

혈액·수액용 PVC 백에서 용출된 DEHP의 검출 분석 방법 비교; 기체 크로마토그래프와 분광 광도계

김정환·김성훈·최형기*·이창형***

한양대학교 섬유고분자공학과, *기술표준원 생물화학기술표준부

**식품의약품안전청 의료기기평가부

(2001. 10. 22 접수)

Comparison of Analytical Methods for DEHP Migration from PVC Bags for Blood Storage and Infusion; By Gas Chromatography and UV-vis Spectrophotometry

Jung Hwan Kim, Seong Hun Kim, Hyeong Ki Choi*, Chang Hyung Lee***

Department of Fiber & Polymer Engineering,

Center for Advanced Functional Polymers, Hanyang University, Seoul 133-791, Korea

*Biotechnology & Environmental Engineering Division, Agency for Technology and Standards,

Kwachon, Kyunggi-do, 427-716, Korea

**Department of Medical Devices & Radiation Health, Korea Food & Drug Administration,

5 Nokbun-Dong, Eunpyung-Gu Seoul 122-704, Korea

(Received Oct. 22, 2001)

요약 : Di-(2-ethylhexyl)phthalate (DEHP)가 가소제로 첨가되어 있는 poly(vinylchloride) (PVC) 제품의 사용 중에는 DEHP가 방출되어 나올 가능성이 있다. 이때 추출되는 DEHP의 정량적인 측정법에는 여러 가지가 있으나 그 방법에 따라 용출량에 많은 차이가 발생하기 때문에 측정 방법과 결과에 대한 비교 분석은 시급한 과제라 할 수 있다. 이를 평가하기 위하여 PVC를 주원료로 하는 혈액백과 수액백에서의 DEHP 용출에 관한 연구를 기체 크로마토그래프와 분광 광도계를 이용한 두 가지 방법으로 수행하였다. 5 종류의 PVC 백을 실험 재료로 선택하여 40×10×0.4mm 크기의 시편을 제조하고 이를 용출액에 담가 1시간 동안 DEHP를 용출하였다. 기체 크로마토그래프로 DEHP를 검출한 결과 시료에 따라 23.2~70.9µg/mL의 DEHP가 용출되는 것을 알 수 있었다. 반면 PVC백 안에 용출액을 주입하여 1시간 동안 DEHP를 용출시키고 분광 광도계를 이용하여 DEHP를 검출한 결과 24.8~41.3µg/mL의 DEHP가 용출되었다. 용출 조건과 실험 방법에 따라 서로 다른 수치를 보임을 알 수 있었고 단위 시간, 단위 면적 당 용출되는 DEHP의 양은 일정하다는 전제 하에 두 실험의 결과를 비교하고 환산하는 식을 구하여 적용한 결과 두 측정방법에서 얻어진 용출량이 거의 일치하였다.

Abstract : Di-(2-ethylhexyl)phthalate (DEHP) may be released from plasticized poly(vinyl chloride) (PVC) articles. In the cases of various methods for the quantitative analysis of migrating DEHP, there are much differences in migrating quantity according to the experimental methods. It is therefore important to make the comparison and analysis between these two results. A study of DEHP migration from blood and infusion bags has been carried out in different methods to evaluate the amount of DEHP migration using

★ Corresponding author

Phone : +82+(0)2-380-1753, Fax : +82+(0)2-351-3726

E-mail : c-hlee@kfda.go.kr

gas chromatograph and UV-vis spectrophotometry. Five PVC bags were cut into plane sheets in size of $40 \times 10 \times 0.4$ mm, then were immersed in extraction solvent for an hour to release DEHP. It was determined by a gas chromatograph that $23.2 \sim 70.9 \mu\text{g/mL}$ of DEHP was extracted. While extraction solvent was injected into PVC bags which were then placed for an hour to leach DEHP out. It was checked by a UV-vis spectrophotometer that the concentration of DEHP in extraction solvent was $24.8 \sim 41.3 \mu\text{g/mL}$. Two results show different values according to the extraction conditions and experimental methods and the gas chromatographic results were converted into UV-vis spectroscopic results on condition that DEHP would be extracted equally per unit time and unit contact area. It was concluded that DEHP migrating amounts are approximately equal in two analytical methods.

