

No. M315K

User Benefits

- ◆ 수동 소독제 내의 불순물이나 알코올(에탄올 또는 이소프로판올)을 정량할 수 있습니다.
- ◆ 한 가지 분석조건에서 저농도에서 고농도까지의 광범위한 농도 범위에서 규정 불순물 측정이 가능합니다.
- ◆ FASST 분석(Scan 과 SIM 의 고속 전환 기능)을 통해 소독제 내의 규정 불순물 이외의 화합물을 동정할 수 있습니다.

■ 소개

최근 손 소독제의 수요 증가로 다양한 손 소독제가 생산되고 있습니다. 이들 손 소독제의 품질을 평가하기 위해 미국 식품의약국(FDA)에 의해 GC-MS 를 이용한 분석 방법(FDA 의 손 소독제 분석법)이 발표되었습니다. 이 분석법에서는 에탄올 또는 이소프로필 알코올을 이용한 소독제의 평가가 가능하며 FDA 의 손소독제 가이드라인에 규정된 유해한 불순물을 스크리닝할 수 있습니다. 또한, 불순물 분석과 같은 분석 조건에서 알코올 농도의 정량도 가능합니다.

본 보고서에서는 FDA 의 손소독제 분석법을 참고로 GCMS-QP2020 NX 를 이용하여 소독용 에탄올 내의 불순물의 정량 및 알코올 농도의 정량을 실시했습니다. 이 보고서에 기재된 분석조건을 이용하여 알코올계 손 소독제 내의 불순물 농도 및 알코올 농도를 측정할 수 있습니다. 광범위한 농도 영역에서 규정 불순물을 검출할 수 있어 시스템 적합성을 충분히 충족하고 있음을 확인했습니다. 또, 스캔 모드와 SIM 모드를 고속으로 전환하는 FASST 분석에 의해 규정 불순물 이외의 화합물의 동정도 가능합니다.

표 1. FDA 규정 불순물과 검출 가능 농도 범위

Compound Name		Interim Limit Listed in FDA Guidances (ppm)	Concentration Ranges for this Method (µg/mL)
Impurity	Level 1	Methanol	NMT 630 15.82 – 791
		Benzene	NMT 2 0.044 – 2.2
		Acetaldehyde	NMT 50 1.178 – 58.9
		1, 1-diethoxyethane	NMT 50 1.245 – 62.25
	Level 2	Acetone	NMT 4400 15.8 – 790
		1-Propanol	NMT 1000 16.08 – 804
		Ethyl Acetate	NMT 2200 18.04 – 902
		2-Butanol	NMT 6200 16.16 – 808
		Isobutanol	NMT 21700 16.06 – 803
		1-Butanol	NMT 1000 16.2 – 810
Alcohol	3-Methyl-1-Butanol	NMT 4100 16.18 – 809	
	Amyl Alcohol	NMT 4100 16.22 – 811	
Alcohol	Ethanol	— 39.45 – 1972.5	
	Isopropyl Alcohol	— 39.25 – 1962.5	

■ 손 소독제의 FDA 규정 불순물

FDA 의 손 소독제 가이드라인에 규정된 불순물은 소독제 내 불순물의 유해성에 따라 Level 1 과 Level 2 로 분류되어 있습니다.

손 소독제 중 불순물량은 FDA 가이드라인의 규제치 이하여야 합니다. Level 1 및 Level 2 의 불순물과 이들의 규제값과 본 자료에 나타낸 분석조건에서 검출 가능한 각 측정대상 성분의 농도 범위를 표 1 에 제시하였습니다.

■ 분석조건

표 2. 장치구성

Model	: GCMS-QP2020 NX
Auto Injector	: AOC-20i + AOC-20s Plus
Column	: SH-Rtx™-624 (30m×0.25 mm I.D., d.f.= 1.4 µm)

표 3. 분석조건

GC	
Injection Temp.	: 250 °C
Injection mode	: Split (split ratio 50)
Carrier gas	: He, Constant column flow rate (1mL/min)
Column Temp.	: 40°C (5 mins) - 30 °C/min - 240 °C (4 mins)* Total 15.67 mins
Injection Volume	: 1.0 µL
MS	
Ion source Temp.	: 230 °C
Interface Temp.	: 240 °C
Ionization method	: EI
Measurement mode	: Scan/SIM (FAAST mode)
Scan Range	: m/z 29~300
SIM Ions	: 표 4
Event time	: Scan 0.2 sec, SIM 0.3 sec

표 4. MS 테이블

Time (min)	Compound Name	Target	Ident 1	Ident 2
1.5 – 2.56	Acetaldehyde	44.0	29.0	—
	Methanol	31.0	29.0	—
2.56 – 4.00	Ethanol	31.0	45.0	—
	Acetone	43.0	58.0	—
	Isopropyl Alcohol	45.0	59.0	—
5.00 – 6.65	1-Propanol	31.0	42.0	59.0
	Ethyl Acetate	43.0	61.0	—
	2-Butanol	45.0	59.0	—
6.65 – 7.20	Isobutanol	43.0	42.0	—
	Benzene	78.0	77.0	—
7.20 – 10.00	1-Butanol	56.0	41.0	31.0
	1, 1-diethoxyethane (Acetal)	45.0	73.0	103.0
	3-Methyl-1-Butanol	55.0	42.0	70.0
	Amyl Alcohol	42.0	55.0	41.0

