

기구 및 용기·포장의 기준 및 규격

— 식품의약품안전청고시 제98-60호 —

식품공전 제6. 기구 및 용기·포장의 기준·규격에 1. 일반기준 2. 재질별규격 1. 합성수지제를 1-1 염화비닐수지, 1-2 폴리에틸렌, 불소처리된 폴리에틸렌 및 폴리프로필렌, 1-3 폴리스티렌, 1-4 폴리염화비닐리덴, 1-5 폴리에틸렌테레프탈레이트, 1-6 페놀수지, 1-7 멜라민수지, 1-8 요소수지, 1-9 폴리아세탈, 1-10 폴리메틸메타크릴레이트, 1-11 폴리아미드/나일론, 1-12 폴리메틸펜텐, 1-13 폴리카보네이트, 1-14 폴리비닐알콜, 1-15 폴리우레탄, 1-16 폴리부텐, 1-17 부타디엔수지, 1-18 아크릴로니트릴부타디엔스티렌 및 아크릴로니트릴스티렌, 1-19 폴리메타크릴스티렌, 1-20 폴리부틸렌테레프탈레이트, 1-21 폴리아릴설폰, 1-22 폴리아릴레이트, 1-23 허드록시부틸폴리에스테르, 1-24 폴리아크릴로니트릴, 1-25 불소수지, 1-26 폴리페닐렌에테르, 1-27 이오노머수지, 1-28 에틸렌초산비닐, 1-29 메틸메타크릴레이트-아크릴로니

트릴-부타디엔-스티렌, 1-30 폴리에틸렌나프탈레이트, 1-31 실리콘수지 2. 셀로판 : 재생셀룰로오스(regenerated cellulose) 필름제, 3. 고무제, 4. 종이제 또는 가공지제, 5. 금속제, 6. 금속관, 7. 목재류, 8. 유리, 도자기, 법랑 및 용기류 3. 시험방법 1. 일반기준 시험방법, 2. 합성수지제 시험방법 1) 재질시험, 2) 용출시험 3. 셀로판 : 재생셀룰로오스(regenerated cellulose) 필름제 시험방법, 4. 고무제 시험방법, 5. 종이 및 가공지제 시험방법, 6. 금속제 시험방법, 7. 금속관 시험방법, 8. 목재류 시험방법, 9. 유리, 도자기, 법랑 및 용기류 시험방법을 설정한다.

부 칙

이 규정은 1999년 1월 1일부터 시행한다.

제 6. 기구 및 용기·포장의 기준·규격

1. 일반 기준

- 1) 기구 및 용기·포장은 물리적 또는 화학적으로 내용물이 오염되기 쉬운 구조이어서는 아니된다.
- 2) 전분, 글리세린 등 식용물질이 식품과 접촉하는 면에 접촉되어 있는 용기·포장에 대하여는 증발잔류물의 규격 적용을 제외할 수 있다.
- 3) 식품과 접촉하는 기구 및 용기·포장의 제조 또는 수리에 땀납을 사용하여서는 아니된다.
- 4) 전류를 직접 식품에 통하게 하는 장치를 가진 기구의 전극은 철, 알루미늄 및 백금 이외의 금속을 사용하여서는 아니된다.
- 5) 동제 또는 동합금제의 기구 및 용기·포장은 그 식품에 접촉하는 부분을 전면 주석도금 또는 광택처리를 하여 위생상 위해가 없도록 적절하게 처리하여야 한다. 다만, 고유의 광택을 가지고 녹이 슬지 아니하는 것은 제외한다.
- 6) 기구 및 용기·포장의 제조에 있어 화학적 합성품인 착색료를 사용하는 경우에는 식품위생법상 허용된 착색료 이외의 착색료를 사용하여서는 아니된다. 다만 유약, 유리 또는 법랑에 녹이는 방법, 기타 식품에 혼화할 우려가 없는 방법에 의한 경우는 제외한다.
- 7) 용기·포장의 제조시 인쇄하는 경우 인쇄잉크를 충분히 건조하여야 하며 식품과 접촉하는 면에는 인쇄를 하지 않아야 한다.
- 8) 기구 및 용기·포장의 제조시에는 디옥틸프탈레이트(di-(2-ethylhexyl)-phtalate, DOP)를 사용하여서는 아니된다.

2. 재질별 규격

1. 합성수지제

1-1 염화비닐수지(polyvinylchloride : PVC)

1) 정의

염화비닐수지라 함은 염화비닐을 50% 이상 함유하는 중합체를 말한다.

2) 재질규격(mg/kg)

- (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하
- (2) 염화비닐단량체 : 1.0이하
- (3) 디부틸주석화합물 : 50이하
- (4) 크레졸인산에스테르 : 1,000이하

3) 용출규격(mg/l)

- (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)
- (2) 과망간산칼륨소비량 : 10이하
- (3) 증발잔류물 : 30이하(다만, 사용온도가 100°이하로 침출용액이 n-헵탄인 경우 150이하)

1-2 폴리에틸렌(polyethylene : PE), 불소처리된 폴리에틸렌(polyethylene, fluorinated) 및 폴리프로필렌(polypropylene : PP)

1) 정의

폴리에틸렌이라 함은 에틸렌을 50% 이상 함유하는 중합체를 말하고 불소처리된 폴리에틸렌은 폴리에틸렌 표면에 불소가 처리된 것을 말하며 폴리프로필렌이라 함은 프로필렌을 50% 이상 함유하는 중합체를 말한다.

2) 재질규격(mg/kg)

- (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하

3) 용출규격(mg/l)

- (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)
- (2) 과망간산칼륨소비량 : 10이하

- (3) 증발잔류물 : 30이하(다만, 사용 온도가 100°이하로 침출용액이 n-헥산인 경우 150이하)
- (4) 불소이온 : 5.0이하(다만, 불소 처리된 폴리에틸렌에 한한다)

1-3 폴리스티렌(polystyrene : PS)

- 1) 정의
폴리스티렌이라 함은 스티렌(α -메틸스티렌 포함)을 50%이상 함유하는 중합체를 말하며 이에는 발포성 폴리스티렌을 포함한다.
- 2) 재질규격(mg/kg)
 - (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하
 - (2) 휘발성물질 : 5,000이하(다만, 열탕용으로 사용되는 발포스티렌의 경우 휘발성물질의 총량은 2,000이하이어야 하며 그 중 스티렌, 에틸벤젠은 각각 1,000이하)
- 3) 용출규격(mg/l)
 - (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)
 - (2) 과망간산칼륨소비량 : 10이하
 - (3) 증발잔류물 : 30이하(다만, 사용 온도가 100°이하로 침출용액이 n-헥산인 경우 240이하)

1-4 폴리염화비닐리덴(polychlorovinylidene : PVDC)

- 1) 정의
폴리염화비닐리덴이라 함은 염화비닐리덴을 50%이상 함유하는 중합체를 말한다.
- 2) 재질규격(mg/kg)
 - (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하
 - (2) 염화비닐리덴 : 6.0이하
 - (3) 바륨 : 100이하
- 3) 용출규격(mg/l)
 - (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)
 - (2) 과망간산칼륨소비량 : 10이하
 - (3) 증발잔류물 : 30이하

1-5 폴리에틸렌테레프탈레이트(polyethyleneterephthalate : PET)

- 1) 정의

폴리에틸렌테레프탈레이트라 함은 테레프탈산 또는 테레프탈산디메틸에스테르와 에틸렌글리콜의 중합물질을 50%이상 함유하는 중합체를 말한다.

2) 재질규격(mg/kg)

- (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하

3) 용출규격(mg/l)

- (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)
- (2) 과망간산칼륨소비량 : 10이하
- (3) 증발잔류물 : 30이하
- (4) 안티몬 : 0.05이하
- (5) 게르마늄 : 0.1이하

1-6 페놀수지(phenolformaldehyde : PF)

- 1) 정의
페놀수지라 함은 페놀 및 포름알데히드의 축합물질이 주성분인 중합체를 말한다.
- 2) 재질규격(mg/kg)
 - (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하
- 3) 용출규격(mg/l)
 - (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)
 - (2) 증발잔류물 : 30이하
 - (3) 페놀 : 30이하
 - (4) 포름알데히드 : 4.0이하

1-7 멜라민수지

(melamineformaldehyde : MF)

- 1) 정의
멜라민수지라 함은 멜라민 및 포름알데히드의 축합물질이 주성분인 중합체를 말한다.
- 2) 재질규격(mg/kg)
 - (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하
- 3) 용출규격(mg/l)
 - (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)
 - (2) 증발잔류물 : 30이하
 - (3) 포름알데히드 : 4.0이하
 - (4) 페놀 : 30이하
 - (5) 멜라민(melamine, 2, 4, 6-triamino-1, 3, 5-triazine ; 2, 4, 6-triamino-s-triazine) : 30이하

1-8 요소수지(ureaformaldehyde : UF)

- 1) 정의
요소수지라 함은 우레아 및 포름알데히드의 축합물질이 주성분인 중합체를 말한다.
- 2) 재질규격(mg/kg)
- (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하
- 3) 용출규격(mg/ℓ)
- (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)
- (2) 중발잔류물 : 30이하
- (3) 포름알데히드 : 4.0이하

1-9 폴리아세탈(polyacetal, polyoxymethylene (POM), polyformaldehyde)

- 1) 정의
폴리아세탈이라 함은 포름알데히드 및 트리옥시에틸렌을 50% 이상 함유하는 중합체를 말한다.
- 2) 재질규격(mg/kg)
- (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하
- 3) 용출규격(mg/ℓ)
- (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)
- (2) 중발잔류물 : 30이하
- (3) 포름알데히드 : 4.0이하

1-10 폴리메틸메타크릴레이트(poly-methylmethacrylate : PMMA)

- 1) 정의
폴리메틸메타크릴레이트라 함은 메틸메타크릴레이트를 50% 이상 함유하는 중합체를 말한다.
- 2) 재질규격(mg/kg)
- (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하
- 3) 용출규격(mg/ℓ)
- (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)
- (2) 과망간산칼륨소비량 : 10이하
- (3) 중발잔류물 : 30이하
- (4) 메틸메타크릴레이트 : 15이하

1-11 폴리아미드/나일론(polyamide/Nylon : PA/Nylon)

- 1) 정의
폴리아미드/나일론이라 함은 락탐,

아미노카르복실레이트 또는 이염기산과 디아민의 축합물질을 50% 이상 함유하는 중합체를 말한다.

- 2) 재질규격(mg/kg)
- (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하
- 3) 용출규격(mg/ℓ)
- (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)
- (2) 과망간산칼륨소비량 : 10이하
- (3) 중발잔류물 : 30이하
- (4) 카프로락탐 : 15이하

1-12 폴리메틸펜텐

(polymethylpentene : PMP)

- 1) 정의
폴리메틸펜텐이라 함은 4-메틸펜텐을 50% 이상 함유하는 중합체를 말한다.
- 2) 재질규격(mg/kg)
- (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하
- 3) 용출규격(mg/ℓ)
- (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)
- (2) 과망간산칼륨소비량 : 10이하
- (3) 중발잔류물 : 30이하(다만, 사용온도가 100° 이하이거나 100°를 초과할 경우로 침출용액이 n-헥산인 경우 120이하)

1-13 폴리카보네이트(polycarbonate : PC)

- 1) 정의
폴리카보네이트라 함은 2, 2-비스(4-히드록시페닐) 프로판, 2, 2-비스(4-히드록시페닐) 프로판과 1, 1-비스(4-히드록시페닐) 싸이클로hex산이 결합한 것 또는 디페닐카보네이트와 카보닐클로라이드가 결합한 축합물질을 50% 이상 함유하는 중합체를 말한다.
- 2) 재질규격(mg/kg)
- (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하
- (2) 비스페놀 A(페놀 및 *p*-터셔리부틸페놀 포함) : 500이하
- (3) D-페닐카보네이트 (D-phenylcarbonate) : 500이하

- (4) 아민류 : 1.0이하
- 3) 용출규격(mg/ℓ)
 - (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)
 - (2) 과망간산칼륨소비량 : 10이하
 - (3) 증발잔류물 : 30이하
 - (4) 비스페놀 A(페놀 및 *p*-터셔리 부틸페놀 포함) : 2.5이하

1-14 폴리비닐알콜(polyvinylalcohol : PVA)

- 1) 정의
폴리비닐알콜이라 함은 비닐알콜 물질을 50%이상 함유하는 중합체를 말한다.
- 2) 재질규격(mg/kg)
 - (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하
- 3) 용출규격(mg/ℓ)
 - (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)
 - (2) 과망간산칼륨소비량 : 10이하
 - (3) 증발잔류물 : 30이하

1-15 폴리우레탄(polyurethane : PU)

- 1) 정의
폴리우레탄이라 함은 이소시아네이트 및 폴리올을 50%이상 함유하는 중합체를 말한다.
- 2) 재질규격(mg/kg)
 - (1) 납 및 카드뮴 : 각각 10이하
- 3) 용출규격(mg/ℓ)
 - (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)
 - (2) 과망간산칼륨소비량 : 10이하
 - (3) 증발잔류물 : 30이하
 - (4) 이소시아네이트 : 0.1이하

1-16 폴리부텐(polybutene-1 : PB-1)

- 1) 정의
폴리부텐이라 함은 부텐-1을 50% 이상 함유하는 중합체를 말한다.
- 2) 재질규격(mg/kg)
 - (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하
- 3) 용출규격(mg/ℓ)
 - (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)
 - (2) 과망간산칼륨소비량 : 10이하
 - (3) 증발잔류물 : 30이하(다만, 침출 용액이 n-헵탄으로 사용온도가

100°초과하는 경우는 120이하이고 100°이하인 경우는 150이하)

1-17 부타디엔수지(butadien resins : BDR)

- 1) 정의
부타디엔수지라 함은 1, 3-부타디엔을 50%이상 함유하고 폴리부타디엔의 1, 2결합이 70%이상인 중합체를 말한다.
- 2) 재질규격(mg/kg)
 - (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하
- 3) 용출규격(mg/kg)
 - (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)
 - (2) 과망간산칼륨소비량 : 10이하
 - (3) 증발잔류물 : 30이하(다만, 사용온도가 100°이하로 침출용액이 n-헵탄인 경우 240이하)

1-18 아크릴로니트릴부타디엔스티렌(acrylonitrile-butadiene styrene : ABS) 및 아크릴로니트릴스티렌(acrylonitrile styrene : AS)

- 1) 정의
아크릴로니트릴부타디엔스티렌이라 함은 스티렌(α -메틸스티렌 포함)과 아크릴로니트릴의 공중합체 중에 부타디엔계 고무가 분산된 물질을 60% 이상 함유한 중합체를 말하며 아크릴로니트릴스티렌이라 함은 스티렌(α -메틸스티렌 포함)이 50% 이상 함유된 중합체에 아크릴로니트릴이 포함된 중합체를 말한다.
- 2) 재질규격(mg/kg)
 - (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하
 - (2) 휘발성물질 : 5,000이하
- 3) 용출규격(mg/ℓ)
 - (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)
 - (2) 과망간산칼륨소비량 : 10이하
 - (3) 증발잔류물 : 30이하(다만, 사용온도가 100°이하로 침출용액이 n-헵탄인 경우 240이하)
 - (4) 아크릴로니트릴 : 0.02이하

1-19 폴리메타크릴스티렌

(polymethacrylstyrene : MS)

1) 정의

폴리메타크릴스티렌이라 함은 메타크릴산메틸 및 스티렌(α -메틸스티렌 포함)을 각각 20% 이상 함유하고 또한 양자의 합이 60% 이상인 중합체를 말한다.