Key words : poly(vinylchloride), di-(2-ethylhexyl)phthalate, plasticizer migration, gas chromatograph, UV-vis spectrophotometry

1. 서 론

Poly(vinylchloride) (PVC)는 범용적으로 사용되는 고분자 재료로서 특히 혈액 저장용기나 투석 세트, 튜브, 카테터 같은 의료용 재료로서 많이 사용되고 있다. 이러한 제품에 PVC가 널리 사용되는 이유는 딱딱하고 부서지기 쉬운 성질을 갖는 PVC에 가소제를 첨가하면 유연성을 갖게 되어 용도가 확장되기 때문이다.^{1,2} 즉 PVC 분자 사슬 사이에 DEHP가 배열되어 사슬의 운동 공간을 확보해 주기 때문에 유연한 성질을 띠게 된다.

PVC에 가소제로서 사용되는 물질의 대부분은 di-(2-ethylhexyl)phthalate (DEHP)이다.^{3,4} DEHP는 인체에 노출될 가능성이 크고 포유동물의 간이나 생식기관에 독성을 나타내는 화학물질이며^{5,9}, 이러한 DEHP의 잠재적 위험성은 PVC 제품의 사용에 있어 큰 문제라 아니 할 수 없다.

가소화된 PVC 제품은 그 용도에 따라 질량 대비 최대 40%까지의 DEHP를 포함하고 있다.^{3,4,10} 그러나 PVC와 DEHP는 화학적으로 반응하거나 결합하지 않기 때문에 DEHP를 가소제로 사용한 PVC 제품의 사용 중에는 DEHP의 용출 가능성이 있다.^{3,4,11,12} 이 때 용출되는 DEHP의 정량적인 측정에는 여러 방법이 있으나 시료의 종류 및 크기, 가소제의 함량, 용출액 및 측정방법 등에 따라 수십배 이상의 용출량 차이가 존재한다.^{3,4,10-16} 따라서 이들 측정방법에 대한 비교분석은 시급한 과제라 아니할 수 없다.

본 연구에서는 기체 크로마토그래프 (gas chromatograph,

GC)와 UV-vis 분광광도계를 이용하여 PVC를 주원료로 사용하는 혈액백과 수액백에서 DEHP의 용출량을 측정하는 방법과 이 결과를 비교하는 방법을 제시하였다. GC는 기체 이동상과 고체 고정상 사이에서 혼합물이 자체적 특성에 의해 분리되어 검출되는 것을 기초로 하는 정교한 분석 장비이다. 검출 방법이 간단하고 빠르기 때문에 혼합물의 정량적, 정성적 분석에 널리 사용되고 있으며 HPLC와 더불어 지금까지의 연구 결과에서 가장 많이 쓰였던 장비 중 하나이다.^{4,14,16} 반면 UV-vis 분광 광도계를 이용하여 DEHP의 용출량을 분석하는 방법은 많이 사용되고 있지 않지만 ISO (International Organization for Standard)에서 인증하는 방법인 만큼 공인되고 신뢰성 있는 측정 방법이다.^{3,10,17} 본 논문에서는 이러한 장비들을 이용한 농도 분석을 기초로 하여 PVC백에서의 DEHP를 추출하였고 이들 결과의 상세한 비교를 수행하였다.

2. 실 험

2.1. 시 약

정성 분석을 위해 가소제로서 일반적으로 사용되는 8 종류의 에스터가 사용되었다. DEHP를 제외한 7 종류의 화합물(diethylphthalate(DEP), di-n-propyl phthalate (DprP), dibutylphthalate(DBP), di-n-pentylphthalate(DPP), butylbenzylphthalate(BBP), di-ethylhexyladipate(DEHA), dicyclohexylphthalate(DCHP))은 모두 일본 Wako사의 분석용 특급 시약을 사용하였으며 DEHP는 미국 Sigma사의 제품이다. 표준용출액의 조제에는 증류수와

Sigma에서 구입한 HPLC 등급의 에탄올을 사용하였다. 용출액의 밀도를 0.9373~0.9378 g/mL로 조절하기 위해¹⁷ 에탄올과 증류수를 상온에서 각각 100 : 123.77의 부피비로 혼합하여 충분히 섞어 놓았다.

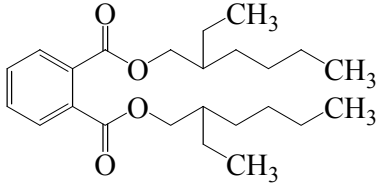


Fig. 1. The chemical structure of di-(2-ethylhexyl) phthalate.

