각 잔류용제의 표준품(메틸알콜, 아세톤, 이소프로필알콜, 초산에틸, 헥산)을 벤질알콜에 녹여 1,000 mg/L(헥산 500 mg/L)가 되도록 표준원액을 조제한다. 이 용액을 벤질알콜로 희석하여 표준용액으로 사용한다(메틸알콜, 아세톤: 0.6 ~ 20 mg/L, 이소프로필알콜: 0.4 ~ 20 mg/L, 초산에틸: 0.2 ~ 20 mg/L, 헥산: 0.2 ~ 10 mg/L).

라. 내부표준용액 : 시클로헥산 표준품을 벤질알콜에 녹여 1,000 mg/L로 한다.

마. 기타시약 : 특급 또는 이와 동등한 것

5. 시험용액의 조제

시료 0.5 g을 정밀히 달아 20 mL 헤드스페이스 바이알에 넣고 내부표준용액 15 μ L을 첨가한 후, 벤질알콜로 최종 부피를 3 mL가 되도록 조제한다.

6. 시험조작

가. 헤드스페이스 반응조건

- 1) 가열온도: 80 $^{\circ}$ C
- 2) 가열시간: 10분

나. 기체크로마토그래프 측정조건

- 1) 칼럼: DB-624 칼럼(30 m \times 0.25 mm, 1.4 μ m) 또는 이와 동등한 것
- 2) 주입부 온도: 230 $^{\circ}$ C
- 3) 오븐 온도: 35 $^{\circ}$ C에서 시험용액을 주입한 후 4분간 유지하고, 65 $^{\circ}$ C까지 3 $^{\circ}$ C/분 비율로 온도를 상승시킨 후, 240 $^{\circ}$ C까지 35 $^{\circ}$ C/분 비율로 온도를 상승시켜 6분간 유지한다.
- 4) 이동상가스 및 유량: 헬륨, 1 mL/분
- 5) 주입모드: Split mode(10:1, Split ratio)
- 6) 주입량: 500 μ L

다. 질량분석기 조건

- 1) 이온화방법: EI mode(70 eV)
- 2) Ion source temperature: 230 $^{\circ}$ C
- 3) 분석방법: SIM(Selected Ion Monitoring) 모드

4) 정량 및 정성 이온

분석물질	머무름 시간(분)	분자량(MW)	이온(m/z)
메틸알콜	2.4	32.04	29, 31
아세톤	3.9	58.08	43, 58
이소프로필알콜	4.2	60.10	43, 45
헥산	5.7	86.18	43, 57, 86
초산에틸	7.6	88.11	43, 61
시클로헥산	8.6	84.16	56, 84

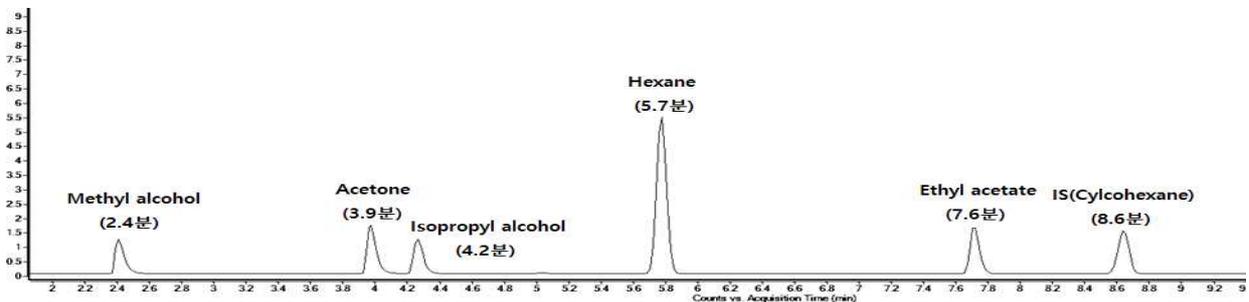
※ 밑줄 표시 되어 있는 것은 정량이온이며 그 외 이온들은 정성이온임

라. 검량선 작성: 표준용액과 내부표준용액을 기체크로마토그래프에 주입하여 얻어진 크로마토그램상의 잔류용제 피크면적을 내부표준용액 피크면적으로 나눈 값과 잔류용제의 양으로 검량선을 작성한다.

7. 정량시험

가. 상기와 같은 조건으로 얻어진 크로마토그램상의 피크가 표준용액 피크의 머무름 시간과 일치할 때, 피크의 면적 또는 높이를 측정하여 작성한 검량선으로부터 잔류용제의 함량을 정량한다.

$$\text{잔류용제 함량}(\mu\text{g/g}) = \frac{\text{검량곡선에 대입하여 얻은 시험용액중의 각 잔류용제 양}(\mu\text{g})}{\text{검체 채취량(g)}}$$



잔류용제 5종 및 시클로헥산 표준용액의 크로마토그램 (각 20 mg/L, 헥산 10 mg/L)

나. 정량한계: 메틸알콜(0.6 mg/kg), 아세톤(0.6 mg/kg), 이소프로필알콜 (0.4 mg/kg), 헥산(0.2 mg/kg), 초산에틸(0.2 mg/kg)