2) 재질규격(mg/kg)

- (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하
- (2) 휘발성물질 : 5,000이하

3) 용출규격(mg/ℓ)

- (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)
- (2) 과망간산칼륨소비량 : 10이하
- (3) 증발잔류물 : 30이하(다만, 사용온도가 100°이하로 침출용액이 n-헵탄인 경우 240이하)
- (4) 메틸메타크릴레이트 : 15이하

1-20 폴리부틸테레프탈레이트

(polybutyleneterephthalate : PBT)

1) 정의

폴리부틸테레프탈레이트라 함은 테레프탈산 또는 테레프탈산의 메틸에스테르와 부틸렌글리콜의 중합물질을 50% 이상 함유하는 중합체를 말한다.

2) 재질규격(mg/kg)

- (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하

3) 용출규격(mg/ℓ)

- (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)
- (2) 과망간산칼륨소비량 : 10이하
- (3) 증발잔류물 : 30이하

1-21 폴리아릴설펜(polyarylsulfon :

PASF)

1) 정의

폴리아릴설펜이라 함은 4, 4'-디클로로-디페닐설펜의 중합체 또는 4, 4'-디클로로-디페닐설펜과 방향족 비스페놀과의 공중합체 물질을 50% 이상 함유하는 중합체를 말한다.

2) 재질규격(mg/kg)

- (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하

3) 용출규격(mg/ℓ)

- (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)
- (2) 과망간산칼륨소비량 : 10이하
- (3) 증발잔류물 : 30이하

1-22 폴리아릴레이트(polyarylate : PAR)

1) 정의

폴리아릴레이트라 함은 테레프탈산, 이소프탈산이 2, 2-비스(4-히드록시페닐) 프로판에 의해 중합된 성분을 50% 이상 함유하는 중합체를 말한다.

2) 재질규격(mg/kg)

- (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하

3) 용출규격(mg/ℓ)

- (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)
- (2) 과망간산칼륨소비량 : 10이하
- (3) 증발잔류물 : 30이하

1-23 히드록시부틸폴리에스테르

(hydroxybutyl polyester : HBP)

1) 정의

히드록시부틸폴리에스테르라 함은 히드록시안식향산, 방향족카르보네이트, 방향족디올의 공중합체 물질이 주성분인 중합체를 말한다.

2) 재질규격(mg/kg)

- (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하

3) 용출규격(mg/ℓ)

- (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)
- (2) 과망간산칼륨소비량 : 10이하
- (3) 증발잔류물 : 30이하

1-24 폴리아크릴로니트릴

(polyacrylonitrile : PAN)

1) 정의

폴리아크릴로니트릴이라 함은 아크릴로니트릴을 50% 이상 함유하는 중합체를 말한다.

2) 재질규격(mg/kg)

- (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하

3) 용출규격(mg/ℓ)

- (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)

- (2) 과망간산칼륨소비량 : 10이하
- (3) 증발잔류물 : 30이하
- (4) 아크릴로니트릴 : 0.02이하

1-25 불소수지 (fluoro resins : FR)

- 1) 정의
불소수지라 함은 불소를 함유하는 단량체를 50% 이상 함유하는 중합체를 말한다.
- 2) 재질규격(mg/kg)

 - (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하

- 3) 용출규격(mg/ℓ)

 - (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)
 - (2) 과망간산칼륨소비량 : 10이하
 - (3) 증발잔류물 : 30이하

1-26 폴리페닐렌에테르 (polyphenyleneether : PPE)

- 1) 정의
폴리페닐렌에테르라 함은 2, 6-디메틸페놀과 스티렌을 60% 이상 함유하는 중합체를 말한다.
- 2) 재질규격(mg/kg)

 - (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하
 - (2) 휘발성물질 : 5,000이하

- 3) 용출규격(mg/ℓ)

 - (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)
 - (2) 과망간산칼륨소비량 : 10이하
 - (3) 증발잔류물 : 30이하

1-27 이오노머(Ionomer)수지

- 1) 정의
이오노머라 함은 에틸렌과 메틸아크릴산의 공중합체로 카르복실기그룹에 아연이나 나트륨 등의 이온이 가교된 중합체를 말한다.
- 2) 재질규격(mg/kg)

 - (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하

- 3) 용출규격(mg/ℓ)

 - (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)
 - (2) 과망간산칼륨소비량 : 10이하
 - (3) 증발잔류물 : 30이하

1-28 에틸렌초산비닐 (ethylenevinylacetate : EVA)

- 1) 정의
에틸렌초산비닐이라 함은 에틸렌과 비닐아세테이트와의 공중합으로 얻은 중합체를 말한다.
- 2) 재질규격(mg/kg)

 - (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하

- 3) 용출규격(mg/ℓ)

 - (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)
 - (2) 과망간산칼륨소비량 : 10이하
 - (3) 증발잔류물 : 30이하

1-29 메틸메타크릴레이트-아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌 (methyl-methacrylate - acrylonitrile - butadiene-styrene : MABS)

- 1) 정의
메틸메타크릴레이트-아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌이라 함은 메타크릴산, 아크릴로니트릴, 부타디엔, 스티렌(α -메틸스티렌 포함)의 합이 60% 이상인 중합체를 말한다.
- 2) 재질규격(mg/kg)

 - (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하
 - (2) 휘발성물질 : 5,000이하

- 3) 용출규격(mg/ℓ)

 - (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)
 - (2) 과망간산칼륨소비량 : 10이하
 - (3) 증발잔류물 : 30이하
 - (4) 메틸메타크릴레이트 : 15이하
 - (5) 아크릴로니트릴 : 0.02이하

1-30 폴리에틸렌나프탈레이트 (polyethylenenaphthalate : PEN)

- 1) 정의
폴리에틸렌나프탈레이트라 함은 2, 6-디메틸나프탈렌디카르복실레이트(NCD)와 에틸렌글리콜의 공중합으로 얻은 중합물질을 50% 이상 함유하는 중합체를 말한다.
- 2) 재질규격(mg/kg)

 - (1) 납 및 카드뮴 : 각각 100이하

- 3) 용출규격(mg/ℓ)

 - (1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)

(2) 과망간산칼륨소비량 : 10이하

(3) 증발잔류물 : 30이하

1-31 실리콘(silicone)수지

1) 정의

메틸히드로겐폴리실록산, 디메틸폴리실록산, 메틸페닐폴리실록산 등의 실록산수지를 디부틸틴다라우레이트, 스탠스(stannous)올레이트, 테트라부틸타타네이트 등으로 가교시킨 것을 말한다.

2) 용출규격(mg/ℓ)

(1) 중금속 : 1.0이하(납으로서)

(2) 과망간산칼륨소비량 : 10이하

(3) 증발잔류물 : 30이하

2. 셀로판 : 재생셀룰로오스(regenerated cellulose)필름제

1) 정의

셀로판 : 재생셀룰로오스필름제라 함은 펄프를 비스코스화 시켜 재생시킨 셀룰로오스에서 얻은 얇은 판상의 필름을 말하며 이에는 기술적 목적을 달성하기 위하여 적절한 물질을 원재료에 첨가하거나 또는 코팅 등으로 표면처리 한 것도 포함된다.

2) 용출규격(mg/ℓ)

(1) 비소 : 0.1이하

(2) 중금속 : 1.0이하

(3) 증발잔류물 : 30이하

3. 고무제

1) 정의

고무제라 함은 천연이나 합성고무 성분이 50%이상인 것을 말한다.

2) 재질규격

(1) 납 및 카드뮴(mg/kg) : 각각 100이하(고무젓꼭지의 경우는 각각 10이하)

(2) 2-머캅토이미다졸 : 불검출

3) 용출규격(mg/ℓ)

(1) 페놀 : 5.0이하

(2) 포름알데히드 : 4.0이하

(3) 아연 : 15이하(고무젓꼭지의 경우

1.0이하)

(4) 중금속 : 1.0이하(납으로서)

(5) 증발잔류물 : 60이하(고무젓꼭지의 경우 40이하)

4. 종이제 또는 가공지제

1) 정의

종이제라 함은 펄프를 주원료로 하여 제조한 것을 말하며 가공지제라 함은 종이제를 주원료로 하여 적절하게 처리한 것을 말한다.

2) 재질규격(mg/kg)

(1) PCBs : 10이하

3) 용출규격(mg/ℓ)

(1) 비소 : 0.1이하

(2) 중금속 : 1.0이하(납으로서)

(3) 증발잔류물 : 30이하

(4) 포름알데히드 : 4.0이하

(5) 형광증백제 : 불검출

5. 금속제

1) 정의

금속제는 금속으로 구성되어 있는 것을 말한다(다만, 금속관은 제외한다).

2) 재질규격(%)

(1) 납 : 10이하(도금용 주석은 5.0이하)

(2) 안티몬 : 5.0이하

3) 용출규격(mg/ℓ)

(1) 납 : 1.0이하

6. 금속관

1) 정의

금속관이라 함은 몸체, 바닥, 뚜껑의 3부분이거나 몸체와 바닥이 일체로 된 2부분으로 구성된 금속용기를 말한다. 밀봉을 위하여 뚜껑부분이 금속 이외의 재질로 구성된 것도 포함한다. 다만, 건조한 식품(유지 및 지방성 식품은 제외)를 내용물로 하는 것은 제외한다.

2) 재질규격(%)

(1) 납 : 10이하(도금용 주석은 5.0이하)

- (2) 안티몬 : 5.0이하
 3) 용출규격(mg/ℓ)
 식품과 직접 접촉하는 면이 합성수지제로 도장되어 있지 않은 경우는 비소, 카드뮴, 납함량만 적용한다.

- (1) 비소 : 0.2이하
 (2) 카드뮴 : 0.1이하
 (3) 납 : 0.4이하
 (4) 페놀 : 5.0이하
 (5) 포름알데히드 : 4.0이하
 (6) 증발잔류물(mg/ℓ)

- ① 30이하(다만, 침출용액이 n-헵탄인 경우 150이나 천연의 유지를 주원료로 한 도료로서 그 도료막 중의 산화아연의 함량이 3%를 초과하는 것으로 관의 내면을 도장한 관에 있어 n-헵탄을 침출용액으로 사용한 경우 90이하)
 ② 클로로포름가용물 30이하(다만, 침출용액으로 물을 사용시 증발잔류물이 30이상인 경우에 한한다)
 (7) 염화비닐 : 0.05이하(다만, 식품과 접촉하는 면이 염화비닐수지제로 도장되어 있는 경우에 한한다)

7. 목재류

- 1) 정의
 목재류라 함은 수목의 뿌리, 가지 및 줄기의 수피를 제외한 부분으로 셀룰로오스, 리그닌 및 헤미셀룰로오스가 주성분인 것 또는 이에 율나무(*Rhus Vernicifera*)에서 얻은 유액을 도포한 것을 말한다.
 2) 용출규격
 (1) 비소 : 0.1이하
 (2) 중금속 : 1.0이하(납으로서)

8. 유리, 도자기, 법랑 및 용기류

- 1) 깊이가 2.5cm 미만 또는 액체를 넣을 수 없는 기구·용기규격($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)
 (1) 납 : 17.0이하
 (2) 카드뮴 : 1.7이하
 2) 깊이가 2.5cm 이상으로 용량이 1.1 ℓ

- 미만인 기구·용기규격($\mu\text{g}/\text{ml}$)
 (1) 납 : 5.0이하(용기류 1.0이하)
 (2) 카드뮴 : 0.5이하
 (3) 비소 : 0.05이하(용기류에 한한다)
 3) 깊이가 2.5cm 이상으로 용량이 1.1 ℓ 이상인 기구·용기규격($\mu\text{g}/\text{ml}$)
 (1) 납 : 2.5이하(용기류 1.0이하)
 (2) 카드뮴 : 0.25이하(용기류 0.5이하)
 (3) 비소 : 0.05이하(용기류에 한한다)

3. 시험방법

1. 일반기준 시험방법

1) 허용의 착색료

- (1) 시험용액의 조제
 침출용액으로서 물을 사용하여 조제한다.
 (2) 침출용액을 농축시켜 제7. 일반시험법 5. 착색료시험법중의 여지크로마토그래피법에 따라 시험한다.

2) 디옥틸프탈레이트(di-(2-ethylhexyl) phthalate, DOP) : 가소제를 함유한 합성수지제에 한한다)

(1) 정성시험

① 시험용액의 조제

시료를 가늘게 잘라 약 5g을 원통여지에 넣고 속실펻추출기에 장치하여 에테르를 가하여 시료를 하룻밤 침적한 후, 에테르를 6시간 환류시켜 추출을 행한다. 다음에 에테르를 제거하고 잔류물을 평량하여 잔류물의 농도가 10~20 mg/ml 로 되도록 사염화탄소에 녹이고, 이때 불용물이 있으면 여과하여 시험용액으로 한다.

② 시험

시험용액 2~3방울을 셀판에 떨어뜨려 용매를 날려보낸 후 박막법(薄膜法)에 의한 흡수스펙트럼을 측정한다. 얻어진 적외흡수스펙트럼을 표준품의 것과 비교하여 정성한다.

(2) 정량시험

① 시험용액의 조제

시료를 5×5mm정도로 가늘게 잘라 약 5g을 정밀히 달아 원통여지에 넣고 속실렛추출기에 장치하여 사염화탄소를 가하여 6시간 가열환류시켜 추출을 행한다. 다음에 사염화탄소를 제거하고 추출물을 105°에서 3시간 건조한 후 데시케이터중에 방냉한다. 필요하다면 추출분의 중량을 구하여 놓는다. 잔류물을 n-헥산에 용해하고 불순물이 있으면 여과하여 25ml로 한다. 미리 실리카겔 10g을 n-헥산과 같이 기포가 없도록 크로마토칼럼에 채우고 n-헥산 50ml를 흘린다. 이어서 앞의 n-헥산용액 2ml를 가하여 흘린 후 아래의 전개용매 (i)~(v) 각 30ml씩을 순차로 1ml/min의 유속으로 흘려 각 유출용액을 분취한다. 아세톤·사염화탄소의 분리액(1:9)과 아세톤분리액을 농축하여 2ml로 하여 시험용액으로 한다.