2.2. GC를 이용한 DEHP 용출량 분석

질량 기준으로 24~30%의 DEHP가 가소제로 포함되어 있는 3가지 종류의 혈액백과 2가지의 수액백을 실험 재료로 사용하였다. PVC백을 40×10×0.4mm의 크기로 자르고 3차 증류수로 여러 번의 수세 과정을 거친 후 15초 동안 메탄올로 씻어내어 시료의 표면에 묻어 있는 불순물을 제거하였다. 그 후 50. C에서 30분 이상 건조하였고 각 시료의 질량을 측정하였다.³

준비된 시료를 위의 표준용출액 200 mL에 담가 각각의 온도에서 가소제로 사용된 DEHP를 용출하였다. 혈액백은 37. C에서 1시간동안 용출하고 수액백은 상온에서 1시간동안 용출하여 시료를 제거한 후, 표준용출액을 분별 깔대기에 넣고 동량의 n-hexane과 혼합하여 표준용출액에 용출된 가소제가 n-hexane에 추출되도록 하였다. 재추출한 n-hexane 용액을 회전 증발기를 이용하여 용매를 기화한 후, 최소량의 n-hexane으로 용기의 벽을 씻어내어 용기에 묻어 있는 DEHP가 n-hexane에 다시 용해되도록 하였다. 이때 DEHP를 재용해하는 n-hexane의 부피를 2 mL로 조절하였고 GC를 이용한 검출을 위해 내부표준용액을 1 mL 첨가하여 샘플의 부피를 총 3 mL로 결정하였다. 위의 자세한 실험 방법을 Fig. 2에 나타내었다.

DEHP의 검출은 HP-6890 Series II gas chromatograph를 이용하였고 chemstation이 설치되어 있는 워크스테이션에서 데이터를 취하였다. 마이크로 시린지를 이용하여 1 μL를 주입하였고 컬럼과 검출기는 각각 phenylmethylsiloxane이 5% 가교되어있는 HP-5 capillary 컬럼과 불꽃 이온화 검출기(flame ionization detector, FID)를 사용하였다. 이 밖에 GC의 가동에 적용한 조건을 Table 1에 나타내었다.

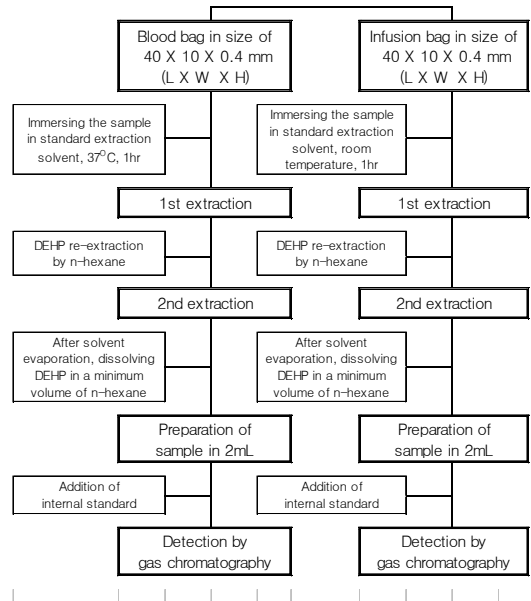


Fig. 2. Flow chart of experimental method for DEHP migration and detection using GC.

Table 1. Operating parameters and information for the determination of DEHP

Temperature parameters	
Initial temp.	230. C
Retention time	2 min
Heating rate	5. C/min
Middle temp.	250. C
Retention time	2 min
Heating rate	1. C/min
Final temp.	255. C
Retention time	5 min
Oven temp.	200. C
Injection temp.	230. C
Detection temp.	260. C
Operating information	
column	HP-5 (30m × 0.2mm, Film thickness 0.25μm, Crosslinked 5% phenyl methyl siloxane)
Carrier gas	N ₂
Carrier gas flow rate	28.6 mL/min
H ₂ flow rate	25.0 mL/min
Air flow rate	300 mL/min
Split ratio	100:1
Detector	FID (flame ionization detector)

