

어린이용품 함유 염료에서
생성된 방향족 아민류-
기체크로마토그래피/질량분석법(함량)
(Determination of aromatic amines contents in children' s
products- Gas chromatography/mass spectrometry)

2025

1.0 개요

1.1 목적

이 시험방법은 어린이용품에 함유되어 있는 염료로부터 환원된 방향족 아민류의 농도를 측정하기 위한 방법이다. 시료를 하이드로아황산소듐 용액으로 환원한 후 기체크로마토그래프/질량분석기 (GC/MS, gas chromatograph/mass spectrometer)로 정성 및 정량하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 방향족 아민류의 방법검출한계는 표 2에 제시된 2 mg/kg 이하의 값을 만족해야 한다.

1.2.2 이 시험방법에 따라 시험할 경우 정량한계는 표 2에 제시된 5 mg/kg 이하의 값을 만족해야 한다.

1.3 간섭 물질

1.3.1 분석 결과에 오류를 가져올 수 있는 주요 오염원으로는 산, 시약, 유리 기구 및 그 외 분석 중에 사용되는 모든 기구 등이다. 모든 시약은 순도 및 불순물의 종류와 함량을 고려하여 사용한다. 각 실험실에서는 바탕시료 (reagent blank)의 측정을 통해 오염원의 영향 유무나 수준에 대하여 평가한다.

1.3.2 유리 기구류의 적합한 세척은 매우 중요하다. 잘못 세척된 유리 기구류는 분석 과정 중 시료를 오염시킬 수 있으며, 유리 표면에 분석 물질이 흡착될 경우 목적 성분이 손실될 우려가 있으므로 적합한 세척 방법을 사용해야 한다.

1.3.3 유리 기구류는 마지막 사용 용매로 한번 헹구어 준 후 바로 세제로 씻는다. 세제 용액에 유리 기구를 넣고 30분간 초음파 세척한 후, 뜨거운 물, 수돗물, 정제수 순으로 헹군다. 열에 안정한 물질의 경우 정제수 세척만으로는 잘 제거되지 않기 때문에 다시 아세톤, 헥세인의 용매 순으로 각각 3회 헹군 후 105 °C 오븐에서 1시간 이상 건조하여 사용한다.

1.3.4 시약이나 용매는 특급 이상의 것을 사용하고, 필요한 경우 증류나 정제 과정을 통해 불순물의 방해로 인한 문제를 최소화하도록 한다.

2.0 용어 정의

2.1 방향족 아민류

분석대상 방향족 아민류는 표 1과 같다.

표 1. 분석 대상

물질	영문명	CAS No.
4-아미노 아조벤젠 ^a	4-amino azobenzene	60-09-3
파라-(다이메틸아미노)아조벤젠 ^b	p-(dimethylamino)azobenzene	60-11-7
아닐린	aniline	62-53-3
2,6-다이메틸아닐린	2,6-dimethylaniline	87-62-7
오쏘-아니시딘	o-anisidine	90-04-0
2-나프탈아민	2-naphthalamine	91-59-8
3,3'-다이클로로벤지딘	3,3'-dichlorobenzidine	91-94-1
4-아미노다이페닐	4-aminodiphenyl	92-67-1
벤지딘	benzidine	92-87-5
오쏘-톨루이딘	o-toluidine	95-53-4

(표 계속)

물질	영문명	CAS No.
2,4-다이메틸아닐린	2,4-dimethylaniline	95-68-1
4-클로로-오쏘-톨루이딘	4-chloro-o-toluidine	95-69-2
4-메틸-1,3-벤젠다이아민	4-methyl-1,3-benzenediamine	95-80-7
2-메틸-4-[(2-메틸페닐)아조]벤젠아민 ^c	2-methyl-4-[(2-methylphenyl)azo]benzenamine	97-56-3
5-나이트로-오쏘-톨루이딘 ^d	5-nitro-o-toluidine	99-55-8
n-메틸벤젠아민	n-methylbenzenamine	100-61-8
3,3'-다이클로로-4,4'-다이아미노다이페닐메탄	3,3'-dichloro-4,4'-diaminodiphenyl methane	101-14-4
4,4'-메틸렌다이아닐린	4,4'-methylenedianiline	101-77-9
4,4'-옥시비스벤젠아민	4,4'-oxybisbenzeneamine	101-80-4
4-메톡시아닐린	4-methoxyaniline	104-94-9
파라-클로로아닐린	p-chloroaniline	106-47-8
3,3'-다이메톡시벤지딘	3,3'-dimethoxybenzidine	119-90-4
3,3'-다이메틸벤지딘	3,3'-dimethyl benzidine	119-93-7
2-메톡시-5-메틸벤젠아민	2-methoxy-5-methylbenzenamine	120-71-8
다이페닐아민	diphenylamine	122-39-4
2,4,5-트라이메틸아닐린	2,4,5-trimethylaniline	137-17-7
4,4'-티오다이아닐린	4,4'-thiodianiline	139-65-1
4-메톡시-메타-페닐렌다이아민	4-methoxy-m-phenylenediamine	615-05-4
4,4'-메틸렌 다이-오쏘-톨루이딘	4,4'-methylene di-o-toluidine	838-88-0