— 칼럼 : 내경 10~20mm, 길이 50cm의 유리관 하부에 유리면을 채운 것 또는 유리 여과기를 가진 것을 사용한다.

② 시험

시험용액을 가스크로마토그래피에 주입한다. 따로 디옥틸프탈레이트표준용액에 대하여도 동일조건에서 가스크로마토그래피를 행한다. 그 피크높이에서 검량선을 작성하여 시험용액에서 얻은 피크높이와 비교하여 산출한다.

<조작조건>

— 검출기 : 수소염이온화검출기를 사용한다.

— 칼럼 : 유리제 칼럼(내경 3~4mm, 길이 2~3m)

— 칼럼충전제 : 10%실리콘 SE-30 / 크로모솔브 W/AW(60~80메쉬) 또는 2~3%실리콘 OV-17/ 크로모솔브 W/AW(60~80메쉬) 또는 이와 동등한 것

— 칼럼온도 : 250°

— 주입부온도 : 300°

— 검출기온도 : 300°

— 디옥틸프탈레이트표준용액 : 디옥틸프탈레이트(DOP) 1.0g을 아세톤에 녹여 100ml로 한다. 표준용액은 0.02~5.4mg/ml의 농도로 조제한다.

— 실리카겔 : 미리 130°에서 5시간 건조한 칼럼크로마토그래피용 실리카겔 100~200메쉬의 것을 사용한다.

<전개 용매>

(i) 헥산

(ii) 사염화탄소·헥산(1:1)

(iii) 사염화탄소

(iv) 아세톤·사염화탄소(1:9)

(v) 아세톤

2. 합성수지제 시험방법

1) 재질시험

(1) 납 및 카드뮴

① 시험용액의 조제

검체 약 1g을 정확히 달아 백금제 또는 석영제의 도가니에 취한다. 황산 10방울을 가하여 서서히 가열하고 대부분의 황산을 증발시킨 후 직화상에서 건조한다. 이것을 계속 화력을 강하게 하면서 약 450°에서 가열 회화하여 거의 백색이 될 때까지 이 조작을 반복하고 이를 식힌 후 잔류물에 0.1N질산 20ml를 가하여 녹인 액을 납의 시험용액으로 한다. 다시 이 시험용액 2ml를 취하여 0.1N질산을 가해서 20ml로 하여 카드뮴

의 시험용액으로 한다.

② 시험

원자흡광광도계의 광원램프(카드뮴의 시험에 있어서는 카드뮴 중공음극램프를, 납의 시험에 있어서는 납 중공음극램프를 사용한다)를 켜고, 적당한 전류치로 조정한다. 아세틸렌가스 또는 수소가스에 점화한 후 가스 및 압축공기의 유량을 조절한 다음에 시험용액의 일부를 각각 불꽃중에 분무한다. 카드뮴의 시험에 있어서는 파장 228.8nm에서, 납의 시험에 있어서는 파장 283.5nm에서 흡광도를 측정한다.

카드뮴 및 납표준용액은 각각 시험용액의 경우와 동일하게 처리한 카드뮴 및 납 표준용액의 흡광도를 측정한다. 다만, 식품과 접촉하지 않는 외면의 인쇄에 함유된 양은 제외한다.

- 카드뮴표준용액 : 금속카드뮴 100mg을 10% 질산 50ml에 용해하고, 수욕상에서 증발건고한다. 잔류물에 0.1N질산을 가하여 1,000ml로 한다. 이 액 10ml를 취하여 0.1N질산을 가해 100ml로 하고 다시 이 액 5ml를 취하여 0.1N질산을 가해 100ml로 한다(0.5 $\mu\text{g}/\text{ml}$).

- 납표준용액 : 질산납 159.8mg을 0.1N질산에 용해하여 1,000ml로 한다. 이 액 5ml를 취하여 0.1N질산을 가해 100ml로 한다(5 $\mu\text{g}/\text{ml}$).

(2) 염화비닐

① 시험용액의 조제

검체를 사방 5mm이하로 잘게 썰어 약 1g을 정밀히 달아 20ml의 메스클라스크에 넣고 테트라히드로푸란을 적당량 가해서 찬 곳에 보존하고 자주 혼

들어 준다. 검체가 용해된 후, 메탄올·드라이아이스욕에서 냉각한 테트라히드로푸란을 가하여 메탄올·드라이아이스욕 중에서 20ml로 하고, 메탄올·드라이아이스욕 중에서 보관한다.

- 테트라히드로푸란 : 테트라히드로푸란(특급)에 황산제일철(특급) 또는 수소화리튬 알루미늄을 가해서 증류하여 시험을 방해하는 물질을 함유하지 아니한 것을 확인한다.

② 시험

㉞ 정성시험

시험용액 및 염화비닐표준용액 각각 10 μl 씩을 사용하여 다음의 조작 조건에서 가스크로마토그래피를 실시하여 시험용액의 가스크로마토그램의 피크 검출시간과 염화비닐표준용액의 가스크로마토그램의 염화비닐 피크의 검출시간을 비교한다.

<조작조건 1>

- 칼럼충전제 : 가스크로마토그래피용 다공성폴리마비즈(표준망체 149~177 μm)를 사용한다. 또는 이와 동등한 것

- 칼럼 : 내경 3~4mm, 길이 1.5m의 스테인레스관 또는 유리관을 사용한다. 또는 이와 동등한 것

- 칼럼온도 : 120°

- 주입부온도 : 150°

- 검출기 : 수소염이온화 검출기를 사용한다. 150°부근에서 조작한다. 수소 및 공기량은 검출감도가 최고가 되도록 조절한다.

- 이동가스 : 질소가스를 사용한다. 염화비닐이 약 3~4분에서 유출하는 유속으로 조절한다.

- 칼럼담체 : 가스크로마토

그래피용 규조토(표준망체 149~177 μ l)를 사용한다.

<조작조건 2>

- 칼럼충전제 : 칼럼담체에 가스크로마토그래피용 폴리프로필렌글리콜을 15~20% 함유시킨다. 또는 이와 동등한 것
- 칼럼 : 내경 3~4mm, 길이 2~3m의 스테인레스관 또는 유리관을 사용한다. 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 60~70°
- 주입부온도 : 150°
- 검출기 : 수소염이온화 검출기를 사용한다. 200°부근에서 조작한다. 수소 및 공기량은 검출감도가 최고가 되도록 조절한다.
- 이동가스 : 질소가스를 사용한다. 염화비닐이 약 90초에서 유출하는 유속으로 조절한다.

㉔ 정량시험

㉔의 정성시험에서 시험용액의 가스크로마토그램의 피크 검출시간과 염화비닐표준용액의 가스크로마토그램의 염화비닐 피크의 검출시간이 일치할 때는 다음 시험을 한다.

㉔의 정성시험의 조작조건 1 또는 2중 어느 쪽이든 적절한 조건하에서 얻어진 시험결과를 기초로 하여, 시험용액 및 염화비닐표준용액중의 가스크로마토그래피를 실시하여 피크높이 또는 피크면적법으로 정량한다.

- 염화비닐표준용액 : 200ml의 메스플라스크에 에탄올 약 190ml를 넣고, 실리콘마개를 해서 중량을 측정한다. 이 메스플라스크를

메탄올·드라이아이스욕에서 냉각하고, 미리 액화한 염화비닐 약 200mg을 실리콘마개를 통해서 주입한다. 곧 무게를 측정하여 중량 a(mg)를 정확히 구한다. 실리콘마개를 통하여 메탄올·드라이아이스욕에서 냉각한 에탄올을 주입해 200ml로 한다. 곧 이것을 메탄올·드라이아이스욕에서 냉각하고 이 액 1ml를 취하여 메탄올·드라이아이스욕에서 냉각한 에탄올을 가해 200ml로 하고 다시 이 액 1ml를 취해서 메탄올·드라이아이스욕에서 냉각한 에탄올을 가하여 100ml로 한다. 메탄올·드라이아이스욕중에서 보존한다.

$$\text{표준용액의 보정계수} = \frac{a(\text{mg})}{200}$$

- 에탄올(염화비닐 시험용) : 에탄올(99.5 v/v%)에 황산 제1철을 가해서 증류하여 염화비닐의 시험을 방해하는 물질을 함유하지 아니한 것을 확인한다.

(3) 디부틸주석화합물

① 시험용액의 조제

검체 10g을 500ml의 공전플라스크에 취하여 사업화탄소 100ml 및 메탄올 50ml를 가하고, 환류냉각기를 달고 수욕상에서 때때로 흔들며 주면서 4시간 가열한다. 식힌 후 이 액을 여과하여 여액을 수욕상에서 증발건고하여 잔류물을 에탄올에 녹여서 5ml로 한다.

② 시험

시험용액과 디부틸주석 표준용액 각각 3 μ l를 미량용피펫을 사용하여 찍고, 바람으로 말린

다. 이 때 시험용액을 찍은 반점과 디부틸주석 표준용액을 찍은 반점의 중심간의 거리는 약 25mm가 되게한다. 이 여과지를 메탄올과 1N염산의 혼합용액(3:1)을 넣은 원통형 유리용기중에 여과지가 기벽에 닿지 않도록 주의하여 실이나 철사로 마개와 수직이 되게 매달고 여과지의 아래끝 약 10mm를 용매중에 잠기게 한 후 용기를 밀전하여 방치한다. 용매가 검액을 찍은 점에서 13cm 올라갔을 때 여과지를 용기에서 꺼내어 바람으로 말린다. 그 다음에 여과지를 암모니아 증기 중에 5분간 방치한 후 피로카테콜바이올렛시액을 분무할 때 디부틸주석표준용액에서 얻은 반점과 거의 같은 위치에 청색의 반점이 나타나서는 아니된다. 다만, 여지는 크로마토그래피용 3호를 10%프탈산디옥틸메탄올용액에 담근 후 바람으로 말린 것을 사용한다.

- 사염화탄소 : 사염화탄소(특급)를 사용한다.
- 암모니아 : 암모니아(특급)를 사용한다.
- 이염화디부틸주석 : 이염화디부틸주석을 99%이상 함유하는 것을 사용한다.
- 1N염산 : 염산(특급) 95ml에 물을 가하여 1,000ml로 한다.
- 피로카테콜바이올렛시액 : 피로카테콜바이올렛 0.1g을 물에 녹여 100ml로 한다.
- 디부틸주석표준용액 : 이염화디부틸주석 100mg을 알코올에 녹여 1,000ml로 한다.
- 10%프탈산디옥틸메탄올용액 : 프탈산디-2-에틸헥실(1호) 10g을 메탄올에 녹여 100ml로 한다.

(4) 크레졸인산에스테르

① 시험용액의 조제

시료를 가늘게 잘라 약 10g을 500ml 공전플라스크에 넣고 사염화탄소 100ml 및 메탄올 50ml를 첨가하고, 환류냉각기를 부착하여 수욕상에서 때때로 혼합하면서 4시간 가열한다. 식힌 후 이 액을 여과하고 여액을 감압하에서 가온농축하여 증발건고한다. 잔류물을 에탄올에 용해하여 5ml로 한다. 이 액 2.5ml를 공전플라스크에 넣고, 0.5N 에탄올성 수산화칼륨용액 60ml를 가하고 환류냉각기를 부착하여 수욕상에서 2시간 가열한다. 냉각 후 물 30ml를 가하고 감압농축하여 약 30ml로 하고 1N 황산 용액을 떨어뜨려 pH를 3으로 조정한다. 그 다음에 이 용액을 분액여두에 옮긴 후, 플라스크를 에틸에테르 20ml씩으로 2회 씻고, 씻은 액을 분액여두에 가하여 격렬하게 진탕한 후 정지한다. 이어서 하층을 다른 분액여두에 옮기고 에틸에테르 40ml씩으로 2회 추출하여 에틸에테르추출액과 합친다. 그 다음에 이 에틸에테르추출액을 쿠데르나데니쉬농축기(Kuderna-Danish Evaporator)를 사용하여 수욕상에서 약 1ml가 될 때까지 농축하고, 에탄올을 가하여 5ml로 한 것을 시험용액으로 한다.

② 정성시험

시험용액 및 크레졸 표준용액 각 5 μ l씩을 사용하여 다음과 같은 조작조건에서 가스크로마토그래피를 실시하여 시험용액의 가스크로마토그램의 피크 검출시간과 크레졸표준용액의 가스크로마토그램 피크 검출시간을 비교한다.

<조작조건 1>

- 칼럼담체 : 가스크로마토그래피용 규조토(표준망체 149~177 μ m)를 사용한다. 또는 이와 동등한 것
- 칼럼충전제 : 칼럼담체에 대하여 트리카실레닐포스페이트 10%와 인산 0.5%를 함유시킨다. 또는 이와 동등한 것
- 칼럼 : 내경 3~4mm, 길이 3m의 스텐레스관 또는 유리관을 사용한다.
- 칼럼온도 : 140°
- 주입부온도 : 220°
- 검출기 : 수소염이온화검출기를 사용한다. 220°부근에서 조작하고 수소 및 공기량은 검출감도가 최고가 되도록 조절한다.
- 이동가스 : 질소가스를 사용한다. m-크레졸이 약 10분에서 유출되도록 속도를 조절한다.

<조작조건 2>

- 칼럼담체 : 가스크로마토그래피용 규조토(표준망체 149~177 μ m)를 사용한다.
- 칼럼충전제 : 칼럼담체에 대하여 가스크로마토그래피용 변성라노린을 10% 함유시킨다. 또는 이와 동등한 것
- 칼럼 : 내경 3~4mm, 길이 3m의 스텐레스관 또는 유리관을 사용한다. 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 160°
- 주입부온도 : 250°
- 검출기 : 수소염이온화검출기를 사용한다. 250°부근에서 조작하고 수소 및 공기량은 검출감도가 최고가 되도록 조절한다.
- 이동가스 : 질소가스를 사용한다. m-크레졸이 약 15분에서 유출되도록 조절한다.

③ 정량시험

② 정성시험에서 시험용액의 가스크로마토그램 피크 검출시간이 크레졸표준용액의 가스크로마토그램 피크 검출시간과 1~3개가 일치할 경우는 다음의 시험을 행한다.