2.3. UV-vis 분광 광도계를 이용한 DEHP의 용출량 분석¹⁷

표준용출액을 준비하고 그 중 일부에 DEHP를 일정한 첨가한 후 여러 번의 희석을 거쳐 각각 10 µg/mL, 20 µg/mL, 50 µg/mL, 100 µg/mL, 200 µg/mL의 농도를 갖는 DEHP 표준용액을 제조하였다. 5개의 PVC 백 내부에 3차 증류수를 적당량 주입하고 강하게 흔들고 버리는 내부 세척 작업을 여러 번 수행하여 백 내부의 항응고액 및 잔류 불순물을 모두 제거한 후 표시용량의 1/2에 해당하는 부피의 표준용출액을 백의 내부에 투입하였다. 용기의 내부 공기를 완전히 제거한 후 튜브를 잘라내고 열과 압력을 가해 투입구를 밀봉하였다. 밀봉한 PVC백을 수조에 수평으로 놓고 37±1°C에서 60±1분 동안 DEHP를 용출한 후 백을 거꾸로 뒤집는 작업을 10회 반복한 후 액을 취하였다.

UV-vis 분광 광도계는 싱글 빔을 장착한 HP 8452A를 사용하였고 DEHP의 최대 흡수 파장인 272 nm에서의 흡광도를 기준으로 DEHP의 농도를 결정하였다. 5개의 DEHP 표준용액의 흡광도를 이용하여 검정곡선을 구하고 이를 이용하여 용출된 DEHP 농도를 구하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 실험 1: GC를 이용한 분석

본 실험에 앞서 n-hexane의 DEHP추출능력을 산출하기 위해 예비실험을 하였다. 표준용출액은 에탄올과 증류수가 각각 100 : 123.77의 부피비로 혼합되어 있는데 물은 이온을 발생시키지 않으므로 불꽃 이온화 검출기를 사용하면 정확한 검출 결과를 얻을 수 없고 검출기의 수명에 영향을 미칠 수 있다. 따라서 n-hexane 같은 유기용매를 주입해야 신뢰성 있는 검출 결과를 얻을 수 있으므로 n-hexane을 용매로 하는 용액을 GC에 주입하기 위해 n-hexane이 표준용출액으로부터 DEHP를 추출하는 능력을 알아보았다. 243 µg/mL의 DEHP를 포함하는 표준용출액 200 mL를 같은 부피의 n-hexane과 혼합하여 표준용출액에 용해되어 있던 DEHP가 n-hexane에 추출되도록 설계한 후 n-hexane만을 취하여 GC로 농도를 측정된 결과 232 µg/mL의 DEHP가 검출된 것을 알 수 있었다. 즉 n-hexane은 표준용출액으로부터 95.4%의 DEHP 회수율을 갖는데 이는 충분히 만족할 만 하며 신뢰성 있는 수치이다.

PVC 시트에서 DEHP를 용출할 때에는 다음과 같은 가정이 필요하다.^{13,18-20}

- i) 시편의 두께는 매우 얇아서 DEHP는 표면으로만 용출되며 측면을 통해 용출되는 DEHP의 양은 무시할 수 있다.
- ii) 용출액의 부피는 무한하다. 용출액이 무한하지 않으면 이미 DEHP를 포함하고 있는 용출액이 PVC 시트에 포함되어 있는 DEHP의 용출에 영향을 미칠 수 있으므로 용출액의 부피는 용출되는 DEHP에 비해 무한하다.

가정 ii)의 경우, 본 실험에 사용된 시료의 표면적이 8cm² 임에 비해 용출액은 200 mL이므로 용출액이 무한하다고 가정해도 무방하다. 또 피크의 넓이를 정량적 분석의 지표로 사용하였고 내부 표준물질을 이용하여 검출된 DEHP의 농도를 분석하였다. 내부 표준물질은 혼합물과 화학적으로 반응하지 않는 물질로서 샘플과 표준용액에 일정한 양을 첨가하게 된다. 본 실험에서는 내부 표준물질을 결정하기 위해 7 종류의 에스터를 200~300 mg/L의 농도로 표준용출액에 첨가하여 각각의 머무를 특성을 알아본 결과 DBP를 내부 표준물질로 결정하였다. 주어진 실험 조건에서 DBP와 DEHP의 머무름 시간은 각각 10.541 ± 0.3분과 24.334 ± 0.3분으로서 두 피크가 서로 겹치지 않으며 DBP는 화학적으로 DEHP와 유사하고 DEHP 또는 n-hexane과 반응하지 않으므로 DEHP의 농도를 결정하기 위해 내부표준 물질로 DBP를 사용하는 것은 타당하다고 할 수 있다. Fig. 3에 각 화학 물질의 머무름 특성을 나타내었다.