^a 이 방법의 조건에서 aniline(Cas No. 62-53-3)과 1,4-phenylenediamine(Cas No. 106-50-3)으로 환원된다. 1,4-phenylenediamine의 회수율 및 검출 한계 때문에 아닐린만 검출될 수 있다. 시험편에서 aniline이 정량한계 이상 검출되면 4-아미노아조벤젠 시험법(7.3 항)에 따라 시험할 수 있다.

^b 이 방법의 조건에서 aniline(Cas No. 62-53-3)과 N,N-dimethyl-p-phenylene diamine(Cas No. 99-98-9)으로 환원된다.

^c 이 방법의 조건에서 o-toluidine(Cas No. 95-53-4)으로 환원된다.

^d 이 방법의 조건에서 4-methyl-1,3-benzenediamine(Cas No. 95-80-7)으로 환원된다.

2.2 내부표준물질

내부표준물질은 분석하고자 하는 물질과 유사한 화학적 구조나 화학적 성질을 가지며 시료 매질 중에서는 발견되지 않은 유기화합물로 분석방법의 재현성 및 정확성을 알아보기 위해 사용한다.

[주 1] 벤지딘- d_8 (Cas No. 92890-63-6), 나프탈렌- d_8 (Cas No. 1146-65-2), 안트라센- d_{10} (Cas No. 1719-06-8) 등)

3.0 분석기기 및 기구

3.1 기체크로마토그래프/질량분석기 (GC/MS, gas chromatograph/mass spectrometer)

3.1.1 컬럼

컬럼 길이 30 m, 안지름 0.25 mm, 두께 0.25 μ m의 DB-35ms 모세관 컬럼 또는 이와 동등 이상의 분리능을 가진 것이어야 한다.

3.1.2 운반기체 : 순도 99.999 % 이상의 헬륨 가스

3.1.3 운반기체유속 : 1.0 mL/min

3.1.4 온도

주입구 온도 : 250 $^{\circ}$ C

검출기 (인터페이스) 온도 : 200 $^{\circ}$ C

컬럼 온도 : 65 $^{\circ}$ C ~ 280 $^{\circ}$ C

3.1.5 주입량

1 μ L, 비분할 (splitless)

3.1.6 질량분석기

이온화부 : 전자충격이온화법 (EI, electron impact ionization), 선택 이온 모니터링 방식 (SIM, selected ion monitoring)

분석부 : 사중극자형 질량 분석관 (quadrupole mass filter)

[주 2] 검출기, 컬럼 등의 조건은 기기 및 분석에 따라 일부 변경될 수 있다.

3.2 초음파 장치

3.3 전자저울

소수 넷째 자리까지 g 단위의 무게를 잴 수 있어야 한다.

3.4 항온수조

70 °C로 유지할 수 있는 것으로 한다.

3.5 기체크로마토그래프용 바이알

기체크로마토그래프용 바이알 마개는 테프론 (polytetrafluoroethylene) 재질을 사용한다.

3.6 40 mL 마개 달린 시험관

40 mL 시험관 마개는 테프론 (polytetrafluoroethylene) 재질을 사용한다.

3.7 규조토 컬럼

규조토 컬럼은 내경 25 mm ~ 30 mm, 길이 140 mm ~ 150 mm, 20 g 의 규조토를 충전 할 수 있어야 한다. 이와 동등한 성능을 갖는 시판되는 SPE 컬럼 (chromabond XTR, 70 mL, 14.5 g 등)도 사용할 수 있다.