② 정성시험의 조작조건 1 또는 2 중 어느 것이든 적절한 조건 하에서 얻은 시험결과를 기초로 하여 시험용액 중의 크레졸피크 면적을 측정한다.

- 크레졸표준용액 : m-크레졸 0.044g, o-크레졸 0.044g 및 p-크레졸 0.044g을 에탄올에 녹여서 150ml로 한다.
- 트리카실레닐포스페이트 : 트리카실레닐포스페이트 95% 이상을 함유하는 것을 사용한다.
- 인산 : 인산(특급)을 사용한다.

(5) 휘발성물질

① 시험용액의 조제

검체 약 0.5g을 정밀히 달아 20ml 메스플라스크에 넣고 디메틸포름아미드를 적당량 가한다. 검체가 용해된 후 싸이클로펜탄올용액 1ml를 가하고, 이어 디메틸포름아미드를 가해서 20ml로 한다.

② 검량선의 작성

스티렌, 톨루엔, 에틸벤젠, 이소프로필벤젠 및 n-프로필벤젠 각각 약 50mg을 정밀히 달아 100ml 메스플라스크에 넣고, 디메틸포름아미드를 가해서 100ml로 한다. 이 용액 1, 2, 3, 4 및 5ml를 취하여 각각 20ml의 메스클라스크에 넣고, 각각 싸이클로펜탄올용액 1ml를 가한 후 디메틸포름아미드를 가해서 20ml로 한 것을 표준용액으로 한다. 표준용액을 각각 3 μ l씩 취하여, 다음 조작조건에서 가스크로마토그래피를 행하여 얻은 가스크

로마토그램으로부터 스티렌, 톨루엔, 에틸벤젠, 이소프로필벤젠 및 n-프로필벤젠의 피크면적과 싸이클로펜탄올의 피크면적과의 비를 구하여 각각의 검량선을 작성한다.

<조작조건>

- 칼럼담체 : 가스크로마토그래피용 규조토(표준망체 175~246 μ m)를 사용한다.
- 칼럼충전제 : 칼럼담체에 대해서 가스크로마토그래프용 폴리에틸렌글리콜을 25% 함유시킨다. 또는 이와 동등한 것
- 칼럼 : 내경 3~4mm, 길이 2~3m의 스테인레스관 또는 유리관을 이용한다. 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 90~110°
- 주입부온도 : 220°
- 검출기 : 수소염이온화 검출기를 사용한다. 220°부근에서 조작한다. 검출감도가 최고가 되도록 수소 및 공기량을 조절한다.
- 이동가스 : 질소가스를 사용한다. 싸이클로펜탄올이 15~20분에서 유출하는 유속으로 조절한다.

③ 시험

시험용액 3 μ l를 취하여, ② 검량선의 작성의 경우와 같은 조작조건에서 시험하여 얻은 가스 크로마토그램으로부터 각 피크면적과 싸이클로펜탄올의 피크면적과의 비를 구한다.

각각의 검량선을 사용해서 스티렌, 톨루엔, 에틸벤젠, 이소프로필벤젠 및 n-프로필벤젠 각각의 함량을 구하여, 다음식에 준해 각 성분의 농도를 구한다.

$$\text{농도(mg/kg)} = \frac{\text{성분의 함량(mg)}}{\text{검체의 중량(g)}} \times 1,000$$

- 디메틸포름아미드 : 디메틸포름아미드(특급)를 사용한다.
- 스티렌, 톨루엔, 에틸벤젠, 이소프로필벤젠, n-프로필벤젠 : 가스크로마토그래피용을 사용한다.
- 싸이클로펜탄올용액 : 싸이클로펜탄올(가스크로마토그래피용) 1ml 에디메틸포름아미드를 가해서 100ml로 하고, 이 액 10ml를 취하여, 디메틸포름아미드를 가해서 100ml로 한다.

(6) 염화비닐리덴

① 시험용액의 조제

시료를 5×5mm정도로 절단한 후 약 1g을 정밀히 달아 30ml 삼각 플라스크에 넣고 사염화탄소와 테트라하이드로퓨란 혼합용액(7:3)을 정확히 20ml를 가해 실리콘고무뚜껑으로 막은 후 50°를 유지하면서 때때로 진탕하여 30분간 방치한다. 이를 식힌 후 이 상등액을 시험용액으로 한다.

② 정성시험

시험용액 및 염화비닐리덴 표준용액 각각 10 μ l씩을 사용하여 다음의 조작조건에서 가스 크로마토그래피를 행한다. 시험용액의 가스크로마토그램의 피크검출시간과 염화비닐리덴표준용액의 가스크로마토그램의 염화비닐리덴 피크검출시간을 비교한다.

<조작조건>

- 칼럼담체 : 가스크로마토그래피용 규조토(177~250 μ m)를 사용한다.
- 칼럼충전제 : 칼럼담체에 대해서 가스크로마토그래프용 실리콘을 25% 함유시킨다. 또는 이와 동등한 것
- 칼럼 : 내경 3~4mm, 길이 3~4m의 유리관을 사용한다.

- 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 50~60°
- 주입부온도 : 100~150°
- 검출기 : 수소염이온화검출기를 사용한다. 200°부근에서 조작한다. 수소 및 공기량은 검출감도가 최고로 되도록 조절한다.
- 이동가스 : 질소를 이용한다. 염화비닐리덴이 약 3~4분에서 유출되도록 속도를 조절한다.
- 염화비닐리덴표준용액 : 100ml의 메스플라스크에 약 98ml의 사염화탄소와 테트라하이드로퓨란의 혼합용액(7:3)을 주입하여 실리콘고무마개를 한다. 이 플라스크에 염화비닐리덴을 정확히 250 μ l를 실리콘고무마개를 통해 주입한다. 다시 실리콘마개를 통해 사염화탄소와 테트라하이드로퓨란의 혼합용액(7:3)을 주입하여 100ml로 한다. 이 액 1ml를 취하여 사염화탄소와 테트라하이드로퓨란의 혼합용액(7:3)을 가하여 100ml로 하고 다시 그 1ml를 취하여 사염화탄소와 테트라하이드로퓨란의 혼합용액(7:3)을 가하여 100ml로 한다(0.25 μ l/l).

③ 정량시험

② 정성시험에서 시험용액의 가스 크로마토그램의 피크 검출시간과 염화비닐리덴표준용액의 가스 크로마토그램의 염화비닐리덴의 피크 검출시간이 일치할 때는 다음의 시험을 행한다.

② 정성시험의 조작조건하에서 얻은 시험결과를 토대로 시험용액 중의 염화비닐리덴의 피크높이 또는 면적을 측정한다.

- 염화비닐리덴 : 순도 99% 이상을 사용한다.
- 테트라하이드로퓨란 : 가스크

로마토그래피상에서 염화비닐리덴의 분석에 지장이 없는 것을 확인한다.

(7) 바륨

① 시험용액의 조제

검체 약 2g을 정확히 달아 백금제 또는 석영제의 도가니에 취한다. 약 300°의 직화상에서 서서히 탄화한 후 약 450°에서 가열회화한다. 이 잔류물에 0.1N 질산 20ml를 가해서 용해하여 이것을 바륨의 시험용액으로 한다.

② 시험

2. 합성수지제 시험방법 1) 재질시험 (1) 납 및 카드뮴 ② 시험에 따라 시험한다. 다만, 램프는 바륨중공음극램프를, 파장은 553.6nm에서 시험한다.

- 바륨표준용액 : 질산바륨 190.3mg을 0.1N질산에 용해하여 500ml로 한다. 이 액 10ml를 취하여 0.1N질산을 가하여 100ml로 한다.

(8) 비스페놀 A(페놀 및 *p*-터셔리부틸페놀 포함)

① 시험용액의 조제

시료를 5×5mm정도로 가늘게 잘라 약 1g을 정밀히 달아 200ml 삼각플라스크에 넣고, 이것을 교반기(Stirrer)에서 디클로로메탄 20ml를 가하여 용해시킨다. 시료를 용해시킨 후 잘 교반하면서 아세톤 100ml를 서서히 떨어뜨려 중합체를 석출시키고 매분 3,000rpm으로 약 10분간 원심분리한 후 상등액을 감압농축기를 이용하여 약 2ml로 될 때까지 농축한다. 이어서 아세트니트릴 10ml를 가하고 다시 물을 가하여 20ml로 한다. 이 용액 1ml를 취하여 0.5 μ m이하의 멤브레인필터로 여과하여 시험용액으로 한다.

② 정성시험

다음의 조작조건에서 액체크로마토그래피를 행하여 시험용액의 액체크로마토그램의 피크검출시간과 비스페놀 A, 페놀 및 *p*-터셔리부틸페놀의 액체크로마토그램의 각각의 피크검출시간을 비교한다.

<조작조건>

- 고속액체크로마토그래피 : 자외부흡수검출기가 부착되고 농도기울기(gradient)용출이 가능한 것
- 칼럼충전제 : 옥타데실관화합 결합 실리카겔 또는 이와 동등한 것
- 칼럼 : 내경 4.6mm, 길이 250mm의 ODS 스텐레스관을 사용한다. 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 40°
- 검출파장 : 217nm
- 이동상 : A(아세트니트릴) : B(물)=3 : 7
- 농도분배 : A : B(3 : 7)에서 A : B(100 : 0)까지 직선농도분배를 35분간 한 후 아세트니트릴을 10분간 흘려준다.
- 유속 : 1.0ml/min

③ 정량시험

② 정성시험에서 시험용액 액체크로마토그램의 피크검출시간과 비스페놀 A, 페놀 및 *p*-터셔리부틸페놀의 액체크로마토그램의 검출시간과 일치할 때는 다음의 시험을 행한다.

② 정성시험의 조작조건에 의해 얻은 실험결과를 토대로 하여 시험용액 중의 비스페놀 A, 페놀 및 *p*-터셔리부틸페놀을 합하여 비스페놀 A(페놀 및 *p*-터셔리부틸페놀 포함)의 함량을 구한다.

<검량선 작성>

비스페놀 A 표준원액을 취해 물·아세트니트릴(7 : 3)로 희석

하여, 1~25 µg/ml의 표준용액으로 하고, 시험용액과 같이 고속액체크로마토그래피를 하여 얻어진 피크높이 또는 피크면적에 따라 검량선을 작성한다.

- 비스페놀 A 표준원액 : 비스페놀 A, 페놀 및 *p*-터셔리부틸페놀(순도 98% 이상) 50mg을 달아 메탄올에 용해하여 50ml로 한다. 본 액 1ml는 각 표준품 1mg을 함유한다(각 1mg/ml).

- 아세트니트릴 : 고속액체크로마토그래피용을 사용한다.

(9) D-페닐카보네이트

① 시험용액의 조제

(8) 비스페놀 A 시험방법과 동일하게 조작하여 시험용액을 조제한다.

② 정성시험

아래 조작조건에서 액체크로마토그래피를 행하여 시험용액의 액체크로마토그램의 피크검출시간과 D-페닐카보네이트 액체크로마토그램의 검출시간을 비교한다. (8) 비스페놀 A의 시험조작조건을 따른다.

- 디페닐카보네이트표준원액 : 디페닐카보네이트표준품(순도 97% 이상) 50mg을 달아 메탄올에 용해하여 50ml로 한다. 본 액 1ml는 각 표준품 1.0mg을 함유한다(1mg/ml).

- 아세트니트릴 : 고속액체크로마토그래피용을 사용한다.

③ 정량시험

② 정성시험에서 시험용액의 액체크로마토그램 피크검출시간과 D-페닐카보네이트의 액체크로마토그램의 피크검출시간이 일치할 때 다음의 시험을 한다.

② 정성시험의 조작조건하에서 얻은 실험결과를 토대로 시험용액중의 D-페닐카보네이트 피크

를 피크높이법 또는 면적법으로 계산한다.

(10) 아민류(트리에틸아민 및 트리부틸아민에 한함)

① 시험용액의 조제

시료 1.0g을 200ml의 삼각플라스크에 넣고 디클로로메탄 20ml를 가하여 시료를 녹인 후 잘 교반하면서 아세톤 100ml를 서서히 가하여 매분 3,000rpm으로 10분간 원심분리를 한다. 상등액을 감압농축기를 이용하여 농축한 후 건고한다. 이어서 디클로로메탄을 가하여 2ml로 한다. 이것을 시험용액으로 한다.

② 정성시험

다음의 조작조건에서 가스크로마토그래피를 행하여 시험용액의 가스크로마토그램의 피크검출시간과 트리에틸아민과 트리부틸아민 각각의 가스크로마토그램의 피크검출시간을 비교한다.

<조작조건>

- 칼럼 : 내경 0.32mm, 길이 30m의 규산유리제 모세관에 가스크로마토그래피용 디메틸폴리실록산을 5 μ m의 두께로 코팅한 것. 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 150°에서 5분간 유지하고 그 후 매분 20°로 상승시켜 250°까지 도달시킨 후 5분간 유지한다.
- 주입부온도 : 200°
- 검출기 : 알카리열이온화검출기 또는 고감도질소인 검출기를 이용한다. 250°부근에서 조작한다. 공기량 및 수소량은 검출감도가 최고가 되도록 조절한다.
- 주입방식 : 스플릿(split) 15:1
- 이동가스 : 헬륨(He)을 사용한다. 트리에틸아민이 3~4분에서 유출되도록 속도를 조

절한다.

- 트리에틸아민, 트리부틸아민 표준용액 : 트리에틸아민, 트리부틸아민 각각 50mg을 달아 디클로로메탄을 가하여 100ml로 한다. 이 액 1ml를 취하여 디클로로메탄을 가하여 전량을 100ml로 한 다음 이 액 10ml를 취하여 디클로로메탄을 가하여 100ml로 한다(각 0.5 μ g/ml).

③ 정량시험

② 정성시험에서 시험용액의 가스크로마토그램의 피크검출시간이 트리에틸아민 또는 트리부틸아민의 가스크로마토그램의 피크검출시간과 일치할 때는 다음의 시험을 행한다.

② 정성시험의 조작조건하에서 얻은 시험결과를 토대로 시험용액중의 트리에틸아민 및 트리부틸아민 각각에 대하여 피크높이법 또는 피크면적법으로 정량을 행한다. 트리에틸아민 및 트리부틸아민을 합하여 아민류의 양을 구한다.

- 트리에틸아민 : 트리에틸아민 99% 이상을 함유한 것
- 트리부틸아민 : 트리부틸아민 98% 이상을 함유한 것

2) 용출시험

(1) 시험용액의 조제

검체를 물로 씻은 후 식품에 접촉하는 면에 대하여 각 시험법에 규정되어 있는 침출용액을 사용하여 다음과 같이 조제한다.