■ 측정 시료의 조제

FDA 의 손 소독제 분석법에는 첨가 회수 시험, 불순물 시험, 알코올 정량 방법에 대해 기재되어 있습니다. 각 측정 시료는 FDA 의 손 소독제 분석법에 따라 조제했습니다. 실제 시료에는 액상을 시판하는 소독용 에탄올 (소독제①)과 제조업체의 소독용 에탄올(소독제②), 소독용 에탄올 젤(소독제③)을 준비했습니다(각 실제 시료의 에탄올 농도는 약 80%(v/v).

■ 첨가 회수 시험

장치나 측정 시료의 상태를 확인하기 위해 첨가 회수 시험이 정해져 있습니다. FDA 의 손소독제 분석법에 따라 측정 시료(첨가 회수 표준용액, 첨가 회수 시료 용액 3 종)를 준비하여 정해진 측정 회수 순서로 분석을 실시했습니다.

시스템 적합성을 확인하기 위해 첨가 회수 표준 용액의 피크 면적 % RSD (n=6)가 10% 이내이고 첨가 회수율은 80~120%로 규정되어 있습니다. 모든 측정 대상 화합물에서 상기 규정을 충족했습니다. 첨가 회수시험의 결과로서 첨가 회수 표준 용액의 재현성 결과와 각 실제 시료의 첨가 회수 시험 결과를 표 5 에 제시하였습니다.

표 5. 첨가 회수 시험 결과

Compound Name	Area % RSD (n=6)	첨가 회수율 (%)		
		첨가 회수 표준 용액	소독제①	소독제②
Acetaldehyde	1.633	96.3	91.8	107.9
Methanol	1.889	107.8	99.1	103.1
Ethanol	1.757	—	—	—
Acetone	1.737	107.2	102.9	103.8
Isopropyl Alcohol	1.755	109.7	104.8	105.7
1-Propanol	1.802	105.7	107.1	100.3
Ethyl Acetate	2.035	107.3	101.9	100.8
2-Butanol	1.956	104.3	102.6	101.7
Isobutanol	1.889	105.5	109.2	101.7
Benzene	8.014	106.0	90.2	104.7
1-Butanol	2.255	105.7	103.3	100.4
1, 1-diethoxyethane	1.700	110.9	104.4	103.7
3-Methyl-1-Butanol	2.485	105.1	94.6	101.5
Amyl Alcohol	2.203	103.9	104.8	100.6

* 실제 시료 중 에탄올은 고농도이므로 첨가 회수율을 계산하지 않습니다

■ 불순물의 정량

FDA 에 규정된 불순물(Level 1 및 Level 2)의 정량을 실시했습니다. FDA 의 손소독제 분석법에 따라 측정 시료(표준용액, 실제 시료용액)를 준비하고 정해진 측정 회수 순서로 분석을 실시했습니다. 시스템 적합성의 확인으로서 표준용액의 각 불순물 피크의 면적 % RSD (n=6)는 10% 이하여야 한다고 규정이 정해져 있습니다. 모든 측정 대상 화합물에서 시스템 적합성을 충족했습니다. 표준용액의 시스템 적합성 결과와 실제시료 3 점 중의 불순물량을 표 6 에 정리했습니다. 표준용액의 크로마토그램을 그림 1 에, 화합물별 SIM 크로마토그램을 그림 2 에 제시하였습니다.

표 6. 불순물의 정량

Compound Name	표준 용액		소독제 100mL 중 불순물량(ppm)			FDA 규제치 NMT (ppm)
	농도 (µg/mL)	Area % RSD (n=6)	소독제 ①	소독제 ②	소독제 ③	
Acetaldehyde	11.78	0.521	32.5	49.6	ND	50
Methanol	158.2	0.481	ND	31.4	ND	630
Ethanol	394.5	0.488	—	—	—	—
Acetone	158	0.290	ND	ND	ND	4400
Isopropyl Alcohol	392.5	0.265	ND	ND	ND	—
1-Propanol	160.8	0.438	ND	827.8	ND	1000
Ethyl Acetate	180.4	0.537	16.0	168.1	ND	2200
2-Butanol	161.6	0.549	ND	ND	ND	6200
Isobutanol	160.6	0.610	ND	648.6	ND	21700
Benzene	0.44	1.045	ND	ND	ND	2
1-Butanol	162	0.432	ND	33.9	ND	1000
1, 1-diethoxyethane	12.45	0.850	40.6	135.8	ND	50
3-Methyl-1-Butanol	161.8	0.472	ND	1580.8	ND	4100
Amyl Alcohol	162.2	0.610	ND	ND	ND	4100

■ 알코올 정량

첨가 회수 시험이나 불순물 시험과 동일한 분석 조건에서 알코올 정량을 할 수 있습니다. FDA 의 손소독제 분석법에 따라 측정 시료(표준용액, 실제 시료)를 준비하고 정해진 측정회수 순서로 분석을 실시했습니다.