3.8 분산염료 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

* 비교 : 이와 유사하거나 동등한 장치 사용 가능

그림 1. 추출장치 예시

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 헥세인 (hexane, C_6H_{14} , 86.18)

잔류농약 분석급 또는 특급 이상의 것을 사용한다.

4.1.2 tert-부틸메틸에테르 (tert-butyl methyl ether, $C_5H_{12}O$, 88.15)

잔류농약 분석급 또는 특급 이상의 것을 사용한다.

4.1.3 메탄올 (methanol, CH_3OH , 32.04)

잔류농약 분석급 또는 특급 이상의 것을 사용한다.

4.1.4 하이드로아황산소듐 (sodium dithionite, $Na_2S_2O_4$, 174.11)

잔류농약 분석급 또는 특급 이상의 것을 사용한다.

4.1.5 정제수

탈이온수(3차 증류수)를 사용한다.

4.1.6 구연산소듐 완충용액 (citrate/sodium hydroxide buffer solution 0.06 M, pH 6)

23.06 g의 구연산 (citric acid, $C_6H_8O_7$, 192.13)과 10 g 수산화소듐 (sodium hydroxide, NaOH, 40.00)을 정제수에 녹여 pH 6으로의 조절을 위하여 10 % 수산화소듐 용액을 사용하여 최종액량이 2 L가 되도록 조제한다.

4.1.7 하이드로아황산소듐 용액 (200 mg/mL)

20 g의 하이드로아황산소듐 (sodium dithionite, $Na_2S_2O_4$, 174.11)를 100 mL 정제수에 용해시킨다. 이때 용해되지 않은 물질은 초음파를 사용하여 완전히 용해시키고, 이 용액은 시험 당일 조제하여 1시간 이내에 사용한다.

4.1.8 10 % 수산화소듐 용액

50 g의 수산화소듐 (sodium hydroxide, NaOH, 40.00)을 500 mL 정제수에 용해시킨다. 이때 용해되지 않은 물질은 초음파를 사용하여 완전히 용해시키고, 이 용액은 시험 당일 조제한다.

4.1.9 2 % 수산화소듐 용액

2 g의 수산화소듐 (sodium hydroxide, NaOH, 40.00)을 100 mL 정제수에 용해시킨다. 이때 용해되지 않은 물질은 초음파를 사용하여 완전히 용해시키고, 이 용액은 시험 당일 조제한다.

4.2 표준용액

4.2.1 방향족 아민 표준원액 (1 000 mg/L)

각 방향족 아민을 메탄올로 희석하여 1 000 mg/L의 표준원액으로 만들어 사용한다.

[주 3] 이외 동등한 농도로 제조되어 시판되는 표준원액을 사용할 수 있다.

4.2.2 방향족 아민류 표준용액 (100 mg/L)

표준원액을 메탄올로 희석하여 100 mg/L의 희석 표준용액을 조제한다. 희석 표준용액을 단계별로 취하여 5개 ~ 6개의 검정곡선 작성용 표준용액을 조제한다. 검정곡선 작성용 표준용액은 시험 당일 조제하여 사용한다.

4.2.3 내부표준물질 용액

내부표준물질(벤지딘-d₈ 등) 원액을 tert-부틸메틸에테르로 희석하여 10 mg/L으로 조제하여 기기분석 시 첨가되도록 준비한다.

5.0 시료채취 및 관리

5.1 시료의 준비

5.1.1 페인트 코팅 제품

페인트가 제품에 코팅되어 있거나 이와 비슷한 경우에는 제품으로부터 코팅을 긁어낸다. 이때, 목재 등의 재질을 긁지 않도록 주의한다. 제품으로부터 빨간색, 노란색, 파란색을 구별하여 긁어낸 코팅은 각각 0.5 g 이상 이어야 한다.

5.1.2 플라스틱 및 종이류

플라스틱이나 종이류 재질의 시료는 균일한 재질로 가장 얇은 부분을 1 mm 이하의 크기로 잘라서 사용한다. 시료는 0.5 g 이상 이어야 한다.

5.1.3 금속류

금속류 재질의 시료는 균일한 재질의 부분을 1 mm 이하로 잘라내며, 0.5 g 이상 이어야 한다.