액체를 넣을 수 있는 검체(액체를 넣을 수 있는 형태로 된 기구·용기류를 말하며 일반적인 포장류는 제외한다)에 있어서는 60°로 가열한 침출용액을 가득 채워 시계접시로 덮고 60°를 유지하면

서 때때로 저어가며 30분간 방치한다.

액체를 넣을 수 없는 검체(액체를 넣을 수 없는 형태로 된 기구·용기류와 포장류를 말한다)에 있어서는 표면적(표리가 동일한 검체는 양면의 표면적을 합하여 계산한다) 1cm²에 대하여 2m²의 비율로 60°로 가열한 침출용액에 검체를 담근 후 시계접시로 덮고 60°를 유지하면서 때때로 저어가며 30분간 방치한다.

또한 표리가 동일치 않은 시료의 경우에는 표면적을 측정하여 물로 잘 씻은 후 아래 그림과 같은 장치를 이용하여 고무제 대판위에 내용물이 직접 접촉하는 면을 위로 향하게 놓고 스텐레스제 또는 유리제 원통상의 통을 올려놓고 금속조절나사를 이용하여 단단히 고정시키고 표면적 1cm²당 2m²의 비율로 60°로 가온한 침출용액을 넣은 후 시계접시를 덮고 때때로 흔들어서 30분간 침출하여 이것을 시험용액으로 한다.

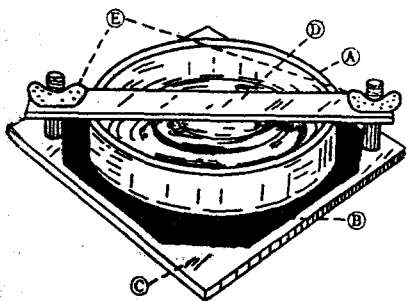


그림 1. 단면용출법에 사용하는 용출용 기구

용출표면적을 정확히 100cm²로 한 경질유리제 및 스텐레스스틸제의 링(직경 112.8±0.1mm, 높이 35mm) ①과 실리콘고무매트 ②를 부착한 스텐레스스틸제대판(약 150×150mm) ③ 내리누르는 막대기(스텐레스스틸제) ④ 및 고정조절나사 ⑤(폭 약 30mm)로 구성되어 있다.

다만, n-헵탄을 침출용액으로 하는 경우에는 25°에서 1시간 방치한다. 그리고 사용온도가 100°이상인 검체의 경우에 있어서 물 또는 4%초산용액을 침출용액으로 하는 경우에는 95°로 유지하면서 30분간 방치한다.

(2) 증발잔류물

다음 표의 제1란에 있는 식품에 해당하는 용기·포장은 각각 제2란에 있는 용매를 침출용액으로 사용하여 만든 시험용액에 대하여 다음의 시험을 한다.

다만, 페놀수지, 멜라민수지, 요소수지, 폴리아세탈 및 기구에 대하여는 4%초산을 사용한다.

제 1 란		제 2 란
유지 및 지방성 식품		n-헵탄
주 류		20%알코올
유지·지방성식품과	pH 5이하인 식품	4%초산
주류 이외의 식품	pH 5를 초과하는 식품	물

시험용액 200~300ml(n-헵탄을 침출용액으로 한 경우에는 시험용액 200~300ml를 가지형 플라스크에 취하여 감압농축하여 2~6ml로 한 농축액과 그 플라스크를 n-헵탄 약 5ml씩으로 2회 씻은 세액)를 미리 105°에서 건조시킨 증량을 알고 있는 백금제 또는 석영제의 증발접시에 취하여 수욕상에서 증발건고한다. 이어서 105°에서 2시간 건조시킨 후 데시케이터 중에 방냉한다. 이를 식힌 후 칭량하여 증발접시의 전후의 무게차 a(mg)를 구하고 다음 식에 따라 증발잔류물의 양을 구한다.

증발잔류물(mg/ℓ)

$$= \frac{(a-b) \times 1,000}{\text{시험용액채취량}(ml)}$$

b: 시험용액과 같은 양의 침출용액

에 대하여 얻은 공시험치(mg)

<시약>

- n-헵탄 : n-헵탄(특급)을 사용한다.
- 20%알코올 : 에탄올(95v/v%) (특급) (4→19)을 사용한다.
- 초산 : 빙초산(특급)을 사용한다.

(3) 과망간산칼륨소비량

침출용액으로서 물을 사용하여 만든 시험용액에 대하여 다음의 시험을 한다. 삼각플라스크에 물 100ml, 희석한 황산(1→3) 5ml 및 0.01N 과망간산칼륨용액 5ml를 넣고 5분간 끓인 후 액을 버리고 물로 씻는다. 이 삼각플라스크에 시험용액 100ml를 취하여 희석한 황산(1→3) 5ml를 가하고 다시 0.01N 과망간산칼륨용액 10ml를 가하여 5분간 끓인 다음 가열을 중지하고 즉시 0.01N 수산화나트륨용액 10ml를 가하여 탈색시킨 후 0.01N 과망간산칼륨용액으로 엷은 홍색이 없어지지 아니하고 남을 때까지 적정한다. 따로 같은 방법으로 공시험을 행하고 다음 식에 따라 과망간산칼륨소비량을 구한다.

과망간산칼륨소비량(mg/ℓ)

$$= \frac{(a-b) \times F \times 1,000}{100} \times 0.316$$

- a : 본시험의 0.01N 과망간산칼륨액의 적정량(ml)
- b : 공시험의 0.01N 과망간산칼륨액의 적정량(ml)
- F : 0.01N 과망간산칼륨액의 역가

(4) 중금속

침출용액으로 4%초산을 사용하여 만든 시험용액에 대하여 다음의 시험을 한다. 시험용액 20ml를 네슬러관에 취하고 물을 가하

여 50ml로 한다. 따로 납표준용액 2ml를 네슬러관에 취하고 4%초산 20ml 및 물을 가하여 50ml로 하여 비교표준액으로 한다. 양액에 황화나트륨시액 2방울씩을 가하여 잘 섞어 5분간 방치한 후 양관을 백색을 배경으로 하여 위 및 옆에서 관찰할 때 시험용액의 색이 비교표준용액의 색보다 진하여서는 아니된다.

- 납표준용액 : 제7. 일반시험법 6. 유해성금속시험법 3) 금속별시험 (2) 납중의 납표준용액과 같다(1μg/ml).
- 황화나트륨시액 : 황화나트륨 5g을 물 10ml 및 글리세린 30ml의 혼액에 녹인다.

(5) 안티몬

침출용액으로 4%초산을 이용하여 만든 시험용액에 대하여 다음의 시험을 한다. 시험용액 200ml를 분해플라스크에 취하고, 황산 5ml를 넣은 다음 흰 연기가 발생할 때까지 가열농축한다. 식힌 후, 액이 투명하게 될 때까지 과산화수소를 한 방울씩 약 1~2ml를 가하여 다시 흰 연기가 발생할 때까지 가열농축한다. 이 때 액이 착색되어 있으면 위의 조작을 반복한다. 식힌 후 소량의 물을 가하여 50ml의 메스플라스크에 옮기고 요오드·아스코르빈산시액 10ml 및 물을 넣어 50ml로 한다. 따로 4%초산을 사용하여 시험용액과 동일하게 조작하여 얻은 용액을 대조액으로 하여 파장 330nm에서 흡광도를 측정한다.

- 안티몬표준용액 : 금속안티몬 500mg을 취하여 황산 25ml에 넣고 가열하여 녹인다. 식힌 후 희석한 황산(1→6)을 넣어 500ml로 한다. 이 액 1ml를 취하여 희석한 황산(1→6)을 넣어 100ml로 한다. 다시 이 액

1ml를 50ml메스플라스크에 취하여 황산(1→2) 10ml, 요오드·아스코르빈산시액 10ml 및 물을 가하여 50ml로 한다.

- 요오드·아스코르빈산시액 : 요오드화칼륨 112g과 L-아스코르빈산 20g을 물에 녹여 500ml로 한다.

(6) 게르마늄

침출용액으로 4%초산을 이용하여 만든 시험용액에 대하여 다음의 시험을 한다. 시험용액 200ml를 분해플라스크에 취하고, 황산 5ml를 넣은 다음 흰 연기가 발생할 때까지 가열농축한다. 식힌 후, 액이 투명하게 될 때까지 과산화수소를 한 방울씩 약 1~2ml를 넣어 다시 흰 연기가 발생할 때까지 가열농축한다. 이 때 액이 착색되어 있으면 위의 조작을 반복한다. 식힌 후 소량의 물을 사용하여 20ml의 메스플라스크에 옮기고, 다시 물을 넣어 20ml로 한다. 이 액 10ml, 염산 30ml 및 사염화탄소 20ml를 분액여두에 넣고 2분간 격렬하게 진탕한 후 사염화탄소층을 취한다. 이것을 사염화탄소 추출액으로 한다. 이어서 20ml의 메스플라스크에 0.05% 페닐플루오론시액 2ml 및 에탄올 6ml를 넣어 혼합한 액에 위의 사염화탄소추출액 10ml를 넣고 다시 에탄올을 넣어 정확히 20ml로 한다. 따로 4%초산을 사용하여 시험용액과 동일하게 조작하여 얻은 용액을 대조로 하여 파장 508nm에서 흡광도를 측정한다.

- 게르마늄비색표준용액 : 이산화게르마늄 144mg을 백금접시에 넣고 무수탄산나트륨 1g을 넣어 충분히 섞은 후 가열용해하고 식힌 후 물을 넣어 녹인다. 염산을 넣어 중화한 다음 염산 1ml를 더 넣고 다시 물을 가하

여 100ml로 한다. 이 액 1ml를 취하여 물을 넣어 200ml로 한다. 이 액 1ml를 취하여 다시 사염화탄소 20ml를 가하여 2분간 격렬하게 진탕한 후, 사염화탄소층을 분취하여 이것을 사염화탄소의 추출액으로 한다. 미리 0.05% 페닐플루오론시액 2ml와 에탄올 6ml를 20ml메스플라스크에 넣고, 혼합하여 이것에 사염화탄소추출액 10ml를 가하고 다시 에탄올을 가하여 20ml로 한다.

- 0.05% 페닐플루오론시액 : 페닐플루오론(phenylfluorone) 0.05g을 염산 0.5ml를 함유한 에탄올에 녹여 100ml로 한다.

(7) 페놀

① 정성시험

침출용액으로서 물을 사용하여 만든 시험용액에 대하여 다음의 시험을 한다. 시험용액 5ml를 시험관에 취하고 이에 염화제이철시액을 첨가할 때 자색을 나타내어서는 아니된다.

- 염화제이철시액 : 염화제이철 9g을 물에 녹여 100ml로 한다.

② 정량시험

물 또는 4%초산을 이용해 얻은 시험용액 30ml를 비색관에 취하고(4%초산 용출용액일 경우는 4N수산화나트륨 용액을 사용하여 초산을 중화하고, BTB 시험지를 사용하여 pH를 약 7.0으로 조절한다), 붕산완충액 3ml를 가해서 잘 흔들어 섞은 후 4-아미노안티피린용액 5ml 및 페리시안화칼륨용액 2.5ml를 가한 후 물로 전량이 50ml가 되게 잘 혼합한다. 실온에서 10분간 방치한 후, 파장 510nm에서의 흡광도를 측정하여 검량선으로부터 시험용액 중에 페놀농도를 구한다.

<검량선의 작성>

따로 페놀표준용액 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 및 2.5ml를 비색관에 취하고, 각각에 물을 가하여 30ml로 하고 이것에 붕산완충액 3ml를 가한다. 이하 시험용액과 마찬가지로 조작하여 검량선을 작성한다.

- 페놀표준용액 : 페놀(특급)을 정확히 달아 1ml중 10mg의 페놀을 함유하도록 녹여서 원액으로 한다. 그 다음에 원액 1ml를 정확히 취하고 이것을 물로 100ml로 한 액을 표준용액으로 한다(100 µg/ml).
- 4-아미노안티피린용액 : 4-아미노안티피린(특급) 1.36g을 물에 녹여서 전량이 1,000ml가 되게 한다.
- 붕산완충액 : 1N수산화나트륨용액 · 1M붕산(9 : 10)
- 페리시안화칼륨용액 : 페리시안화칼륨용액 ($K_3Fe(CN)_6$, 특급) 8.6g을 물에 녹이고, 암모니아수 1.8ml 및 물로 전량이 1,000ml가 되게 한다.

(8) 포름알데히드

침출용액으로서 물을 사용하여 만든 시험용액에 대하여 다음의 시험을 한다. 시험용액 5ml를 시험관에 취하고 이에 아세틸아세톤시액 5ml를 가하여 섞은 후 비등수욕 중에서 10분간 가열하고 식힌 다음 파장 425nm에서 흡광도를 측정한다(다만, 시험용액이 착색되었을 경우에는 시험용액 200ml 및 물 50ml를 증류기에 취하고 이에 20%인산 1ml를 가한 후 200ml의 메스실린더에 물 5~10ml를 넣고 냉각기에 아답터가 물에 잠기게 하여 증류한다. 유액이 약 190ml에 달하였을 때 증류를 그치고 물을 가하여 200ml로 한다. 이 중 5ml를 취하여 시험한다).

- 포름알데히드표준용액 : 헥사민(특급) 77.8mg을 물에 녹여서 1ℓ로 한다. 이 액 4ml에 물을 가하여 100ml로 한다.
- 아세틸아세톤시액 : 초산암모늄 150g을 물에 녹이고 이에 빙초산 3ml와 아세틸아세톤 2ml를 가하고 다시 물을 가하여 1,000ml로 한다. 사용할 때마다 만든다.

(9) 메틸메타크릴레이트(methyl methacrylate)

- ① 시험용액의 조제
침출용액으로 20%에탄올을 사용하여 만든다.
- ② 정성시험
시험용액 및 메틸메타크릴레이트표준액을 각각 5ml씩 사용하여 다음의 조작조건에서 가스 크로마토그래피를 행하여 시험용액 가스 크로마토그램의 피크 검출시간과 메틸메타크릴레이트표준용액 가스 크로마토그램의 메틸메타크릴레이트의 피크 검출시간을 비교한다.

<조작조건>

- 칼럼담체 : 가스 크로마토그래프용 규조토(표준망체 177~250µm)
- 칼럼충전제 : 칼럼담체에 대하여 가스 크로마토그래프용 D-솔비톨을 30% 함유시킨다. 또는 이와 동등한 것
- 칼럼 : 내경 3~4mm, 길이 3~4m의 스텐레스관 또는 유리관을 사용한다. 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 70~80°
- 주입부온도 : 150°
- 검출기 : 불꽃염이온화검출기를 사용한다. 150°부근에서 조작한다. 수소 및 공기량은 검출감도가 최고가 되도록 조절한다.
- 이동가스 : 질소를 이용한다.