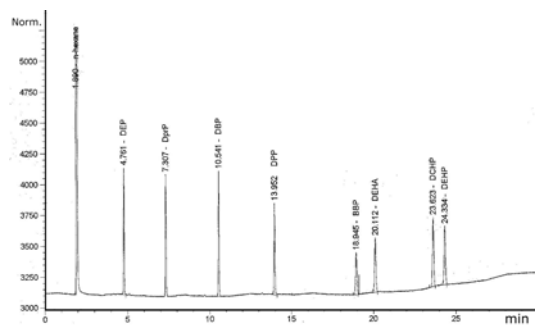


Fig. 3. GC analysis of various chemicals.

샘플에서 검출된 DEHP의 농도는 내부 표준 물질을 이용하여 아래와 같이 결정하였다²¹.

$$C_{DEHP} (\mu\text{g}/\text{mL}) = \frac{(A_{DEHP}/A_{IS})_{\text{sample}}}{(A_{DEHP}/A_{IS})_{\text{STD}}} (C_{IS})_{\text{sample}} \dots\dots\dots(1)$$

여기서 A_{DEHP} 와 A_{IS} 는 각각 검출된 DEHP와 내부 표준물질 피크의 넓이를 나타내고, C_{IS} 는 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 로 나타낸 내부 표준물질의 농도를 나타낸다. (1)로 결정한 혈액백, 수액백에서의 DEHP의 추출 결과를 Fig. 4에 나타내었다. 결과는 6번 측정하여 최대값과 최소값을 제외한 4번의 값의 평균을 취하였다. 혈액백 A의 경우 48.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$, B는 23.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$, C는 48.8 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 의 DEHP가 각각 검출되었고, 수액백 D의 경우 58.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$, E는 70.9 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 이 검출되었다. 전체적으로 시료의 전체 질량에 비해 매우 적은 양의 DEHP가 검출된 것을 볼 수 있으며 용출이 완료된 후 시료의 질량을 측정해 본 결과, 질량이 감소하지 않거나 측정의 오차 범위 내에서 질량의 감소를 관찰 할 수 있었다. 참고 문헌을 통해 확인해 볼 때 1시간의 용출에 의해서는 생체에 독성을 일으킬 만큼의 DEHP가 용출되지 않음을 확인할 수 있다.⁶ 또 용출되는 가소제에 비해 용출액의 부피는 무한하다는 가정 ii)를 뒷받침할 수 있는 결과이기도 하다.

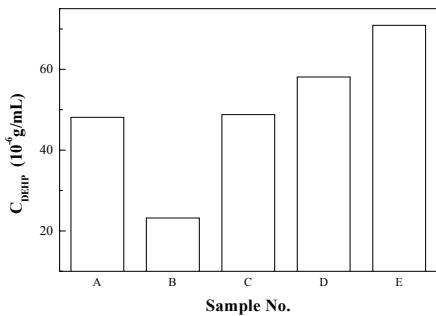


Fig. 4. Gas chromatographic results of DEHP migration in PVC sheets.

3.2. 실험 2: UV-vis 분광 광도계를 이용한 분석

UV-vis 분광 광도계를 이용한 실험은 실험 1과 비교하여 볼 때 용출 방법에 차이가 있다. 즉 표시 용량의 1/2에 해당하는 표준용출액을 PVC 용기에 주입하고 밀봉하여 DEHP를 용출하므로 용출액의 부피 및

용출액과 PVC백의 접촉면적이 각 시료마다 차이가 있다. 그러므로 GC를 이용한 실험의 결과와의 직접적인 비교는 불가능하다.

DEHP 표준용액의 검정곡선을 Fig. 5에 나타내었다. $A_{272\text{nm}} = (0.14914 \pm 0.00223) C_{DEHP}$ 에 해당되는 직선을 보여주고 있으며 상관 계수 R은 0.99966, 표준편차는 0.0347이다. 흡광도의 분포와 검정곡선의 상관 계수 및 표준편차의 값으로 보아 DEHP의 농도와 UV 흡광도의 관계식은 충분한 정밀성이 확보된 것으로 판단할 수 있다.

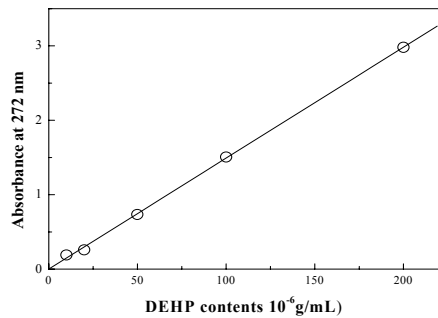


Fig. 5. The calibration curve for DEHP standard solutions.

