

Application News

No. SSK_GC_2102

Pharmaceutical / HS-20 Nexis GC-2030

알코올수 측정법과 HS-GC/FID법을 이용한 손소독제 내의 알코올함량 분석법 비교 (Analysis Alcohol Content in the Hand Sanitizer with Comparison of Alcohol Number Determination and HS-GC/FID)

□ 소개

최근 손소독제 제품의 사용이 늘면서 안전에 대한 우려가 커지고 있다. 손소독제의 주요 성분은 국내 식품의약품안전처 (MFDS)에서 에탄올 54.7 ~ 70 % 또는 이소프로판올 70 % 이하 기준이지만, 메탄올 등의 불순물이 첨가되어 안전에 위협이 되고있는 실정이다. 국내에서도 연구진은 시중에 유통중인 손소독제 대부분에서 검출 기준 미만이지만 메탄올이 확인됐다는 발표를 했다^[1]. 이에 따르면 의약외품인 손소독제의 안전관리를 위해 식약처는 「약사법」에 근거하여 에탄올 원료의 메탄올 검출기준을 200 ppm 으로 설정하고 있으며, 이는 미국약전이나 유럽약전과 동일한 수치이다.

대한약전 시험법에서는 알코올수란 에탄올을 함유한 제제에 대해 15 °C 에서 검체 10 mL로부터 얻어지는 에탄올층의 양 (mL)으로 정의하고 있으며, 알코올수 측정법^[2]으로는 '제 1 법 증류법' 과 '제 2 법 기체크로마토그래프법'을 두가지로 제시하고 있다.

이 뉴스레터에서는 대한약전 시험법의 알코올수 측정법 중 '제 2 법 기체크로마토그래프법'과 시마즈의 '헤드스페이스-가스 크로마토그래피 불꽃 이온화검출기 (HS-GC/FID)를 이용한 손소독제 중 알코올 함량 분석법^[3]'을 비교하여 헤드스페이스를 이용한 알코올수 분석법의 적합성을 검토하고, 손소독제 중 에탄올 및 IPA와 제한물질인 메탄올을 포함한 알코올류의 동시 분석법을 소개하고자 한다.

□ 실험

1. 알코올수 측정법

표준액 : 검액과 동일하게 15 °C 에서 표준액 에탄올, IPA를 각각 5 mL, 메탄올 0.5 mL를 정확하게 취하여 볼륨플라스크에 넣은 후 증류수를 넣어 50 mL로 한다. 이 액 25 mL를 정확하게 취하여 내부표준액 아세토니트릴 10 mL를 넣고 증류수를 넣어 100 mL로 한다.

검 액 : 시료는 에탄올 기반의 브랜드가 다른 손소독제 2 개를 사용하였다. 에탄올이 약 5 mL에 해당하는 양의 검체를 정확하게 취하여 증류수를 넣고 정확하게 50 mL로 한다. 이 액 25 mL를 정확하게 취하여 내부표준액 아세토니트릴 10 mL를 넣고 증류수를 넣어 100 mL로 한다.

조작법 : 표준액 또는 검액 25 mL를 취하여 각각 고무마개가 달린 100 mL 세구 원통형 유리병에 넣고 고무마개로 막아 알루미늄캡으로 밀전한 다음 액이 마개에 묻지 않도록 하면서 가만히 흔들어 섞는다. 온도 변화가 적은 실내에서 미리 1 시간 이상 방치한 물에 유리병을 목까지 잠기도록 넣고 30 분간 방치한 후 각각의 용기 안의 기체 1 mL를 가지고 분석한다.

2. HS-GC/FID

알코올 표준용액 : 에탄올 및 IPA는 0.1, 0.2, 0.5, 1.0, 2.0 및 5.0 % (v/v), 메탄올은 0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.2 및 0.5 % (v/v) 로 혼합 제조한다. 내부표준물질은 아세토니트릴을 증류수로 희석하여 2 % (v/v) 농도로 준비한다.

Matrix modifier solution : EPA 5021A 분석법에 따라 분석물질의 분배계수를 감소시킴으로써 매트릭스 내의 분석물질 용해도를 감소시키고, 분석 감도를 증가시키기 위해 matrix modifier solution 이 사용된다. 용액은 180 g 의 NaCl 을 증류수 500 mL에 넣어 조제한다.

검 액 : 시료는 에탄올 기반의 브랜드가 다른 손소독제 2개를 사용하였다. 검액 1 mL와 증류수 34 mL를 혼합하여 희석한다.



그림 1. Nexis™ GC-2030 및 HS-20

검정곡선 및 시료 준비

20 mL 헤드스페이스 바이알에 matrix modifier solution 5 mL와 2 % 아세토니트릴 1 mL, 알코올 표준용액 또는 검액을 1 mL를 넣어 준비하였다.