5.1.4 섬유, 가죽, 종이, 점토, 풍선, 자국을 남기는 고체완구, 접착력 있는 모조 문신

시험시료를 확인하고 어느 부분이 드러나고 접근가능한지 결정한다. 접근할 수 있는 부분을 3 mm를 넘지 않는 크기로 잘라 적당한 용기에 분리하여 보관한다. 동일 재료 중 다른 색상은 각각 다른 시료로 취급한다.

5.1.5 목재

목재완구 혹은 목재 부품의 두께가 1 cm보다 작으면 접근할 수 있는 표면 중 대표적인 부분에서 시험편을 얻는다. 각 시험편은 3 mm를 넘지 않는 크기로 잘라 최소한 5 g 이상을 얻어 적당한 용기에 보관한다.

5.1.6 수용성 액체

시험시료에서 수용성 액체를 취한다. 채취한 시료는 전체 액체에 대해 대표성을 지녀야 하며 색깔이 다른 액체는 각각 다른 시료로 취급한다.

5.1.7 각 시료별 고유번호 또는 시료명 등 정보를 기록하고 상세한 정보는 별도의 기록지에 같이 기록한다.



그림 2. 시료의 준비

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

6.1 방법검출한계 (MDL, method detection limit)

본 분석의 방법검출한계는 분석물질이 함유되어 있지 않은 매질에 방향족 아민류 표

준용액을 정량한계 수준의 농도가 되도록 첨가하여 시료와 동일한 순서로 7회 반복 실험하여 측정값의 표준편차에 3.14를 곱한 값으로부터 구한다.

6.2 방법바탕시료의 분석

시료군마다 1개의 방법바탕시료를 분석한다. 방법바탕시료는 방향족 아민류가 없는 것으로 확인된 시료와 동일한 재질을 사용하여 시료와 동일하게 전처리·측정하며 측정값은 방법검출한계 이하 이어야 한다.

6.3 검정곡선의 작성 및 검증

6.3.1 검정곡선은 정량범위 내 0점을 제외하고 최소 5개 이상의 농도로 작성하여야 하며, 검정곡선의 직선성은 결정계수 (R^2) 값이 0.99 이상이어야 하며, 허용범위를 벗어나면 재작성하도록 한다.

6.3.2 분석 중에 분석대상 시료 20개당 1개 이상의 표준용액(중간 농도)을 검정곡선에 적용하여 분석하고, 분석농도가 당초 표준용액 농도의 15 % 이내에서 일치하여야 하며, 이를 벗어나는 경우에는 재작성 하여야 한다.

6.4 정확도 관리

6.4.1 유사한 매질의 인증표준물질 (CRM, certified reference material) 또는 이에 상당하는 표준물질을 사용하여 시료와 동일한 방법으로 전처리 및 분석하여, 4회 이상 반복한 평균 분석값이 인증값 범위 또는 인증값의 70 % ~ 130 % 내에 있어야 한다.

[주 4] 단, 4-methoxy-m-phenylenediamine의 경우 20 %, o-toluidine, 4-methyl-1,3-benzenediamine의 경우 50 % 이상

6.4.2 모든 시험에서 바탕시험을 실시하여 시료 측정결과를 보정해 주어야 한다.

6.5 내부정도관리 주기 및 목표

6.5.1 방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동 사항이 생길 경

우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소, 컬럼의 교체 시와 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

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

6.5.3 각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표값은 표 2와 같다.

7.0 분석절차

7.1 전처리(섬유제품 외)

7.1.1 시료 약 1.00 g 마개 달린 시험관에 넣은 후, 70 °C로 예열된 구연산 완충액 15 mL를 가하고 마개를 닫고 시료를 완전히 적신 다음 70 °C 항온수조에서 30분간 가열 방치한다.

[주 5] 천연가죽 재질의 경우, 시료 약 1.00 g을 취하여, 시험관에 넣은 후 유분제거를 위하여 헥세인 20 mL를 취하여 40 °C의 초음파 수조에서 20 분간 처리한다. 이 후 시료를 남기고 헥세인을 제거한 후 다시 헥세인 20 mL를 취하여 40 °C의 초음파 수조에서 20분간 처리한 후 시료를 남기고 헥세인을 제거한다. 건조기 등에서 헥세인을 완전히 제거한 후 전처리용 시료로 사용한다.

7.1.2 3 mL 하이드로아황산소듐용액을 가하고 30분간 더 가열 방치한 다음 3분 이내에 20 °C ~ 25 °C로 냉각시키고, 0.2 mL 수산화소듐 용액을 시험관에 넣고 혼든 뒤 15분 동안 규조토 컬럼에 흡수시킨다.

