

Application News

No. AD-0235K

Pharmaceutical / HS-20 Nexis GC-2030

Headspace GC-FID를 이용한 손 소독제의 알코올 함량 측정 (Determination of Alcohol Content in Hand Sanitizers by Headspace GC-FID)

□ 소개

COVID-19 발생 이후, 깨끗한 물과 비누를 이용하여 손 씻는 것을 감염 예방을 위한 바람직한 방법으로 소개되고 있지만, 이를 행할 수 없는 경우, 손 소독제 사용을 권장하기 때문에 손 소독제 판매가 급증하였다. 이와 관련하여 미국 질병통제예방센터 (CDC)에서는 손 소독제의 최소 알코올 함량이 에탄올은 60 %, 이소프로판올은 70 % (이하, IPA)인 제품의 사용을 권장하고 있으며^[1], 국내에서도 식품의약품안전처(MFDS)에서 외용소독제의 경우, 에탄올은 (54.7 ~ 70) %, IPA는 70 % 를 기준으로 설정하고 있다^[2].

손 소독제의 알코올 함량 측정은 주로 액상 주입방법으로 GC-FID를 사용하고 있으나^[3], 일부 손 소독제의 경우, 착색제나 농조화제와 같은 성분들을 포함하고 있고^[4] 잠재적으로 GC를 오염시킬 가능성이 있기 때문에 이 뉴스레터에서는 헤드스페이스-가스크로마토그래피 불꽃이온화검출기 (HS-GC-FID)를 이용한 손 소독제 중 알코올 함량 분석법을 소개하고자 한다.



그림 1. Nexis™ GC-2030 및 HS-20

□ 실험

장비 및 분석조건

분석 장비는 <그림 1>과 같이 HS-20 headspace autosampler 와 Nexis™ GC-2030 (Shimadzu Corporation, Japan)을 사용하였으며, 세부 분석 조건은 <표 1>과 같다. 캐리어가스는 가격이 비싼 헬륨을 대신하여 질소를 사용하였다.

표 1. 손 소독제 중 알코올 분석을 위한 HS-GC-FID 분석조건

Analytical System	
GC-FID	Nexis™ GC-2030AF
Headspace autosampler	HS-20
Column	SH-Rxi™-624Sil MS 30 m x 0.32 mm x 1.80 μm
HS parameters	
Oven temp.	85 °C
Sample line temp.	100 °C
Transfer line temp.	110 °C
Injection time	1 min
Pressurizing gas pressure	90 kPa (N ₂)
Equilibrating time	20 min
Shaking level	2
GC-FID parameters	
Injection mode	Split mode (Split ratio 50:1)
Carrier gas	Nitrogen
Gas flow mode	Constant linear velocity mode Linear velocity 27.3 cm/s
Oven temp.	50 °C (1 min) → 20 °C/min to 250 °C (4 min)
Detector temp.	250 °C

시약 및 샘플 전처리

아세토니트릴, 에탄올 및 IPA는 Kanto Chemical Co, Inc.에서 구입하였으며, n-부탄올과 염화나트륨(이하, NaCl)은 Millipore Sigma사로부터 구입하였다.

에탄올 및 IPA를 함유하는 알코올 표준 용액은 증류수로 희석하여 0.1, 0.2, 0.5, 1.0, 2.0 및 5.0 % (v/v)로 제조하였다. 또, 아세토니트릴 (내부표준물질, Internal standard) 과 n- 부 탄 올 (대 체 표 준 물 질, Surrogate)은 혼합한 후, 증류수로 희석하여 2 % (v/v) 농도로 준비하였다.

Matrix modifier solution은 500 mL 증류수에 180 g의 NaCl을 넣어 조제하였다. Matrix modifier solution은 EPA 5021A 방법에 따라 분석물질의 분배계수를 감소시킴으로써, 매트릭스 내의 분석물질 용해도를 감소시키고^[5,6], 분석 감도를 증가시키기 위해 수행되었다.

검정곡선 작성을 위한 표준물질은 20 mL 헤드스페이스 바이알에 5 mL의 matrix modifier solution을 넣고, 알코올 표준용액 1 mL, 아세토니트릴과 n-부탄올이 각각 2 %씩 함유된 1 mL의 물을 넣어 준비하였다. 시료는 에탄올과 IPA 기반의 브랜드가 다른 손 소독제를 사용하였다.