검정곡선을 이용하여 5종류의 PVC bag에 주입된 추출액에서의 DEHP의 함량을 결정하였고 이를 Fig. 6에 나타내었다. A는 320 mL, B와 C는 400 mL 용량의 백이고 D는 500 mL, E는 1000 mL의 용량을 갖고 있으며 참고자료에서 용출 한계로 제시한 10 mg/100mL 보다는 적은 양이 용출된 것을 알 수 있다.¹⁷

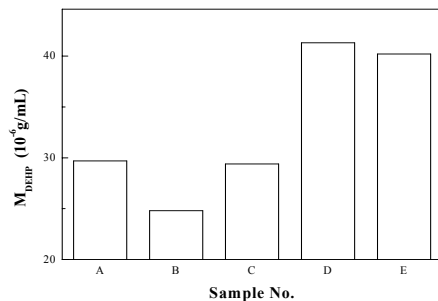


Fig. 6. UV-vis spectroscopic results of DEHP migration in PVC bags.

3.3 실험 1, 2의 비교 및 고찰

실험 1, 2의 결과를 비교하여 그 수치를 환산하였다. PVC 시트 또는 백에서 용출되는 DEHP의 양은 용출시간, 용출온도, 교반의 유무와 같은 실험조건과 용출액의 성분에 따라 달라질 수 있다.¹⁵ 실험 1에서는 DEHP 추출에 사용된 모든 조건이 동일하므로 용출되는 DEHP의 양에 영향을 미치는 인자는 제품의 최종 성질, 즉 각 시료마다의 용출 특성밖에 없다. 여기에서 용출 특성의 차이는 PVC와 DEHP 분자간의 화학적 친화력이 시료마다 다르기 때문에 발생하는 것으로 예측할 수 있다. 또 PVC 매트릭스에서 DEHP 분포의 차이가 용출에 영향을 미칠 수 있다.^{4,16} 반면 실험 2에서는 제품의 용출 성질 이외에 PVC 백에 담겨진 용출액의 부피와 접촉면적의 차이가 존재한다. 즉 실험 1은 8cm²의 접촉면적을 가진 시료에서 다량의 용출액과의 접촉에 의해 DEHP가 용출되지만, 실험 2에서는 제품마다 각각 다른 접촉면적을 가지고 제품 용량의 1/2에 해당하는 용출액에 의해 DEHP가 용출된다. 용출액의 부피는 용출되는 DEHP의 양에 비해 무한하다고 가정하였으므로 용출액의 부피와 용출되는 DEHP의 양은 무관하며, 용출액의 부피 증가는 용매의 증가를 의미하므로 용출액의 DEHP 농도를 상대적으로 희석하는 역할을 할 뿐이다. 한편 용출액이 무한한 상태에서 용출되는 DEHP의 양은 접촉 면적에 비례하게 된다.¹³ DEHP와 같은 저분자물질의 용출 및 확산 과정은 일차원에서의 Fick의 법칙에 의해 설명할 수 있고 단위시간당 용출되는 가소제의 양은 확산계수에 비례한다.^{13,22} 그러므로 단위 접촉면적 당 용출 되는 DEHP의 질량이 동일하다는 전제 하에 두 결과를 비교하여 환산할 수 있다.

(1)은 샘플에 포함된 DEHP의 질량을 나타내며 µg/mL의 단위를 갖는다. 이때 시트에서 이행한 DEHP의 총 질량은 농도와 부피의 곱으로 (2)와 같이 나타낼 수 있으며 (3)을 이용하여 단위 접촉 면적당 용출된

DEHP는 (3)과 같이 정의할 수 있다.