7.1.3 시험관에 10 mL tert-부틸메틸에테르를 넣고 강하게 흔들어 시료와 함께 컬럼의 상단에 부어주고 둥근바닥플라스크에 용출액을 모은다.

7.1.4 시험관에 추가로 10 mL tert-부틸메틸에테르로 행구어 붓고, 60 mL의 tert-부틸메틸에테르를 직접 컬럼 안에 부어준다.

7.1.5 tert-부틸메틸에테르 추출물을 50 °C 미만에서 1 mL로 농축하고 농축액을 5 mL 부피플라스크에 옮긴 후 tert-부틸메틸에테르로 표선까지 채운 후 분석용 시료로

한다.

[주 6] 회전증발농축기를 이용하여 농축하는 경우 tert-부틸메틸에테르가 완전히 휘발 되면 상당량의 아민류가 손실될 수 있다.

7.2 전처리(섬유제품)

7.2.1 분산염료를 통하여 염색된 시료의 경우, 약 1.00 g을 준비하여 25 mL의 끓는 자일렌으로 40분간 분산염료를 추출한 후(3. 8의 추출장비 활용) 40 °C ~ 60 °C의 온도에서 회전증발농축기를 이용하여 농축한다.

[주 7] 분산염료 염색과 관련된 사항은 KS K 0147를 참고할 수 있다.

7.2.2 잔류물에 약 1 mL 메탄올을 두 번에 나누어 첨가하여 초음파 처리 후 40 mL 마개 달린 시험관에 옮겨 담아 전처리용 시료로 한다.

7.2.3 분산염료를 사용하지 않은 시료 (면 등의 천연섬유)의 경우 직접 마개 달린 시험관에 약 1.00 g의 마개 달린 시험관에 넣은 후, 70 °C로 예열된 구연산 완충액 15 mL를 가하고 마개를 닫고 시료를 완전히 적신 다음 70 °C 항온수조에서 30분간 가열 방치한다.

7.2.4 3 mL 하이드로아황산소듐용액을 가하고 30분간 더 가열 방치한 다음 3분 이내에 20 °C ~ 25 °C로 냉각시키고, 0.2 mL 수산화소듐 용액을 시험관에 넣고 혼든 뒤 15분 동안 규조토 컬럼에 흡수시킨다.

7.2.5 시험관에 10 mL tert-부틸메틸에테르를 넣고 강하게 흔들어서 시료와 함께 컬럼의 상단에 부어주고 둥근바닥플라스크에 용출액을 모은다.

7.2.6 시험관에 추가로 10 mL tert-부틸메틸에테르로 행구어 붓고, 60 mL의 tert-부틸메틸에테르를 직접 컬럼 안에 부어준다.

7.2.7 tert-부틸메틸에테르 추출물을 50 °C 미만에서 1 mL로 농축하고 농축액을 5 mL 부피플라스크에 옮긴 후 tert-부틸메틸에테르로 표선까지 채운 후 분석용 시료로 한다.

[주 8] 회전증발농축기를 이용하여 농축하는 경우 tert-부틸메틸에테르가 완전히 휘발

되면 상당량의 아민류가 손실될 수 있다.

7.3 전처리(4-아미노 아조벤젠 검출이 의심될 경우)

7.3.1 섬유이외의 제품의 경우, 시료 약 1.00 g을 마개 달린 시험관에 넣고, 섬유제품의 경우 분산염료 사용여부에 따라 추출액 혹은 시료 약 1.00 g을 마개 달린 시험관에 넣는다

[주 9] 7.1.1, 7.2.1의 시료준비 과정을 참고한다.

7.3.2 2 % 수산화소듐 9 mL를 시험관에 넣고, 시험관의 마개를 닫은 후 강하게 흔들는다. 이후, 1 mL 하이드로아황산소듐용액을 넣은 후, $(40 \pm 2)^\circ\text{C}$ 에 30분 동안 처리한다. 그리고 1분 이내에 실온인 $20^\circ\text{C} \sim 25^\circ\text{C}$ 로 냉각시킨다.

7.3.3 5 mL tert-부틸메틸에테르 첨가한다. 그 후 7 g의 염화소듐을 첨가하고 혼합액을 45분 동안 수평방향으로 일정하게 진탕한다.