메틸메타크릴레이트가 약 2~3분에서 유출하는 속도로 조절한다.

- 메틸메타크릴레이트표준용액 : 메틸메타크릴레이트(특급) 약 1.5g을 정확히 재어 20% 에탄올에 녹여서 1,000ml로 한다. 이 용액 1.0ml는 메틸메타크릴레이트 1.5mg을 함유한다. 희석할 경우는 20% 에탄올을 사용한다.

③ 정량시험

- ② 정성시험에서 시험용액의 가스크로마토그램의 피크 검출시간과 메틸메타크릴레이트표준용액의 가스크로마토그램의 메틸메타크릴레이트 피크 검출시간이 일치할 때는 다음의 시험을 한다.
- ② 정성시험의 조작조건하에서 얻은 시험결과를 토대로 시험용액 중의 메틸메타크릴레이트의 피크높이를 측정한다.

(10) 카프로락탐(caprolactam)

- ① 시험용액의 조제
침출용액으로서 20% 에탄올을 사용하여 조제한다.
- ② 정성시험
시험용액과 카프로락탐표준용액을 각 2 μ l씩 사용하여 다음 조작조건하에서 가스크로마토그래피를 행하여 시험용액의 가스크로마토그램의 피크 검출시간과 카프로락탐표준용액의 가스크로마토그램의 피크 검출시간을 비교한다.

<조작조건>

- 가스크로마토그래피 : 불꽃이온화검출기(FID)를 가진 것
- 칼럼담체 : 가스크로마토그래프용 규조토(149~177 μ m)를 사용한다.
- 칼럼충전제 : 5% 폴리에틸렌 글리콜 + 2% 수산화칼륨/셀라이트(cellite 545) 또는 이

와 동등한 것

- 칼럼 : 내경 3~4mm, 길이 1~2m의 유리제 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 170°
- 주입부온도 : 250°
- 검출기 : 250° 부근에서 조작한다.
- 이동가스 : 질소가스를 사용한다. 카프로락탐이 약 7분에서 유출하는 속도로 조절한다. 수소 및 공기량은 검출감도가 최고가 되도록 조작한다.
- 카프로락탐 표준용액 : 카프로락탐(특급) 1.5g을 20% 에탄올에 녹여서 1,000ml로 한다. 이 액 1ml를 취하여 20% 에탄올을 가하여 100ml로 한다(15mg/l).

③ 정량시험

- ② 정성시험의 조작조건하에서 얻은 실험결과를 토대로 시험용액 중의 카프로락탐피크를 피크높이 또는 면적을 측정하여 얻어진 검량선으로부터 시료중의 함량을 계산한다.

<검량선의 작성>

카프로락탐 표준용액 0, 5.0, 10.0, 15.0, 20.0 및 25.0ml를 취해 20% 에탄올을 첨가하여 100ml로 하고, 이것을 검량선용 표준용액으로 한다. 이것에 대해 시험용액과 동일한 조건에서 얻어진 가스크로마토그램으로부터, 피크높이 또는 면적을 측정해서 검량선을 작성한다.

- 물 : 이온교환수지를 통과시킨 후 증류한다.

(11) 비스페놀 A(페놀 및 p-터셔리부틸페놀을 포함한다)

- ① 유지 및 지방성식품의 용기·포장의 경우
시료를 물에 잘 씻은 후, 시료의 표면적 1cm에 대하여 2ml의

비율로 n-헵탄을 침출용액으로 사용하여 25° 유지하면서 1시간 방치한다. 이 액 25ml를 분액여두에 옮겨 아세토니트릴 10ml를 가하여 5분간 격렬하게 진탕한 후 정지하여 아세토니트릴층을 25ml 메스플라스크에 옮긴다. n-헵탄층에 아세토니트릴 10ml를 가하여 위와 동일하게 조작하여 아세토니트릴층을 위의 메스플라스크에 합한다. 이어서 아세토니트릴을 가하여 전량을 정확히 25ml로 한다. 이것을 시험용액으로 하여 2. 합성수지제 시험방법 1) 재질시험 (8) 비스페놀 A의 시험방법에 따라 측정한다.

- ② 유지 및 지방성 식품이외 식품의 용기·포장의 경우
다음 표 제1란에 있는 식품의 용기·포장은 각각 제2란에 있는 용매를 추출용액으로 사용하여 만든 시험용액에 대하여 2. 합성수지제 시험방법 1) 재질시험 (8) 비스페놀 A의 시험방법에 따라 측정한다.

제 1 란		제 2 란
주 류		20%에탄올
유지·지방성식품과	pH 5이하인 식품	4%초산
주류 이외의 식품	pH 5를 초과하는 식품	물

(12) 이소시아네이트

① 시험용액의 조제

아래 표의 제1란에 있는 식품에 해당하는 용기·포장은 각각 제2란에 있는 용매를 침출용액으로 사용하고 기구는 4%초산을 침출용액으로 사용하여 시험용액을 조제한다.

제 1 란		제 2 란
유지 및 지방성식품		n-헵탄
주 류		20%알코올
유지·지방성식품과	pH 5이하인 식품	4%초산
주류 이외의 식품	pH 5를 초과하는 식품	물

② 시험용액의 전처리

시험용액 50ml를 100ml 가지형 플라스크에 취하여 염산(35%) 1ml를 가하고 65~70°로 조절된 감압농축기(Rotary evaporator)에서 감압건조한 후, 산용매 15ml 및 아세톤 1ml를 가하여 용해한 후 25ml메스플라스크에 옮겨 넣는다(이하 검액이라 한다).

③ 시험

검액을 넣은 메스플라스크에 디아조화시약 0.5ml를 가하여 혼합한 후 3분간 방치한다. 설과민산용액 1ml를 가하여 진탕후 3분간 방치한 후 나프칠에칠디아민용액 1ml 및 탄산나트륨용액 1ml를 가하여 혼합하고 15분간 방치한 후 25ml까지 증류수를 가하여 혼합한다. 셀(10ml)에 옮겨 공시험을 대조로 하여 파장 550nm에서 흡광도를 측정한다. 따로, 산용매 15ml 및 아세톤 1ml를 25ml 메스플라스크에 취하여 앞의 시험조작을 하여 공시험으로 보정한다.

④ 검량선 작성

아래표에 나타난 용액을 25ml 메스플라스크에 취하여 표준예를 작성하여 ③ 시험과 동일한 방법으로 조작하여 이소시아네이트모노머량과 흡광도와의 관계를 스폿트(spot)하여 검량선을 작성한다.

No.	1	2	3	4	5
시 액					
표준용액 B(ml)	0	1	2	4	6
산용매 (ml)	15	14	13	11	9
아세톤	1	1	1	1	1
	공시험				

<표준용액조제>

㉞ 표준용액 A

이소시아네이트모노머 약 100mg

을 100ml 메스플라스크에 취하여 정확하게 칭량한 후 빙초산 60ml를 가하여 녹이고 증류수를 가하여 100ml로 한다.

㉔ 표준용액 B

표준용액 A 5ml를 1 l 메스플라스크에 취하여 빙초산 19ml, 염산(35%) 35ml 및 증류수를 가하여 1 l로 한다. 이 용액은 이소시아네이트모노머 5 µg/ml에 해당한다.

⑤ 계산

검량선에서 이소시아네이트모노머량(µg)을 구하고 다음식에 따라 용출시험용액중에 이소시아네이트모노머농도(µg/ml)를 산출한다.

$$\text{이소시아네이트모노머}(\mu\text{g/ml}) = \frac{\text{검량선에서 얻은 이소시아네이트모노머}(\mu\text{g})}{\text{용출시험액량(ml)}}$$

<시액조제>

- 산용매 : 염산(35%) 35ml와 빙초산 22ml를 가하고 물로 1 l가 되게 한다.
- 디아조화시약 : 아질산나트륨 3g 및 브롬화나트륨 5g을 증류수에 녹여 100ml로 한다.
- 설파민산용액 : 설파민산 10g을 증류수 100ml에 녹인다.
- 나프칠에칠디아민용액 : N-(1-나프칠)-에칠디아민이 염산염 50mg에 증류수 25ml와 염산(35%) 1ml를 가하여 용해한 후 증류수로 50ml로 한다.
- 탄산나트륨용액 : 무수탄산나트륨 160g을 증류수에 용해하여 전량을 1 l로 한다.

(13) 멜라민(melamine, 2, 4, 6-triamino-1, 3, 5-triazine; 2, 4, 6-triamino-s-triazine)

① 시험용액의 조제

시료를 물로 잘 씻은 후 물을 침출용액으로 사용하여 만든 시험용액 또는 이것을 증발건고하여 일정량의 물 또는 이동상에 용해한 것으로 한다.

② 정성시험

시험용액 및 표준용액에서 10~20 µl를 달아 아래 분석조건에 따라 고속액체크로마토그래피를 행하여 시험용액 및 표준용액에서 얻은 크로마토그램의 피크 검출시간을 비교하여 정성시험을 행한다.

<분석조건>

- 고속액체크로마토그래피 : 자외부흡수검출기를 가진 것
- 칼럼 : 내경 4.6mm, 길이 25cm의 ODS계의 스텐레스관 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 실온 또는 40°
- 이동상 : 0.1M 인산완충액(pH 3.0)
- 유속 : 0.8ml/min
- 검출파장 : 235nm
- 멜라민표준용액 : 멜라민 100mg을 정밀히 달아 물에 녹여 100ml로 한다. 이 용액 10ml에 물을 가하여 100ml로 하여 표준용액으로 한다(0.1mg/ml).

③ 정량시험

시험용액 중에 멜라민을 확인한 경우 미리 작성한 검량선을 이용하여 멜라민을 정량한다.

<검량선 작성>

멜라민의 농도가 1~100 µg/ml로 되도록 멜라민표준용액을 물 또는 이동상으로 희석하고 그 10 µl를 고속액체크로마토그래피를 실시하여 분석하여 피크높이 또는 면적으로부터 검량선을 작성한다.

- 0.1M 인산완충액 : 0.1M 인산일칼륨(KH₂PO₄)용액에 인산을 가하여 pH 3.0으로 한다.

(14) 불소이온

① 시험용액의 조제

침출용액으로 물을 사용하여 만든 시험용액 일정량을 취하여 0.22 μ m의 필터로 여과하여 사용한다.

② 시험

시험용액의 일정량(50~100 μ l)을 취하여 이온크로마토그래피에 주입한다. 여기서 얻은 피크에 대하여 불소이온의 검출시간과 피크높이 또는 피크면적을 측정한다. 시험용액과 동일한 단계적으로 농도를 희석한 표준용액의 일정량을 주입하여 얻은 피크높이 또는 피크면적에서 검량선을 작성하여 이것에 따라 정량한다.

- 불소이온표준용액(F⁻) : 미리 105~110°에서 건조한 불화나트륨(특급) 0.2210g을 정밀히 달아 1l 메스플라스크에 넣고 증류수를 가하여 전량을 1,000ml로 한다. 이것을 표준원액으로 한다. 이 용액은 2주 정도 보관이 가능하다. 이것을 10배로 희석하여 표준용액으로 한다. 사용시 조제한다(0.01mg/ml).

③ 기구

㉞ 이온크로마토그래피

- i) 스프레샤형 : 스프레샤 시스템 및 전기전도도 검출기를 부착한 것
- ii) 비스프레샤형 : 전기전도도 검출기를 부착한 것
- iii) 간접흡광도형 : 자외부흡수검출기를 부착한 것

㉟ 분리칼럼

- i) 스프레샤형칼럼 : 폴리스티렌 표층피복을 한 음이온교환수지(10~15 μ m)를 칼럼(내경 4.0~4.6mm, 길이 25cm)에 충전한 것. 또는 이와 동등한 것

- ii) 비스프레샤형칼럼 : 폴리스티렌 표층피복을 한 음이온교환수지, 표면이 다공성의 폴리아글리레토(10~12.5 μ m) 또는 전공성실리카겔(6 μ m)을 칼럼(내경 4.6mm, 길이 5~10cm)에 충전한 것. 또는 이와 동등한 것

- iii) 간접흡광도검출형칼럼 : 실리카겔로 표층피복을 한 음이온교환수지(30 μ m) 또는 표면이 다공성폴리아글리레토(5 μ m)를 칼럼(내경 2.1~6mm, 길이 5~50cm)에 충전한 것. 또는 이와 동등한 것

④ 이온크로마토그래피 분석조건

㉞ 스프레샤형

- 칼럼 : 음이온교환체(폴리스티렌표층피복형 내경 4~4.6mm, 길이 10~25cm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 실온 ~40°
- 전기전도도검출기온도 : 실온 ~40°
- 분리액유속 : 1~2ml/min
- 스프레샤용액유속 : 2~4ml/min

㉟ 비스프레샤형

- 칼럼 : 음이온교환체(친수성 포라스폴리마 내경 4~4.6mm, 길이 5~25cm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 실온 ~40°
- 분리액유속 : 1~2ml/min

㊱ 간접흡광도형

- 칼럼 : 음이온교환체(실리카표층피복형 내경 2.1~6mm, 길이 5~50cm) 또는 이와 동등한 것
- 칼럼온도 : 실온 ~40°
- 분리액유속 : 1~2ml/min
- 자외부검출기 : 파장 210~280nm

<분리액>

- i) 스프레샤형 분리액 : 2~4mM 탄산나트륨, 0.75~4mM 탄산수소나트륨(NaHCO₃) 농도가 되도록 혼합한 것. 이것을 0.22 μm이하의 필터로 여과하여 사용한다.
- ii) 비스프레샤형 분리액 : 1.3mM 클리콘산, 1.3mM Na₂B₄O₇, 12% 아세토니트릴(pH 8.5)의 농도가 되도록 혼합한 것. 이것을 0.22 μm이하의 필터로 여과하여 사용한다.
- iii) 간접흡광도법용 분리액 : 1mM 프탈산이나트륨, 이것을 0.22 μm이하의 필터로 여과하여 사용한다.

<스프레샤용액 : 0.025~0.05N 황산>

(15) 아크릴로니트릴

- ① 시험용액의 조제
물을 침출용액으로 하여 조제한다.
- ② 정성시험
시험용액 및 아크릴로니트릴표준용액을 각 4 μl씩 사용하여 다음 조작조건에서 가스크로마토그래피를 행하여 시험용액의 가스크로마토그램의 피크 검출시간과 아크릴로니트릴표준용액의 가스크로마토그램의 피크 검출시간을 비교한다.