분석을 위한 손 소독제 샘플은 손소독제 1 mL에 증류수를 35 mL까지 채워 희석한 후, 20 mL 헤드스페이스 바이알에 희석한 샘플 1 mL와 matrix modifier solution 5 mL 그리고 아세토니트릴과 n-부탄올이 각 2 %씩 함유된 물 1 mL를 넣어 준비하였다.

□ 결과 및 고찰

헤드스페이스를 이용해 표준물질 및 샘플을 가열하여 매트릭스에서 휘발성 물질들을 추출한 후, 연속해서 GC-FID에 주입하였다. <그림 2>에서 보는 것과 같이 이동상 가스를 질소로 사용하여 알코올과 아세토니트릴을 성공적으로 분리할 수 있었다.

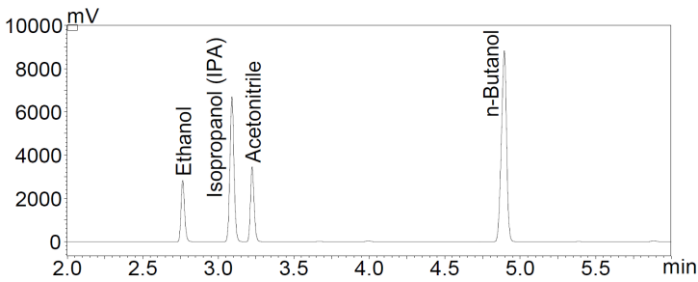


그림 2. 2 % (v/v) 알코올 및 아세토니트릴의 분리

에탄올 및 IPA 검정곡선은 <그림 3>에서 보는 것과 같이 에탄올과 IPA 모두 R²이 0.999 이상으로 우수한 직선성을 보여주었다. 또, 재현성 (n=6) 평가는 0.1 % (v/v) 에탄올과 IPA 표준용액을 이용하였으며 결과는 <표 2> 와 같다.

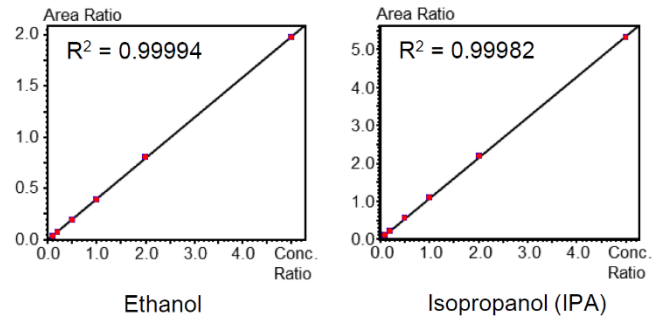


그림 3. 에탄올과 IPA의 검정곡선(0.1 – 5 % (v/v))

표 2. 0.1 % (v/v) 에탄올과 IPA 의 재현성 (n=6)

	Peak Area	
	에탄올	IPA
Run 1	186446	551889
Run 2	185886	549640
Run 3	186282	552462
Run 4	185672	549472
Run 5	185806	551775
Run 6	184778	542381
Average	185812	549603
%RSD	0.32	0.68

시료 1 은 겔 상태이고, 시료 2와 3 은 액체 상태로 3 개의 다른 손 소독제에 대해서 알코올 농도를 분석하였다. 분석 크로마토그램은 <그림 4>, 정량 결과 및 재현성 (n=3)은 <표 3>에 나타내었다.