□ 분석 조건

표 1. 손소독제 중 알코올 분석을 위한 HS 및 GC-FID 분석조건

Analytical System	
GC-FID	Nexis™ GC-2030AF
Headspace autosampler	HS-20
Column	Rxi™-624Sil MS 60 m x 0.32 mm x 1.80 μm
HS parameters	
Oven temp.	85 °C
Sample line temperature	150 °C
Transfer line temperature	170 °C
Injection time	1 min
Pressurizing gas pressure	90 kPa
Equilibrating time	20 min
Shaking level	2
GC-FID parameters	
Injection mode	Split mode (Split ratio 50:1)
Carrier gas	Helium
Gas flow mode	Constant linear velocity mode Linear velocity 28 cm/s
Oven temperature	50 °C (1 min) → 20 °C/min → 250 °C (4 min)
Detector temperature	300 °C

□ 결과 및 고찰

1. 알코올수 측정법

메탄올 (0.25 %, v/v), 에탄올 및 IPA (2.5 %, v/v) 표준용액을 분석한 크로마토그램은 <그림 2>와 같다.

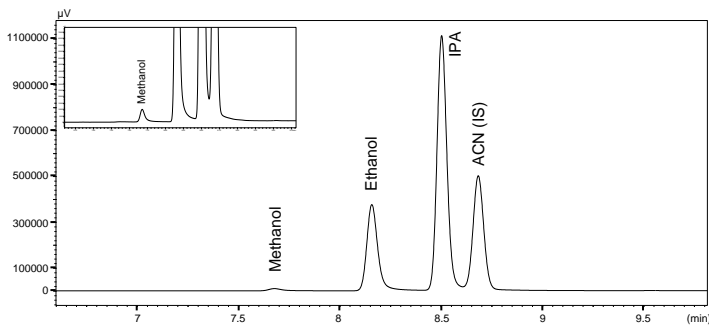


그림 2. 알코올 표준용액 크로마토그램

알코올수 분석법을 이용한 알코올 표준용액의 재현성 (n=6) 평가는 메탄올 0.25 %, 에탄올과 IPA 는 2.5 % (v/v) 농도의 표준용액을 이용하였으며 결과는 <표 2>와 같이 %RSD 2.3 - 3.2 수준으로 확인되었다.

표 2. 알코올수 분석법을 이용한 알코올 표준용액의 재현성 (n=6)

	Concentration (% , v/v)		
	Methanol	Ethanol	IPA
Run 1	0.26	2.46	2.47
Run 2	0.25	2.59	2.62
Run 3	0.27	2.54	2.60
Run 4	0.25	2.56	2.67
Run 5	0.25	2.63	2.71
Run 6	0.25	2.59	2.67
Average	0.25	2.56	2.62
%RSD	2.6	2.3	3.2

겔 상태의 손소독제 시료를 분석한 결과, <그림 3>, <표 3>에서 보는 것과 같이 에탄올 이외의 알코올은 검출되지 않았다. 에탄올 농도는 시료 1이 68.2 ± 0.3 %, 시료 2가 69.1 ± 0.3 %로 모두 국내 기준치에 부합하는 수준으로 나타났다^[1].

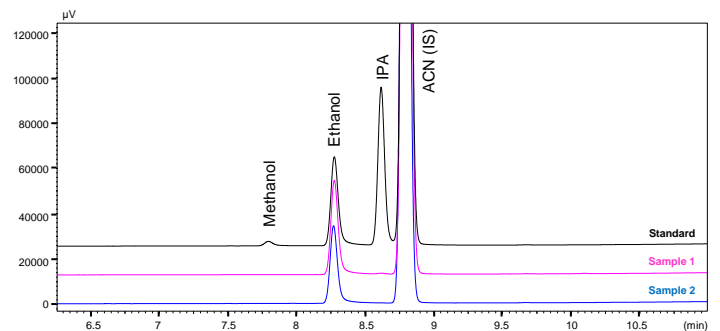


그림 3. 알코올수 측정법을 이용한 손소독제의 크로마토그램

표 3. 알코올수 분석법을 이용한 손 세정제의 에탄올 농도 및 재현성 (n=3)

	Ethanol	Conc. (% , v/v)	Average (% , v/v)	%RSD
Sample 1	Run 1	68.2	68.4	0.3
	Run 2	68.3		
	Run 3	68.6		
Sample 2	Run 1	69	69.1	0.3
	Run 2	69.3		
	Run 3	69		

2. HS-GC/FID

헤드스페이스를 이용한 알코올 분석에는 내부표준물질을 이용한 검량선을 작성하여 분석하였으며, 직선성은 <그림 4>에서 보는 것과 같이 메탄올, 에탄올 그리고 IPA 모두 R^2 값이 0.999 이상으로 우수한 것으로 나타났다.

