

ChroZen GC/MS를 이용한 프탈레이트 분석 (프탈레이트 전용분석시스템)

• GC/MS Application



Abstract

프탈레이트는 의료용품, 장난감 등 생활에 밀접하게 이용되는 플라스틱 소재에 유연성을 주기 위한 가소제이다.

이러한 프탈레이트는 경구, 흡입, 피부 등의 경로를 통해 쉽게 인체에 노출될 수 있는 것으로 알려져 있으며 동물이나 사람의 몸속에 들어가면 호르몬의 작용을 방해하거나 혼란 시키는 내분비계 장애를 일으킬 수 있다.

식품의약품안전처에서는 식품에 흡입될 우려가 있는 기구 및 용기, 포장 제조 시 DEHP의 사용을 금지하고 있으며, 일일 섭취 한계량(TDI)을 설정하여 운영하고 있다.

국내에서는 대표적으로 KS 안전인증_어린이제품안전특별법과 전기용품 및 생활용품안전관리법에 따라 프탈레이트를 규제 하고 식품 분야나 환경 분야에서도 프탈레이트를 규제하고 있다. 국외 또한 EU RoHS 등에서 프탈레이트를 규제하고 있다.

Instruments and Software

· ChroZen GC/MS System

Item	Description	Part No.
Oven	ChroZen GC Mainframe Assembly for Mass Spectrometer	6701012500
Inlet	Capillary Inlet Assembly for ChroZen GC	6701012550
Detector	ChroZen MS for ChroZen GC incl. built-in turbomolecular pump - Single Quadropole - EI source (UEIS:Ultimated Efficiency Ion Source) - Turbo pump(240 L/sec) - Include fore pump and spares kit - Higher Sensitivity (S/N for OFN 2500:1)	6901012110
CDS	YL-Clarity software for single instrument of YL GC	5301011020
	MS module of YL-Clarity(Library 별도)	5301011180
	Library(NIST/EPA/NIH 2017 edition)-306,622 spectra	NIST17-MS-LIB
Column	YL-5MS (30m, 0.25 mm, 0.25 µm)	1256120170
Install. Option	Start-up kit includes (Without GC Capillary Column) 1) Nuts and ferrules 1/8" 2) Nuts, 1/4" 3) Vespel ferrule, 1/4" 4) Union Tee, 1/8" 5) Septa, 11 mm, 50/pk 6) Tubing cutter 7) Monkey spanner 8) Wrench 1/2" & 9/16" 9) Wrench 1/2" & 7/16" 10) Wrench 3/8" & 7/16" 11) Wrench 1/4" & 5/16" 12) (+) screw driver 6x100 13) (+) screw driver 5x100 14) (-) screw driver 6x100 15) Leak detection fluid 16) 10 µL syringe 17) Copper tubing, 1/8"	1601011110
ACC	Big Universal Trap, 1/8" fttgs, Helium	RMSH-2

Reagents and Standards

Phthalate mix (2000 µg/mL each component in dichloromethane)

Preparation of Standard Solution

Phthalate mix 표준용액 (20.0 mg/L)를 0.050 mg/L, 0.075 mg/L, 0.100 mg/L, 0.250 mg/L, 0.500 mg/L, 1.000 mg/L의 농도가 되도록 다이클로로메탄을 넣어 검량선을 작성한다.