<조작조건>

- 가스크로마토그래피 : 질소·인 검출기(NPD)를 가진 것
- 칼럼 : 내경 3mm, 직경 2m의 유리관 또는 이와 동등한 것
- 칼럼충전제 : 크로모솔브 101 (80~100메쉬) 또는 이와 동등한 것
- 검출기온도 : 200°

- 주입부온도 : 200°
- 칼럼온도 : 150°
- 이동가스 : 헬륨을 사용한다. 50ml/min

③ 정량시험

② 정성시험에서 시험용액의 가스크로마토그램의 피크 검출시간과 표준용액의 가스크로마토그램의 피크검출시간이 일치할 때는 다음의 시험을 한다. ② 정성시험의 조작조건하에서 얻은 결과를 토대로 시험용액 중의 아크릴로니트릴의 피크높이를 측정한다.

- 아크릴로니트릴표준원액 : 100ml의 메스클라스크에 약 50ml의 물을 넣고 평량한다. 이어서 시린지로 100mg의 아크릴로니트릴(AN)을 가하여 다시 평량하여 첨가한 AN의 양을 구한다. 다시 물로 균일하게 혼합하여 100ml로 한다 (1,000 μg/ml).
- 아크릴로니트릴표준용액 : 아크릴로니트릴표준원액 1ml를 100ml메스플라스크에 취하고 물을 가하여 100ml로 한다. 이 용액 1ml를 100ml메스플라스크에 취하고 물을 가하여 100ml로 한다. 다시 이 용액 10ml를 50ml메스플라스크에 취하고 시험용액을 가하여 50ml로 한다(0.02 μg/ml).

3. 셀로판 : 재생셀룰로오스(regenerated cellulose)필름계 시험방법

1) 시험용액의 조제

검체를 물로 잘 씻은 후 각 시험법에 규정되어 있는 침출용액을 사용하여 2. 합성수지계 시험방법 2) 용출시험 (1) 시험용액의 조제에 따라 시험한다.

2) 시험

(1) 비소

침출용액으로서 4% 초산을 사용하여 만든 시험용액에 대하여 다음의 시험을 한다. 시험용액 10ml를 취하여 제7. 일반시험법 6. 유해성금속시험법 3) 금속별시험 (1) 비소에 따라 시험을 한다.

(2) 중금속

2. 합성수지계 시험방법 2) 용출시험 (4) 중금속에 따라 시험한다.

(3) 증발잔류물

침출용액으로서 4% 초산을 사용하여 만든 시험용액에 대하여 2. 합성수지계 시험방법 2. 용출시험 (2) 증발잔류물에 따라 시험한다.

4. 고무제 시험방법

1) 재질시험

(1) 납 및 카드뮴

검체를 사방 5mm이하로 잘게 썰어, 그 약 1g(고무젓꼭지는 5g)을 정밀히 달아 백금제 또는 석영제의 도가니에 넣는다. 황산 약 2ml로 검체를 골고루 적셔준 후 천천히 가열하고 이하 2. 합성수지계 시험방법 1) 재질시험 (1) 납 및 카드뮴에 따라 시험하고 다음식에 따라 납 및 카드뮴의 양을 구한다.

납의 함량 = (mg/kg) = $5(\mu\text{g/ml})$

$$\times \frac{SA}{ST} \times \frac{20}{S}$$

카드뮴의 함량 = (mg/kg) = $5(\mu\text{g/ml})$

$$\times \frac{SA}{ST} \times \frac{20}{S}$$

ST : 표준용액의 피크높이

SA : 시험용액의 피크높이

S : 검체의 무게(g)

2) 2-머캅토이미다졸(염소를 함유한 고무제에 한한다)

(1) 시험용액의 조제

시료 1.0g을 원통여지에 넣고 속 실렛추출기를 사용하여 메탄올 약 45ml로 8시간 추출한다. 이 추출액을 농축하여 약 1ml로 하여 시험용액으로 한다.

(2) 시험

시험용액 및 2-머캅토이미다졸 표준용액 10 μ l를 각각 미량피펫을 사용하여 박층판에 찍고 바람으로 건조한다. 이 박층판을 초산에틸 및 벤젠의 혼합용액(5:1)과 초산에틸, 메탄올, 암모니아수 및 물의 혼합용액(30:2:1:1)을 각각 전개용매로 하여 박층크로마토그래피를 실시한다. 전개용매가 검액을 찍은 점에서 약 10cm 높이로 올라 갔을 때 전개를 중지하고, 바람으로 말린 다음 2, 6-디클로로퀴논·클로로이미드시액을 분무하고 120°에서 10분간 가열하고 관찰한다.

다만, 박층판은 담체로써 박층크로마토그래피용 실리카겔을 사용하고, 120°에서 1시간 건조한 것을 사용한다.

- 2-머캅토이미다졸표준용액 : 2-머캅토이미다졸(순도 95% 이상) 200mg을 메탄올에 용해하여 100ml로 하고, 이 액 1ml에 메탄올을 넣어 100ml로 한다(20 $\mu\text{g/ml}$).

- 2, 6-디클로로퀴논·클로로이미드시액 : 2, 6-디클로로퀴논·클로로이미드 100mg을 에탄올에 녹여 10ml로 한다.

- 염소를 함유한 고무제의 기구 및 용기·포장의 판별법
동망(망의 간격 0.25mm, 망의 두께 0.174mm)을 폭 1.5cm, 길이 5cm로 잘라 동 선의 한쪽 끝에 감는다. 분첸버너의 무색

불꽃중에서 불꽃이 녹색 또는 청색을 나타내지 않을 때까지 가열한 다음 식힌다. 이 조작을 반복하여 산화동의 피막을 완전히 입힌다. 식힌 후 이 동망상에 검체 1mg을 부착하여 점화시켜 연소시킨다. 이 조작을 3회 반복한 후 동망을 무색불꽃중에 넣어 불꽃의 색을 관찰한다. 염소를 함유한 경우에는 녹색의 불꽃이 생긴다.

2) 용출시험

(1) 시험용액의 조제

검체를 물로 잘 씻은 후 표면적 1cm²에 대하여 2ml의 비율로 60°로 가열한 물에 검체를 담근 후 시계접시로 덮고 60°를 유지하면서 때때로 저어주며 30분간 침출한다. 다만, 100°이상에서 사용하는 검체는 95°를 유지하면서 30분간 침출하고, 고무젓꼭지에 있어서는 검체 1g에 대하여 20ml의 비율로 40°로 가열한 물에 검체를 담근 후 40°를 유지하면서 24시간 침출한다.

(2) 시험

① 페놀

2. 합성수지제 시험방법 2) 용출시험 (7) 페놀 ② 정량시험에 따라서 시험한다.

② 포름알데히드

2. 합성수지제 시험방법 2) 용출시험 (8) 포름알데히드에 따라서 시험한다.

③ 중금속

2. 합성수지제 시험방법 2) 용출시험 (4) 중금속에 따라서 시험한다. 다만, 고무젓꼭지에 있어서는 물로 침출한 시험용액 20ml를 네슬러관에 취하고 4% 초산 20ml 및 물을 넣어 50ml로 한다.

④ 아연

2. 합성수지제 시험방법 1) 재질시험 (1) 납 및 카드뮴 ② 시험에 따라 시험한다. 다만, 광원램프는 아연중공음극램프를 사용하고, 파장은 213.8nm에서 측정한다.

— 아연표준용액 : 금속아연 100mg을 10% 질산 50ml에 가온하여 녹이고 수욕상에서 증발건고한다. 잔류물에 0.1N 질산을 가하여 1,000ml로 하고 이 액 30ml(고무젓꼭지용은 2ml)에 다시 0.1N 질산을 가하여 200ml로 한다.

⑤ 증발잔류물

2. 합성수지제 시험방법 2) 용출시험 (2) 증발잔류물의 시험에 따른다. 다만, 고무젓꼭지는 물을 침출용액으로 만든 시험용액으로 시험을 한다.

5. 종이 또는 가공지제 시험방법

1) 재질시험

(1) PCBs 시험

① 시험용액의 조제

시료 2g을 잘게 자른 다음 200ml 플라스크에 취하고 이것에 1N 수산화나트륨·에탄올용액 (또는 1N 수산화칼륨·에탄올용액) 50ml를 가하여 30~60분간 온화하게 환류시킨다. 냉각 후 유리여과기를 이용하여 여과하고 플라스크 및 유리여과기상의 잔사를 n-헥산 20ml, 에탄올 20ml, 물 20ml로 차례로 세정하여 여액 및 세액을 300ml의 분액여두에 옮긴다. 이것에 n-헥산 50ml를 가하여 1분간 진탕한 후, 하층을 n-헥산 50ml를 가하여 2회 추출한다. n-헥산층을 모두 합하여 물 50ml를 가하여 2회 세정하고 이어서 무수황산나트륨이

충전된 칼럼(내경 약 1cm의 칼럼 크로마토그래피용 칼럼에 5cm 높기로 채운 것)을 통과시켜 탈수한 후 쿠데르나데니쉬 농축기(Kuderna-Danish Evaporator)를 사용하여 5ml로 농축한다. 시료가 왁스를 함유한 경우는 얻은 농축액을 n-헥산을 이용하여 125ml 분액여두에 넣고 n-헥산 용액의 양을 15ml로 한다. 이것에 n-헥산포화아세토니트릴 30ml를 가하여 1분간 격렬하게 진탕한다. 두 층을 분리한 후, 아세토니트릴층을 염화나트륨용액(2→100) 700ml 및 n-헥산 100ml를 넣은 1,000ml의 분액여두중에 취한다. 125ml의 분액여두중의 n-헥산층은 n-헥산포화아세토니트릴 30ml씩으로 3회, 매회 1분간 격렬하게 진탕하여 추출한다. 모든 아세토니트릴층을 앞의 염화나트륨을 넣은 분액여두에 합하여 잘 섞는다.

두 층이 분리될 때까지 방치한 후 물층을 따로 분리하여 분액여두에 옮겨 n-헥산 100ml를 가하여 같은 방법으로 추출한다. 모든 n-헥산 추출액을 합하여 염화나트륨용액(2→100) 100ml씩으로 3회 세척하고 n-헥산용액을 무수황산나트륨 칼럼(길이 6cm)으로 여과하고, 여액을 500ml의 쿠데르나데니쉬 농축기에 옮겨 5ml까지 농축한다.

농축한 n-헥산용액을 활성판이 부착된 유리관(내경 2cm, 길이 약 30cm)에 n-헥산을 이용하여 10g의 활성 플로리실(florsil)을 채워 만든 칼럼위로 주입하여 n-헥산 200ml로 용출하고 용출액을 5ml로 농축한다. 이 용액을 시험용액으로 하여 가스 크로마토그래피를 행한다.

② 시험

시험용액 1 μ l를 다음 조작조건에 따라 가스 크로마토그래프에 주입하여 얻어진 가스 크로마토그램의 패턴에 가장 유사한 패턴을 나타내는 표준용액의 혼합용액인 PCB 혼합표준용액을 조제한다(시료 중의 PCBs 종류는 시험용액에서 얻어진 가스 크로마토그램에서도 가장 유사한 피크 패턴을 나타내는 표준용액을 구성하는 PCBs 표준품의 종류와 그 구성비로 정한다). 따로, 동 PCB 혼합표준용액 1 μ l를 다음 조작조건에 따라 가스 크로마토그래프에 주입한다. 시험용액중의 PCBs 농도는 시험용액을 주입하여 얻은 가스 크로마토그램의 전피크 높이의 합을 상기 PCB 혼합표준용액으로부터 얻어진 가스 크로마토그램의 모든 피크 높이의 비율로 구한다.

<실험조건>

- 가스 크로마토그래프 : 전자포획검출기(ECD)를 가진 것
- 칼럼 : 내경 2~4mm, 길이 200cm의 유리관 또는 이와 동등한 것
- 칼럼 충전제 :
 - 고정상담체 - 가스 크롬 Q 또는 크로모솔브 W(또는 AW-HMDS) 60~100메쉬 또는 이와 동등한 것
 - 고정상액체 - 2%QF-1, 2%SE-30, 2%OV-1, 2%DC-200, 2%OV-17, 2%DEGS + 0.5%H₃PO₄ 또는 이와 동등한 것
- 칼럼 온도 : 180°
- 주입부 온도 : 200°
- 이동가스 및 유속 : 질소를 사용한다. 30ml/min
- 검출기 온도 : 200~210°

- PCB혼합표준용액 : PCB표준품인 AC 1221, AC 1232, AC 1242, AC 1248, AC 1254 및 AC 1260을 각각 n-헥산에 희석하여 1ppm농도로 사용한다. 필요에 따라 각 PCB표준용액을 적당히 혼합한 것을 PCB혼합표준용액으로 한다.
- 시약(표준품) : Aroclor 1221 (AC 1221, 일염화비페닐)
Aroclor 1232(AC 1232, 이염화비페닐)
Aroclor 1242(AC 1242, 삼염화비페닐)
Aroclor 1248(AC 1248, 사염화비페닐)
Aroclor 1254(AC 1254, 오염화비페닐)
Aroclor 1260(AC 1260, 육염화비페닐)

2) 용출시험

(1) 시험용액의 조제

검체를 가능하면 물로 잘 씻은 후 각 시험법에 규정되어 있는 침출용액을 사용하여 다음과 같이 만든다. 액체를 넣을 수 있는 검체(액체를 넣을 수 있는 형태로 된 기구·용기류를 말하며 일반적으로 포장류는 제외한다)는 침출용액을 가득히 채워 시계접시로 덮고 상온에서 10분간 방치한다. 액체를 넣을 수 없는 검체에 있어서는 표면적(양면의 표면적을 합하여 계산한다) 1cm²에 대하여 2ml의 비율로 취한 침출용액에 담근 후 상온에서 10분간 방치한다. 다만, 다류봉지류 및 커피여과지는 95°로 유지한 침출용액에 5분간 담그어 침출한다.

(2) 시험

① 비소

침출용액으로서 물 및 4%초산

을 사용하여 만든 시험용액에 대하여 다음의 시험을 한다. 시험용액 10ml를 취하여 제7. 일반시험법 6. 유행성급속시험법 3) 금속별시험 (1) 비소에 따라 시험한다.

② 중금속

2. 합성수지계 시험방법 2) 용출시험 (4) 중금속의 시험에 따른다.

③ 포름알데히드

침출용액으로서 물을 사용하여 만든 시험용액에 대하여 다음의 시험을 한다. 시험용액의 10ml를 증기류에 취하여 2. 합성수지계 시험방법 2) 용출시험 (8) 포름알데히드에 따라 시험한다.