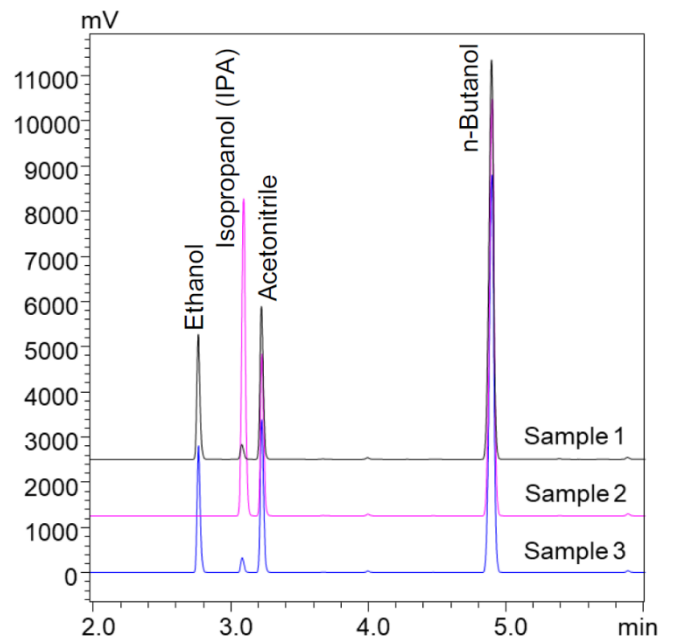


그림 4. 손 소독제 샘플의 크로마토그램

표 3. 손 소독제의 정량값 및 재현성 (n=3)

	에탄올		IPA	
	평균 (%)	%RSD	평균 (%)	%RSD
Sample 1	69.125	0.6	2.835	1.2
Sample 2	ND	ND	72.252	0.6
Sample 3	70.257	0.1	2.882	0.7

ND = Not detected

표 4. 시료 1, 2 그리고 3의 대체표준물질 회수율 (n=3)

	n-부탄올 회수율 (%)			
	Run 1	Run 2	Run 3	평균
Sample 1	99.5	101.2	100.4	100.4
Sample 2	99.2	99.0	100.6	99.6
Sample 3	99.3	99.2	99.3	99.3

□ 결론

이 뉴스레터는 손 소독제의 알코올 함량 분석에 대한 가능성 여부를 HS-GC-FID를 이용하여 확인하였다. 이 방법은 표준물질 및 시료 모두에서 우수한 재현성과 직선성을 보여주는 것으로 나타났으며, 이동상 가스를 헬륨 대신 질소를 사용함으로써 화합물 분해능을 유지하면서 운영 비용도 낮출 수 있다는 점도 확인하였다.

□ 참고 문헌

- 1) <https://www.cdc.gov/coronavirus/2019-ncov/hcp/hand-hygiene.html>
- 2) 식품의약품안전처 고시 의약외품 표준제조기준 제 2018-14호
- 3) Shimadzu Application News No. G333, Alcohol Determination of Sanitizer Gel in accordance with USP<611>.
- 4) Lee. J., et al, hand Sanitizers: A Review on Formulation Aspects, Adverse Affects and Regulation, Int J Environ Res Public Health, 2020 May 11; 17(9):3326.
- 5) US EPAMETHOD 5021A, VOLATILE ORGANIC COMPOUNDS IN VARIOUS SAMPLE MATRICES USING EQUILIBRIUM HEADSPACE ANALYSIS, 2014.
- 6) Ettre, L.S., Kolb, B., (2006), STATIC HEADSPACE-GAS CHROMATOGRAPHY. Canada: John Wiley & Sons.



SHIMADZU Scientific Korea Corp.
www.shimadzu.co.kr

For Research Use Only. Not for use in diagnostic procedures. Not available in the USA, Canada, and China. This publication may contain references to products that are not available in your country. Please contact us to check the availability of these products in your country.

The content of this publication shall not be reproduced, altered or sold for any commercial purpose without the written approval of Shimadzu. Company names, products/service names and logos used in this publication are trademarks and trade names of Shimadzu Corporation, its subsidiaries or its affiliates, whether or not they are used with trademark symbol "TM" or "@". Third-party trademarks and trade names may be used in this publication to refer to either the entities or their products/services, whether or not they are used with trademark symbol "TM" or "@". Shimadzu disclaims any proprietary interest in trademarks and trade names other than its own.

The information contained herein is provided to you "as is" without warranty of any kind including without limitation warranties as to its accuracy or completeness. Shimadzu does not assume any responsibility or liability for any damage, whether direct or indirect, relating to the use of this publication. This publication is based upon the information available to Shimadzu on or before the date of publication, and subject to change without notice.

Copyright © 2018 SHIMADZU group. All rights reserved.