$$W_{1,DEHP} (\mu\text{g}) = C_{DEHP} \cdot V_{\text{sample}} \dots\dots\dots(2)$$

$$W_{2,DEHP} (\mu\text{g} / \text{cm}^2) = W_{1,DEHP} / A_s \dots\dots\dots(3)$$

여기서 $W_{1,DEHP}$ 는 실험 1에서 용출된 DEHP의 질량, C_{DEHP} 는 (1)로 정의된 DEHP의 농도, V_{sample} 은 내부표준 용액을 넣어 제조한 최종 샘플의 부피(3 mL)를 나타낸다. 그리고 $W_{2,DEHP}$ 는 단위 접촉 면적당 용출된 DEHP의 질량, A_s 는 제조한 시료의 겉넓이(8 cm²)를 나타낸다. 실험 1의 가정 i)에서 DEHP의 용출은 표면에서만 일어나며 측면에서는 발생하지 않는다고 했으므로 시료의 측면 표면적은 산출에서 제외하였다. 용출액의 조성 과 용출 조건이 동일한 환경에서 단위면적당 이동하는 DEHP의 양은 시료의 고유한 성질^{4,13}이므로 실험 2의 용출 특성 또한 (4)에 의존함을 알 수 있다.

(4)를 이용하여 용출액을 백에 담아 용출한 실험 2의 DEHP 용출량을 예측할 수 있다. 단위 접촉 면적당 용출된 DEHP의 양을 나타내는 (4)의 결과에 PVC백과 DEHP 표면적과 용출액의 부피를 고려하면 최종적으로 다음의 식 (4)를 얻을 수 있다.

$$M_{DEHP} (\mu\text{g} / \text{mL}) = \frac{W_{2,DEHP} \cdot A_c}{V_e} \dots\dots\dots(4)$$

여기서 A_c 는 실험 2에서 PVC 백과 주입액이 접촉하는 면적, V_e 는 주입된 용출액의 부피를 나타낸다. 이러한 방법으로 유도한 (4)를 이용하여 실험 1의 결과를 실험 2의 시스템에 맞추어 검토하였고 실제로 측정된 결과와의 차이를 Table 2에 나타내었다. 두 수치가 크지 않은 범위 내에서 오차를 보이고 있으며, 샘

Table 2. Various parameters and analyzed results for conversion of DEHP migration

Sample No.	C _{DEHP} (µg/mL)	W _{sheet} (g)	V _e (mL)	A _c (cm ²)	W _{1,DEHP} (µg)	W _{2,DEHP} (µg/cm ²)	M _{DEHP} (µg/mL)	spectroscopic results
A	48.1	0.382	160	299	144	18.0	33.7	29.7
B	23.2	0.322	200	553	69	8.7	24.0	24.8
C	48.8	0.389	200	311	146	18.3	28.4	29.4
D	58.1	0.369	250	402	174	21.8	35.0	41.3
E	70.9	0.394	500	608	213	26.6	32.3	40.2

플 B와 C의 경우 실제 결과와 유도되어진 결과가 상당히 일치하는 것을 알 수 있다.

여기에서 오차의 원인으로는 다음의 사항을 들 수 있다. 먼저 PVC백 A의 경우 다른 시료에 비해 상대적으로 용량이 작기 때문에 용출액의 부피가 무한하다는 가정에 어긋날 가능성이 있다. 즉 용출된 DEHP가 용출액 내에서 충분히 확산하지 못하여 용출액내에 DEHP의 농도 구배가 생성되었기 때문에 DEHP의 용출에 영향을 가져온 것으로 해석할 수 있다. 또 샘플 D, E는 실험 1에서는 수액백이 상온에서 주로 사용되는 것을 고려하여 실온을 용출 온도로 설정한 반면 실험 2의 경우 37. C에서 용출하였으므로 실험 1이 실험 2에 비해 상대적으로 적은 양의 DEHP가 용출되었음을 알 수 있다. 그리고 PVC 백의 표면적 산출에 있어 오차가 개입되었을 가능성도 배제할 수 없다. 이 밖에 기체 크로마토그래프와 UV-vis 분광 광도계의 검출 능력에도 차이가 있을 수 있고 실험 1에서 표준 용출액에 포함되어 있는 DEHP를 n-hexane이 회수하는 과정에서 100%의 회수율을 보이지 못하는 것도 오차의 원인으로 작용했을 가능성이 있다. 이러한 오차가 존재함에도 불구하고 (5)는 서로 상이한 조건의 실험 결과를 비교 및 환산할 수 있다는 장점을 갖는 유용한 식임에 틀림없다.

4. 결 론

본 연구에서는 혈액·수액용 PVC 백에서 GC와 UV-vis 분광 광도계를 이용하여 DEHP를 용출하는 실험의 결과를 비교하고 보정하는 관계식을 유도하였다. 이는 유사한 용출 실험에서 매우 유용하게 쓰일 것으로 판단되며 본 연구에서 검토한 사항은 다음과 같다.