④ 형광증백제

㉠ 예비시험

검체의 식품과 접촉하는 면 또는 접촉할 우려가 있는 면을 어두운 곳에서 3,650Å을 주파장으로 하는 자외선을 조사하여 자색~청백색의 형광의 유무를 관찰한다.

㉡ 본시험

예비시험에서 양성인 검체에 대하여 포장재료는 25cm²를 취하여 200ml용량의 비이커에 넣고 암모니아 미알칼리성 수용액(pH 7.5~9) 100ml를 가하고 실온에서 때때로 교반하면서 10분간 침출하여 시험용액으로 한다. 용기는 암모니아 알칼리성수용액을 채우고 실온에서 가끔 흔들며 10분간 방치한다. 침출액을 초자면으로 여과하고 여액에 묽은 염산 1~2방울을 가하여 약산성(pH 3~6)으로 한 다음 이에 미리 자외선을 조사하였을 때 형광이 없는 거즈(2×4cm)를 넣고 약 30분간 수욕

상에서 가온한다. 거즈를 꺼내 물로 씻고 짠 다음 암실에서 자외선을 조사할 때 거즈 전체가 청백색의 형광을 나타내어서는 아니된다.

- ⑤ 증발잔류물
 침출용액으로서 4% 초산을 사용하여 만든 시험용액에 대하여 2. 합성수지제 시험방법 2) 용출시험 (2) 증발잔류물에 따라 시험한다. 이 때 사용하는 시험용액은 종이·섬유 등의 부유물이 혼입되지 않도록 잘 침전시킨 상층액을 취하여 시험한다.

6. 금속제 시험방법

1) 재질시험

(1) 납 및 안티몬

- ① 검체의 채취방법
 ㉞ 금속제기구 및 용기·포장은 이를 연마하여 고유의 광택이 나는 여러 곳을 예리한 칼로 긁어내어 검체로 한다.
 ㉟ 금속제기구 및 용기·포장 중 음식물에 접촉하는 부분의 땀납 또는 주석으로 도금한 것은 그 부분만을 예리한 칼로 주의하여 긁어내어 검체로 한다.
 ㊱ 통조림용 용기의 외부에 사용한 납땀은 예리한 칼로 주의하여 긁어내어 검체로 한다.
- ② 시험용액의 조제
 검체 0.05~0.1g을 백금접시 또는 도가니에 취하고 질산(알루미늄의 경우에는 회염산) 소량을 넣어 녹인다. 필요하면 여과하고 물로 일정량으로 희석하여 시험용액으로 한다.
- ③ 시험
 ㉞ 납
 시험용액으로 2. 합성수지제

시험방법 1) 재질시험 (1) 납 및 카드뮴 ② 시험에 따라 시험하고 다음 식에 따라 납의 함량을 구한다.

$$\text{납의 함량(\%)} = 0.005(\text{mg/ml}) \times \frac{SA}{ST} \times \frac{A}{S} \times 100$$

ST : 표준용액의 피크높이
 SA : 시험용액의 피크높이
 S : 검체의 무게(mg)
 A : 시험용액 조제시의 시험용액의 총량(ml)

㉟ 안티몬

시험용액의 일정량(안티몬으로서 20~300 μg)을 비이커에서 취하여 수욕상에서 증발건고하고 6N 황산 5ml에 녹인다. 이어서 요오드·아스코르빈산시액 5ml를 넣은 다음, 파장 425nm에서 흡광도를 측정한다. 따로 안티몬 표준용액 5ml를 취하여 시험용액과 같은 방법으로 처리하여 흡광도를 측정한다.

$$\text{안티몬의 함량(\%)} = 0.5(\text{mg}) \times \frac{SA}{ST} \times \frac{1}{S} \times \frac{B}{A} \times 100$$

ST : 표준용액의 흡광치
 SA : 시험용액의 흡광치
 S : 검체의 무게(mg)
 A : 시험용액 취한 량(ml)
 B : 시험용액 조제시 시험용액의 총량(ml)

- 요오드·아스코르빈산시액 :
 요오드화칼륨 11.5g 및 아스코르빈산 2g을 물에 녹여 100ml로 한다. 어두운 곳에서 보관하고 1개월 이내에 사용한다.

- 안티몬표준용액 : 주석산안티몬칼륨($C_2H_2(OH)_2 \cdot (COOK)CO_2SbO \cdot 1/2H_2O$) 0.0274g을 6N 황산에 녹여 100ml로 한다(0.1mg/ml).

2) 용출시험

(1) 납

- ① 시험용액의 조제
식품에 관계없이 4% 초산을 사용하여 2. 합성수지제 시험방법 2) 용출시험 나) 시험용액의 조제에 따라 만든다. 다만, 사용온도가 100° 이상인 검체의 경우에는 95°에서 30분간 유지하여 시험용액으로 한다.
- ② 시험
시험용액을 적당량 취하여 이하 2. 합성수지제 시험방법 2) 재질시험 (1) 납 및 카드뮴 ③ 시험에 따라 시험한다.

7. 금속관 시험방법

1) 재질시험

- (1) 납 및 안티몬
6. 금속제 1) 재질시험 (1) 납 및 안티몬에 따라 시험한다.

2) 용출시험

- (1) 시험용액의 조제
검체를 물로 잘 씻은 후 각 시험법에 규정되어 있는 침출용액을 사용하여 다음과 같이 만든다. 액체를 넣을 수 있는 검체에 있어서는 60°로 가열한 침출용액을 가득채워 시계접시로 덮고 60°를 유지하면서 때때로 저어가며 30분간 방치한다. 액체를 넣을 수 없는 검체에 있어서는 표면적 1cm²에 대하여 2ml의 비율로 침출용액을 사용하여 60°를 유지하면서 때때로 30분간 방치한다. 다만, 사용온도가 100° 이상인 검체로서 물 또는 4% 초산을 침출

용액으로 하는 경우에는 95°로 유지하면서 30분간, n-헵탄을 침출용액으로 하는 경우에는 25°로 유지하면서 1시간 방치한다.

(2) 시험

- ① 납, 카드뮴 및 비소
다음 표의 제1란에 있는 식품의 용기·포장은 각각 제2란에 있는 용매를 침출용액으로 사용하여 만든 시험용액에 대하여 다음의 시험을 한다.

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

㉞ 납 및 카드뮴

시험용액 50ml를 도가니에 넣고 직화상에서 천천히 가열하여 건고한다. 이어서 화력을 강하게 하여 약 450°에서 가열 회화한다. 식힌 후 물은 염산(1→2) 5ml를 조용히 넣어 녹인 후 수욕상에서 증발건고한다. 식힌 후 이를 1N 질산에 녹여 전량을 10ml로 한다. 이것을 2. 합성수지제 시험방법 1) 재질시험 (1) 납 및 카드뮴 ② 시험에 따라 시험한다. 다만, 납표준용액은 다음과 같이 만든다.

- 납표준용액 : 질산납 159.8mg을 0.1N 질산에 녹여 1,000ml로 하고 이 액 2ml에 0.1N 질산을 넣어 100ml로 한다.

㉟ 비소

시험용액 100ml를 분해플라스크에 넣고, 질산 5ml를 넣어 잘 섞은 다음 가열하여 약 20ml로 한 후 질산 10ml 및 황산 5ml를 넣고 황산의 흰 연기가 발생하면서 용액의 색이 담황색 내지 무색이 될 때까지 약하게 가열한다. 식힌 후 물 15ml 및 수산암모늄시액 10ml를 넣고 플라스크의 목 부분에 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 후 물을 가하여 50ml로 한다. 이 액 3ml를 취하여 제7. 일반시험법 6. 유해성 금속시험법 3) 금속별시험 (1) 비소에 따라 시험한다.

② 페놀

2. 합성수지제 시험방법 2) 용출시험
(7) 페놀 ② 정량시험에 따라 시험한다.

③ 포름알데히드

2. 합성수지제 시험방법 2) 용출시험
(8) 포름알데히드에 따라 시험한다.

④ 증발잔류물

2. 합성수지제 시험방법 2) 용출시험
(2) 증발잔류물에 따라 시험한다. 다만, 천연의 유지를 주원료로 한 도료로서 그 도료막중의 산화아연의 함량이 3%를 초과하는 것으로 관의 내면을 도장한 관에 있어 n-헵탄을 침출용액으로 사용한 경우로서 증발잔류물의 양이 30mg/l을 초과할 때에는 다음 시험에 적합하여야 한다.

물을 침출용액으로 사용하여 얻은 증발잔류물에 클로로포름 30ml를 넣고 가온한 다음 여과하여 여액을 미리 105°에서 건조하여 무게를 단 백금제 또는 석영제의 증발접시에 넣는다. 다시 클로로포름 10ml씩으로 2회 증발잔류물을 씻고 가온한 다음 여과하여 여액을 증발접시에 합하고 수욕상에서 증발건고한다. 이어서 105°에서 2시간 건조한 다음 데시케이터 중에서 방냉하여 식힌 다음에 칭량하여 증발접시의 전후의 무게차 a(mg)를 구하고 다음 식에 따라 클로로포름가용물의 양을 구할 때 그 양은 30mg/l 이하이어야 한다.

클로로포름가용물(mg/l) =

$$(a - b \times 1,000)$$

최초시험용액의 채취량(ml)

b: 시험용액과 같은 양의 침출용액에 대하여 얻은 공시험치(mg)

천연의 유지를 주원료로 한 도료로서 그 도료막중의 산화아연의 함량이 3%를 초과하는지의 여부는 다음과 같이 확인한다.

검체에 내용량의 50%용량의 1%수산화나트륨용액을 넣어 60°로 유지하면서 15분간 방치할 때 도료막이 광택을 잃고 짙은 색을 나타내면 산화아연의 함량이 3%를 초과한 도료막이다.

⑤ 염화비닐(염화비닐수지제로 포장한 것에 한한다)

액체를 채울 수 있는 검체에 있어서는 5°이하로 식힌 에탄올을 채우고 밀전하여 5°이하로 유지하면서 24시간 방치한다. 액체를 채울 수 없는 검체에 있어서는 표면적 1cm²에 대하여 2ml 비율의 5°이하로 식힌 에탄올을 써서 밀봉한 용기중에 5°이하로 유지하면서 24시간 방치한다. 이를 시험용액으로 하여 2. 합성수지제 시험방법 2) 재질시험 (2) 염화비닐 ② 시험에 따라 시험한다.

8. 목재류 시험방법

1) 용출시험

(1) 시험용액의 조제

검체를 물로 잘 씻은 후 검체 1g에 대하여 20ml의 비율로 60°로 가열한 물에 담근 후 시계접시로 덮고 60°를 유지하면서 때때로 저어가면서 30분간 방치한다.

(2) 시험

① 비소

시험용액 10ml를 취하여 제7. 일반시험법 6. 유해성금속시험법 3) 금속별시험 (1) 비소에 따라 시험을 한다.

② 중금속

시험용액 50ml를 백금제 또는 석영제의 도가니에 취하여, 수욕중에서 증발건고한다. 황산 10방울을 넣어 천천히 가열하여 대부분의 황산을 증발시킨 후 직화상에서 건고한다. 이것을 계속 화력을 강하게 하면서 약 450°에서 가열 회화하여 거의 백색이 될 때까지 이 조작

을 반복하고, 이를 식힌 후 잔류물에 4%초산 20ml를 넣고 가온하여 잔류물을 녹인 다음 4%초산을 가하여 50ml로 한다. 이 액 20ml를 네슬러관에 취하고 물을 넣어 50ml로 하여 이하 2. 합성수지제 시험방법 2) 용출시험 (4) 중금속에 따라 시험한다.

9. 유리, 도자기, 법랑 및 용기류 시험방법

1) 액체를 넣었을 때 깊이가 2.5cm이상의 검체

(1) 시험용액의 조제

시험용액으로 검체를 물로 잘 씻은 다음 액체를 넣었을 때 넘쳐 흐르는 면으로부터 5mm 아래까지 4%초산용액을 채운다. 다만, 용량이 3ℓ 이상인 검체의 경우만 4%초산용액의 양을 3ℓ로 한다. 적당한 뚜껑을 덮고 상온에서 암소에 24시간 방치한 다음 침출액 20ml를 비이커에 취해 수욕상에서 증발건고한다. 식힌 후 염산(1→2) 2ml를 조용히 가하여 용해한 다음 수욕상에서 증발건고하고 식힌 후 0.1N질산으로 용해하여 전량을 10ml로 하여 시험용액으로 한다.

(2) 납 및 카드뮴

시험용액으로 2. 합성수지제 시험방법 1) 재질시험 (1) 납 및 카드뮴 (2) 시험에 따라 시험한다.

2) 액체를 넣었을 때의 깊이가 2.5cm미만인 검체 또는 액체를 넣을 수 없는 검체

(1) 시험용액의 조제

검체를 물로 잘 씻은 다음 액체를 넣었을 때 깊이가 2.5cm미만인 검체를 물로 잘 씻은 다음 넘쳐 흐르는 면으로부터 5mm아래까

지 4%초산용액에 채우고, 액체를 넣을 수 없는 검체는 식품에 접촉하는 면에 대하여 4%초산용액을 담그어 상온에서 암소에 24시간 방치한 다음 침출액 5ml를 비이커에 취해 수욕상에서 증발건고한다.

식힌 후 염산(1→2) 2ml를 조용히 가하여 용해한 다음 수욕상에서 증발건고하고 식힌 후 0.1N질산으로 용해하여 전량을 10ml로 하여 시험용액으로 한다.

(2) 납 및 카드뮴

10ml메스클라스크에 카드뮴표준용액(1.0 μg/ml) 및 납 표준용액(10.0 μg/ml)을 각각 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0ml씩 각각 별도로 취하고 0.1N질산을 가하여 10ml로 하여 원자흡광광도법 등의 시험법에 따라 흡광도를 측정하고 카드뮴 및 납의 검량선을 각각 작성한다.

시험용액으로 원자흡광광도법 등 시험방법에 따라 카드뮴 및 납의 흡광도를 각각 측정하고 얻어진 흡광도로 검량선으로부터 시험용액의 카드뮴 및 납의 농도 C(μg/ml)를 구한다. 단위면적당의 용출량은 표면적(액체를 넣었을 때의 깊이가 2.5cm미만인 시료에 있어서는 시료를 뒤엎었을 때 그 바깥 주위로 둘러 쌓는 면적)을 S(cm²), 침출용액 전량을 V(ml)로 하고 다음 식에 따라 단위면적당 용출량을 각각 구한다.

* 단위면적당 용출량(μg/cm²) =

$$\frac{C \times V \times 2}{S}$$

(3) 비소

시험용액 20ml를 취하여 제7. 일반시험법 6. 유해성금속시험법 3) 금속별시험 (1) 비소에 따라 시험한다.