[주 10] 냉각과 진탕 사이의 지연 시간은 5분을 초과해서는 안된다. 진탕 후의 완전한 상 분리를 위해 혼합물을 원심분리 하는 것을 추천한다.

7.3.4 이후, tert-부틸메틸에테르 층을 분취하여 분석용 시료로 한다.

[주 11] 전처리 및 기타 시험과정과 관련된 사항은 KS K 0739를 참고할 수 있다.

7.4 측정방법

시험 용액 1 μL 를 기체크로마토그래프에 주입한다. 따로 방향족 아민류 표준용액에 대하여 동일 조건에서 기체크로마토그래프로 측정한다. 표준물질의 피크 면적으로부터 검정곡선을 작성하여 내부표준법으로 정량한다.

7.5 시료분석결과

7.5.1 정성분석

7.5.1.1 두 선택이온의 비가 표준물질의 비와 일치해야 하며, 각 분석 물질 별 두 개의 선택이온이 정해진 머무름 시간에서 나타나야 한다.

7.5.1.2 각 분석물질들을 검출하기 위해서 크로마토그램 피크에 대한 신호 대 잡음비 (S/N, signal/noise)는 2.5보다 커야 한다.

7.5.2 정량분석

7.5.2.1 내부표준법

7.5.2.1.1 검정곡선에서 얻어진 분석물질의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 시료 중 분석물질의 농도를 계산한다.

$$C_T = \frac{[C_I - C_0]}{W} \times F \times V \quad (\text{식 1})$$

여기서, C_T : 시료 중의 분석물질의 농도 (mg/kg)

C_I : 시료의 분석물질 농도 (mg/L)

C_0 : 방법바탕시료의 분석물질 농도 (mg/L)

F : 희석배수(검정곡선의 범위를 벗어날 경우)

V : 시료 추출용액의 부피 (mL)

W : 시료의 무게 (g)

7.5.2.1.2 만약 시료 중 대상물질의 농도가 검정곡선의 정량범위를 넘어갈 경우, 시료를 묽혀서 검정곡선 범위 내에 들어오도록 농도를 조절해야 한다. 이때 희석에 의한 대상물질의 농도와 방법검출한계 등은 조절되어야 한다.

8.0 결과보고

8.1 분석결과 보고

8.1.1 시료 채취 관련 자료

시료 목록, 시료 번호, 시료 채취 일자 등을 보고한다.

8.1.2 분석 방법 자료

분석 일자, 시료량, 분해 과정, 분석기기 및 분석 조건, 사용한 표준물질 등에 대한 자료를 보고해야 한다.

8.1.3 분석 결과 자료

8.1.3.1 검정곡선 작성, 질량검정, 표준물질 및 바탕시료의 분석 결과를 분석시료의 분석 결과와 함께 보고한다.

8.1.3.2 방법검출한계, 정량한계 및 산출근거를 보고한다.

8.2 결과의 표시

8.2.1 농도 측정 결과는 mg/kg으로 표기하며 소수점 이하 첫째 자리까지 구하고 반올림하여 정수로 표기한다.

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

9.0 참고자료

9.1 ES 12331.1, “어린이용품 함유 아조염료류 - 기체크로마토그래피질량분석법(함량)”, 국립환경과학원, 2018

9.2 KS K 0147, “염료 및 염색물의 아릴아민 시험방법”, 한국표준협회, 2021

9.3 텍스타일-아조 염료로부터 생성되는 특정 방향족 아민의 분석방법 - 제3부: 특정 아조 염료를 사용할 때 생성되는 4-아미노아조벤젠 분석, KS K 0739 : 2017

9.4 ISO 14362-1:2017, Textiles, Methods for determination of certain aromatic amines derived from azo colorants, Part 1: Detection of the use of certain azo colorants accessible with and without extracting the fibres

9.5 ISO 14362-3:2017, Textiles, Methods for determination of certain aromatic amines derived from azo colorants, Part 3: Detection of the use of certain azo colorants, which may release 4-aminoazobenzene

10.0 부록

표 2. 정도관리 목표값

정도관리 항목	정도관리 목표
방법검출한계	2 mg/kg
정량한계	5 mg/kg
검정곡선	결정계수 (R^2) 값이 0.99 이상 또는 감응계수 (RF)의 상대표준편차가 15 % 이내
바탕시료	방법검출한계 이하
정밀도	상대표준편차가 15 % 이내
정확도	70 % ~ 130 %