Fig 1. ChroZen GC/MS

Preparation of Water Samples

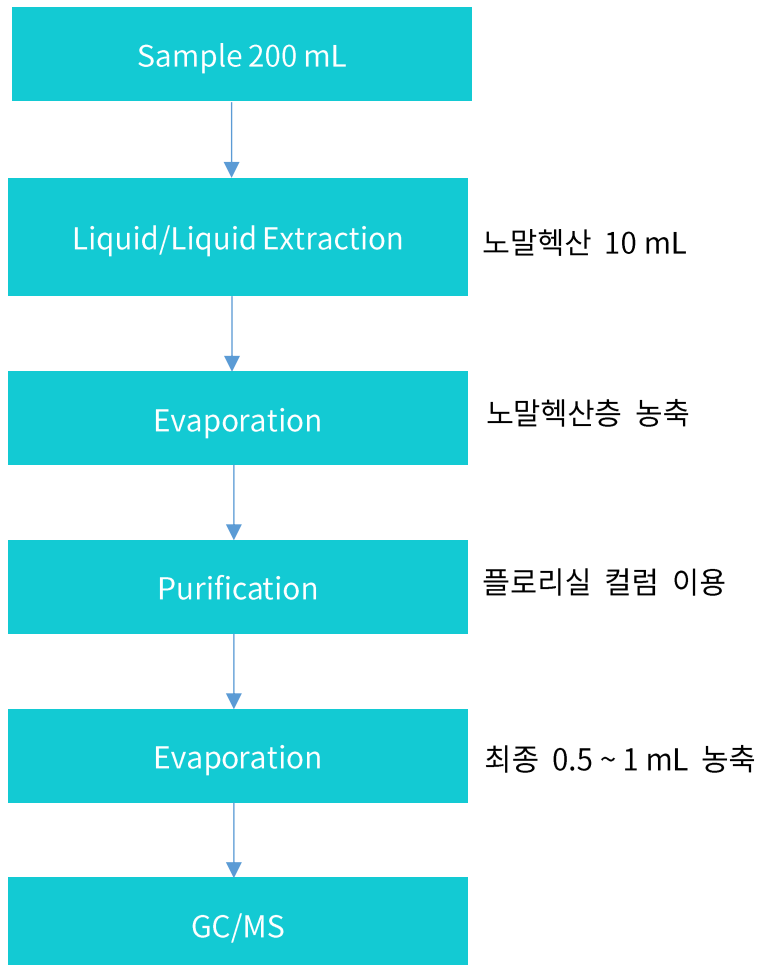


Table 1. Preparation of water

수질시료 전처리시 시료의 상태에 따라 시료량을 다르게하여 Table 1.에 따라 전처리를 한다. 수질시료에 노말헥산을 넣어 Liquid/Liquid Extraction에서 층 분리가 된 다음, 노말헥산층을 무수황산나트륨을 이용하여 수분을 제거한 후 모은다. 모아진 노말헥산 층을 최종 0.5 ~ 1 ml이 되도록 농축을 한다. 이 과정 후 시료 상태에 따라 정제과정을 거치게 된다. 시료에 방해 물질이 함유되어 있는 경우에 플로리실을 이용한 정제과정을 거치게 되는데 주의할 점은 프탈레이트 분석 시 플라스틱의 초자류를 사용하지 않아야 한다. 농축된 시료는 GC vial에 담아 분석을 한다. GC/MS의 조건은 Table 2.에 명시하였으며, 프탈레이트의 각 물질에 맞는 SIM ion으로 분석하였다. [Table 3]

GC conditions	MS conditions
Column: YL 5ms (30m x 0.25 mm i.d. x 0.25µm)	Ion source 250°C, Transfer Line 290°C
Inlet: Splitless	Detection: SIM mode
Oven temperature program: 80°C, 0.5min, 15°C/min to 260°C, 10min	

Table 2. GC/MS condition

Compound		Molecular Weight	Selected ions, m/z
1	Dimethyl phthalate (DMP)	194	163
2	Diethyl phthalate (DEP)	222	149
3	Dibutyl phthalate (DBP)	278	149
4	Benzyl butyl phthalate (BBP)	312	149
5	Bis(2-ethylhexyl) phthalate (DEHP)	390	149
6	Di-n-octyl phthalate (DNOP)	390	149