1. PVC 백을 일정한 크기로 잘라 물과 에탄올로 구성되어 있는 용출액에 담가 혈액백은 37. C에서, 수액백은 상온에서 1시간 동안 가소제를 용출시킨 결과 시료에 따라 23.2~70.9 $\mu\text{g/mL}$ 의 DEHP가 용출됨을 알 수 있었다. GC의 가동 조건에 따라 피크의 넓이에 많은 차이가 발생하였는데, 여러 번의 실험을 거쳐 DEHP의 검출에 가장 적합한 GC의 가동 조건을 확립하였다.
2. 백의 내부에 용출액을 넣어 37. C에서 1시간 동안 가소제를 용출시킨 결과 24.8 ~ 41.3 $\mu\text{g/mL}$ 의 DEHP가 용출되었다. 5개의 제품 모두 용출 한계인

10 mg/100 mL을 넘지 않는 수치를 보여주었다.

3. 가소제를 용출할 때 결과에 영향을 미치는 인자로는 제품의 용출 특성, 용출액과의 접촉 면적, 용출액의 성분, 용출액의 부피 등이 있다. 주입된 용출액의 부피, 제조한 시편의 겉넓이 및 PVC 백과 주입액의 접촉 면적 등을 고려하여 GC를 이용하여 측정된 DEHP의 용출량을 환산한 결과 거의 일치하는 결과를 보여주는 환산식을 얻을 수 있었다.

참고 문헌

1. M. S. Jacobson, S. V. Kevy, R. Parkman and J. S. Wesolowski, *Transfusion*, **20**(4), 443-447 (1980).
2. 원호연, 김일원, 고분자 과학과 기술, **4**(4), 263-277 (1993).
3. A. Jayakrishnan and M. C. Sunny, *Polymer*, **37**(23), 5213-5218 (1996).
4. L. Ljunggren, *Artif Organs* **8**(1) 99-102 (1984).
5. D. R. Mattison, D. R. Plowchalk, M. J. Meadows, A. Z. Al-Juburi, J. Gandy and A. Malek, *Med. Clin. N. Am.*, **74**(2), 391-441 (1990).
6. M. Sharman, W. A. Read, L. Castle and J. Gilbert *Food Addit. Contam.*, **11**(3), 375-385 (1994).
7. I. Tomita, Y. Nakamura, Y. Yagi and K. Tutikawa, *Environ. Health. Persp.*, **45**, 71-75 (1982).
8. L. H. Li, W. F. Jester and J. M. Orth, *Toxicol. Appl. Pharm.*, **153**(2) 258-265 (1998).
9. L. J. Guillet, D. B. Pickford, D. A. Crain, A. A. Rooney and H. F. Percival, *Gen. Comp. Endocr.*, **101**(1), 32-42 (1996).
10. S. Lakshmi and A. Jayakrishnan, *Polymer*, **39**(1), 151-157 (1998).
11. I. Steiner, L. Scharf, F. Fiala and J. Washuttl, *Food Addit. Contam.*, **15**(7), 812-817 (1998).
12. R. S. Labow, M. Tocchi and G. Rock, *Transfusion*, **26**(4), 351-357, (1986).
13. C. D. Papaspyrides and S. G. Tingas, *Food Addit. Contam.*, **15**(6), 681-689 (1998).
14. S. C. Rastogi, *Chromatographia*, **47**, 724-726 (1998).
15. T. Dine, M. Luyckx, M. Cazin, Cl. Brunet, J. C. Cazin and F. Goudaliez., *Biomed. Chromatogr.*, **5** 94-97 (1991).

16. S. Fayz, R. Herbert and A. A. Martin *J. Pharm. Pharmac.*, **29**, 407-410 (1977).
17. ISO 3826, "Plastics Collapsible Containers for Human Blood and Blood Components", , 1993
18. D. Messadi and J. M. Vergnaud *J. Appl. Polym. Sci.* **26**, 2314-2324 (1981)
19. C. D. Papaspyrides, *Polymer* **27**, 1967-1970 (1986)
20. C. D. Papaspyrides, *Polymer* **31**, 1085-1091 (1990)
21. J. Novak, "Quantitative Analysis by Gas Chromatography", 75, Marcel Dekker, U.S.A, 1975
22. P. W. Atkins "Physical Chemistry", 6th Ed., 753, Oxford University Press, U.S.A. 1998.