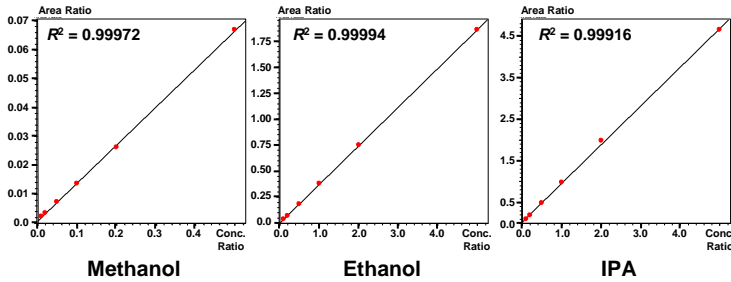


그림 4. 메탄올 (0.01 - 0.5 % (v/v)), 에탄올 및 IPA (0.1 - 5 % (v/v))의 검정곡선

HS-GC/FID를 이용한 알코올 표준용액의 재현성 ($n=6$)은 메탄올 0.05 % (v/v), 에탄올과 IPA는 0.5 % (v/v) 농도의 표준용액을 이용하였으며, %RSD는 <표 4>에서와 같이 0.6 - 2.1 수준으로 확인되었다.

표 4. HS-GC/FID를 이용한 알코올 표준용액의 재현성 ($n=6$)

	Concentration (% v/v)		
	Methanol	Ethanol	IPA
Run 1	0.04	0.49	0.48
Run 2	0.04	0.49	0.49
Run 3	0.04	0.49	0.48
Run 4	0.04	0.49	0.49
Run 5	0.04	0.49	0.49
Run 6	0.04	0.49	0.48
Average	0.04	0.49	0.48
%RSD	2.1	0.6	0.8

HS-GC/FID를 이용하여 시료를 분석한 결과, <그림 5>, <표 5>에서 보는 것과 같이 에탄올 이외의 성분은 검출되지 않았으며, 에탄올 농도는 시료 1이 68.9 ± 1.6 %, 시료 2가 70.0 ± 0.4 %로 모두 국내 기준치에 부합하는 수준으로 나타났다^[1].

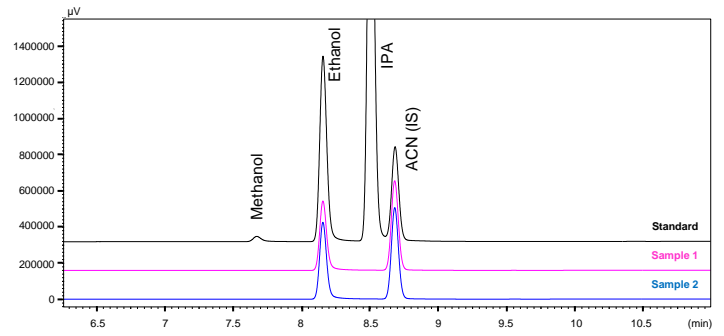


그림 5. HS-GC/FID를 이용한 손소독제의 크로마토그램

표 5. HS-GC/FID를 이용한 손 세정제의 에탄올 농도 및 재현성 ($n=3$)

	Ethanol	Conc. (% v/v)	Average (% v/v)	%RSD
Sample 1	Run 1	69	68.9	1.6
	Run 2	69.9		
	Run 3	67.7		
Sample 2	Run 1	69.7	70.0	0.4
	Run 2	70		
	Run 3	70.2		

□ 결론

이 뉴스레터는 손소독제 중 알코올류 함량을 국내 알코올수 측정법과 HS-GC/FID법을 비교, 분석한 것으로 두 방법 모두 동일 시료에 대해 알코올류 함량이 비슷한 수준으로 검출됨을 확인할 수 있었다. 이에 HS-GC/FID법을 이용하여 손소독제 중 알코올류 함량을 측정하면 보다 간단하고 편리하게 분석할 수 있을 것으로 판단된다.

□ 참고 문헌

- 1) [보도설명] 식품의약품안전처, 손소독제 메탄올 시험에 대해 설명드립니다
https://www.mfds.go.kr/brd/m_100/view.do?seq=43186
- 2) 대한민국약전 일반시험법 자료집 (2020.12.31) 08_알코올수측정법
- 3) [AD-0235] Shimadzu Application News : Determination of Alcohol Content in Hand Sanitizers by Headspace GC-FID



Shimadzu Scientific Korea
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.