Table 3. GC/MS chromatographic conditions for Phthalate

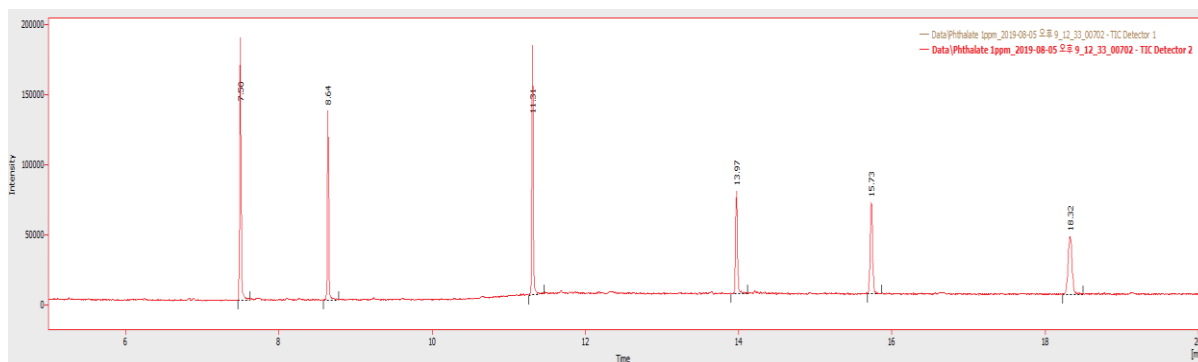
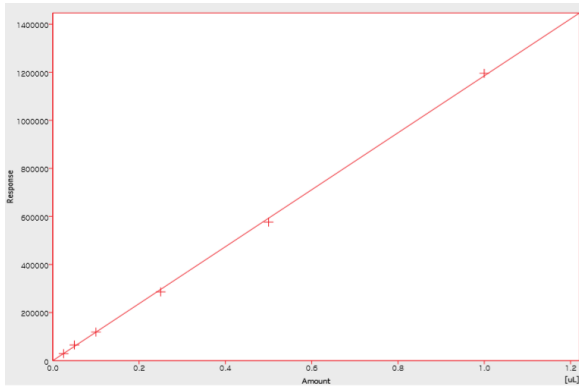


Fig 2. Phthalate 1ppm Chromatogram

[1. Dimethyl phthalate (DMP), 2. Diethyl phthalate (DEP), 3. Dibutyl phthalate (DBP),
4. Benzyl butyl phthalate (BBP), 5. Bis(2-ethylhexyl) phthalate (DEHP),
6. Di-n-octyl phthalate (DNOP)]

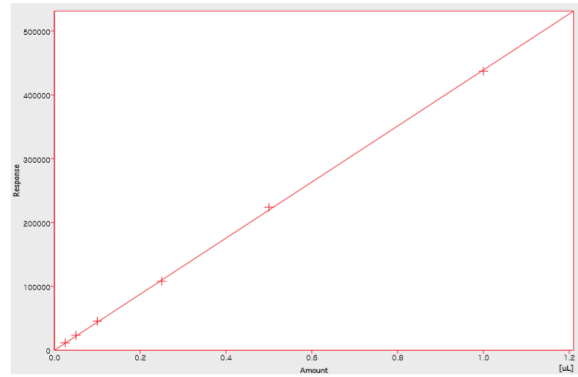
Analyte		R.T (min)	MDL (μg/L)	Accuracy (%)	Precision
1	Dimethyl phthalate (DMP)	7.5	0.0128	96.5	1.98
2	Diethyl phthalate (DEP)	8.6	0.0149	97.8	0.98
3	Dibutyl phthalate (DBP)	11.3	0.0134	101.5	1.71
4	Benzyl butyl phthalate (BBP)	13.9	0.0127	99.8	3.60
5	Bis(2-ethylhexyl) phthalate (DEHP)	15.7	0.0103	103.0	1.37
6	Di-n-octyl phthalate (DNOP)	18.3	0.0142	99.5	1.74

Table 4. Validity of test method



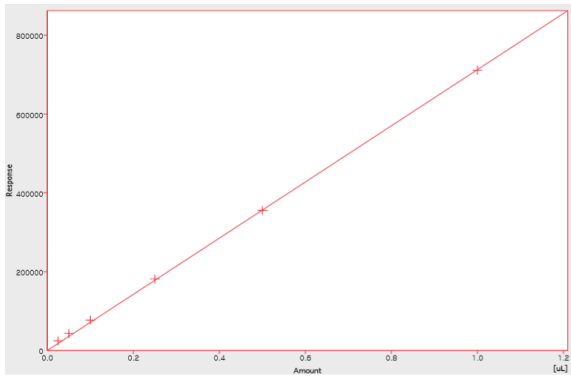
Dimethyl phthalate (DMP)