표 3. 분석대상물질의 선택 질량이온(예시)

물 질	대상이온 정량이온 (m/z)	확인이온 (m/z)
4-아미노 아조벤젠	92	197, 120
파라-(다이메틸아미노)아조벤젠	120	225, 77
아닐린	93	66, 65
2,6-다이메틸아닐린	121	106, 77
오쏘-아니시딘	108	123, 80
2-나프틸아민	143	115, 71
3,3'-다이클로로벤지딘	252	254, 253
4-아미노다이페닐	169	84, 141
벤지딘	184	92
오쏘-톨루이딘	106	77, 53
2,4-다이메틸아닐린	121	106, 77
4-클로로-오쏘-톨루이딘	106	141, 77
4-메틸-1,3-벤젠다이아민	122	94, 105
2-메틸-4-[(2-메틸페닐)아조]벤젠아민	106	225, 91
5-나이트로-오쏘-톨루딘	152	106, 77
n-메틸벤젠아민	106	107, 77
3,3'-다이클로로-4,4'-다이아미노 다이페닐메탄	231	266, 195
4,4'-메틸렌다이아닐린	198	106, 182
4,4'-옥시비스벤젠아민	200	108, 171
4-메톡시아닐린	108	123, 80
파라-클로로아닐린	127	65, 92
3,3'-다이메톡시벤지딘	244	201, 229
3,3'-다이메틸벤지딘	212	106, 213
2-메톡시-5-메틸벤젠아민	122	137, 94
다이페닐아민	169	168, 84
2,4,5-트라이메틸아닐린	135	120, 91
4,4'-티오다이아닐린	216	184, 215
4-메톡시-메타-페닐렌다이아민	123	138, 95
4,4'-메틸렌 다이-오쏘-톨루이딘	226	211, 120

표 4. 기체크로마토그래프/질량분석기 조건 (예시)

구분	기기분석조건	
기체크로마토그래프	컬럼	DB-35ms (30 m × 0.25 mm, 0.25 μm)
	운반기체	He (99.999 %) at 1.0 mL/min
	주입구 온도	250 ℃
	주입 방식	비분할 (splitless)
	승온 조건	65 ℃ (0.5 min) → 25 ℃/min → 220 ℃ (0.5 min) → 25 ℃/min → 240 ℃ (0.5 min) → 25 ℃/min → 280 ℃ (8 min)
질량분석기	이온원 온도	200 ℃
	연결부 온도	250 ℃
	이온화 방식	전자충격 이온화법 (EI), 선택이온 모니터링 방식 (SIM mode)
	검출기 형식	사중극자형 (quadrupole)

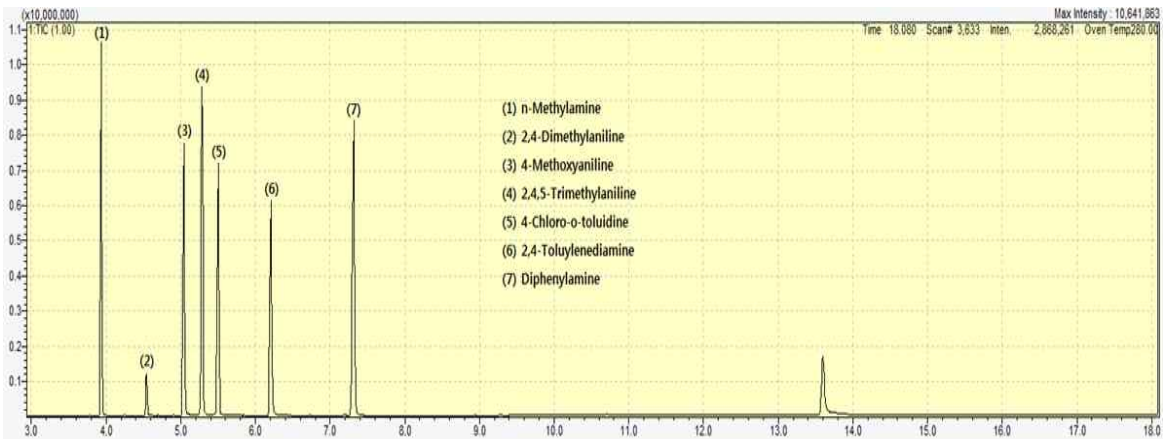


그림 3. 표준물질 크로마토그램 (예시)