Correlation Factor : 0.9997838



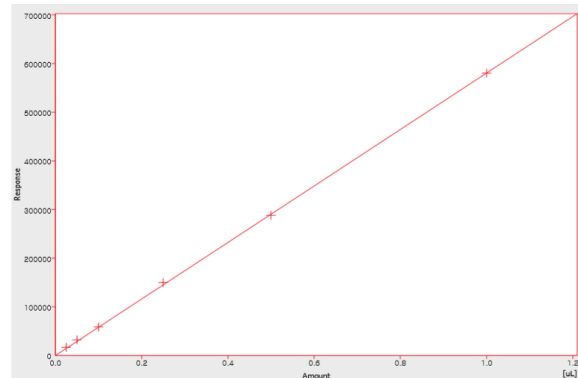
Benzyl butyl phthalate (BBP)

Correlation Factor : 0.9999113



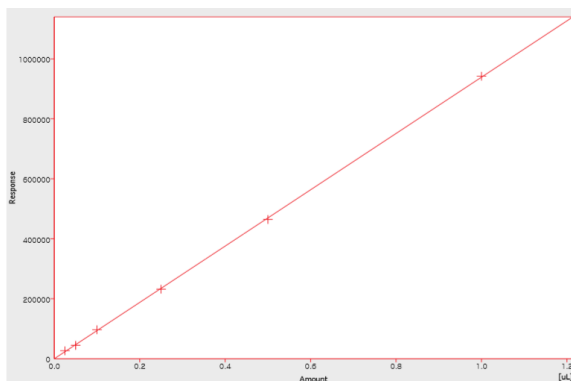
Diethyl Phthalate (DEP)

Correlation Factor : 0.9999450



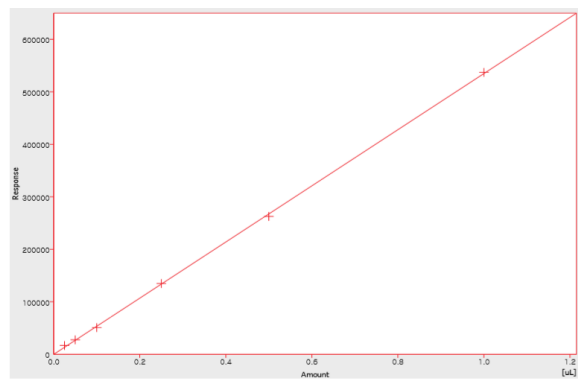
Bis(2-ethylhexyl) phthalate (DEHP)

Correlation Factor : 0.9999526



Dibutyl phthalate (DBP)

Correlation Factor : 0.9999527



Di-n-octyl phthalate (DNOP)

Correlation Factor : 0.9998937

Fig 3. Verification of Calibration Curve

Result

시험 결과의 유효성을 검토하기 위하여 직선성, 정확도, 정밀도(RSD%), 방법검출한계(MDL)를 확인하였다.[Table 4] 또한 앞에서 제시된 검량곡선 농도에 따라 분석한 결과, 프탈레이트의 검량곡선 R^2 이 0.99이상 나온것으로 확인되었다.[Fig3] 이 결과는 국립환경과학원에서 배포한 ‘환경시험, 검사 QA/QC 핸드북’에 따라 산출 한 데이터이며, 수질공정시험기준안 ES 04501.1b 디에틸헥실프탈레이트용매추출/기체크로마토그래피-질량분석법에 명시된 정도 관리 목표 값에 만족한 결과값이다.

따라서 본 시험법은 프탈레이트 분석법으로 유효한 것으로 확인되었다.

Conclusion

이번 연구에서는 영인크로매스의 ChroZen GC/MS를 이용하여 수질 중 프탈레이트를 분석하였다. EPA method 8270E를 참고하였으며 분석 결과는 국립환경과학원의 ‘환경시험, 검사 QA/QC 핸드북’ 따라 산정하였고 높은 신뢰성을 확인할 수 있었다.

Reference

- EPA Method 8270E
Semivolatile Organic Compounds By Gas Chromatography/Mass Spectrometry
- 환경시험 검사 QA/QC 핸드북_국립환경과학원(2011)



14042, 경기도 안양시 동안구 안양천동로 60

TEL: 031-428-8700

FAX: 031-428-8787

E-mail: mkt@youngincm.com

Homepage: www.youngincm.com