소독제 내의 알코올 정량 결과를 표 7 에 제시하였습니다.

* 소독제 중 알코올(에탄올 또는 이소프로판올)의 피크 면적이 표준용액 중 알코올의 피크 면적보다 5 배 이상 클 경우에는 그 피크 면적이 표준용액 알코올 피크 면적의 약 0.5 배가 되도록 희석해야 합니다. 본문에서는 실제 시료를 100 배로 증류수로 희석하였습니다.

* 시스템 적합성 확인은 불순물 시험과 같은 날 또는 다른 날에 분석하느냐에 따라 달라집니다. 자세한 내용은 FDA 의 손 소독제 분석법을 참고하십시오.

표 7. 알코올 농도 정량

알코올 정량 값 (%)		
소독제①	소독제②	소독제③
70.5	77.6	78.0

■ 검출 가능 농도 범위 확인

FDA 의 손 소독제 분석법에는 표 1 에 나타난 것과 같은 각 성분의 분석 가능 농도 범위가 기재되어 있으며 이 농도 범위를 분석할 수 있는 분석 조건이어야 합니다.

표준원액을 2 배, 5 배, 10 배, 20 배, 50 배, 100 배로 희석 조제한 6 개의 시료를 준비·측정하여 직선성을 확인하였습니다. 검량선의 직선성보다 폭넓은 농도지역에서 측정이 가능함을 확인하였습니다.

각 측정대상 화합물의 검량선을 그림 3 에 제시하였습니다.

* 고농도 샘플을 분석이후 저농도 샘플의 감도가 부족한 경우에는, 검출기 전압을±0.1 정도로 조정해 주세요.

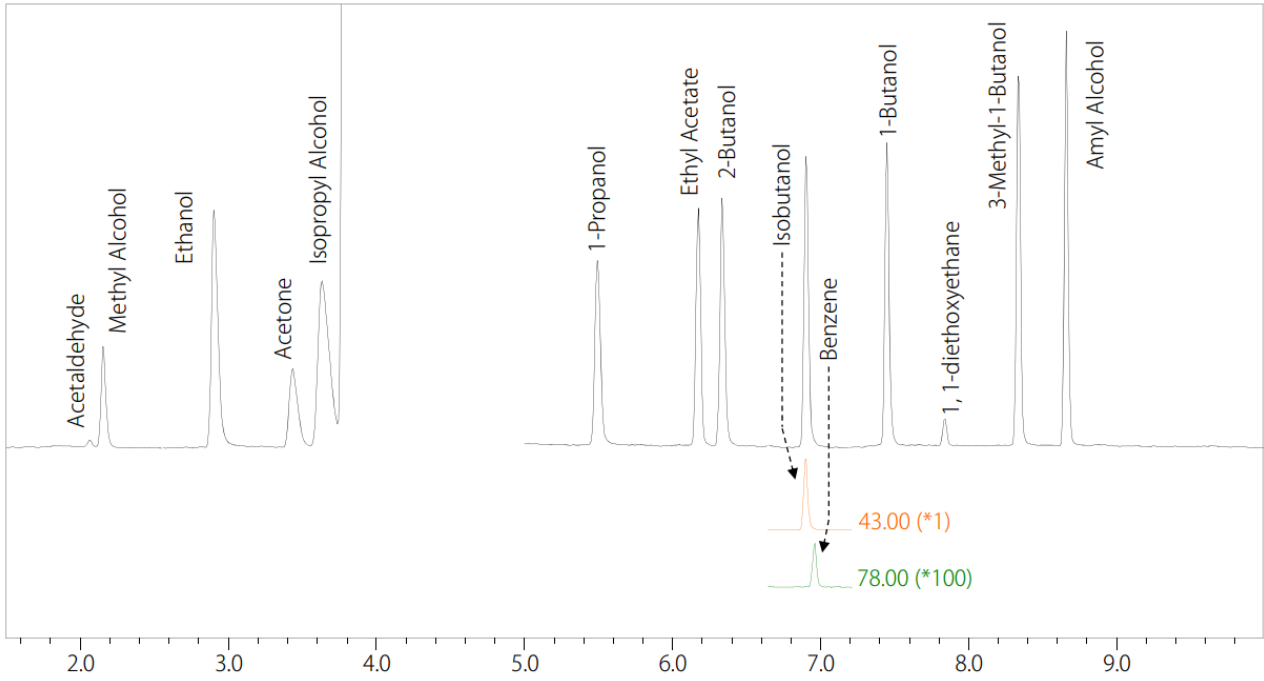


그림 1. 표준용액의 TIC 크로마토그램(Isobutanol 과 Benzene: SIM 크로마토그램)

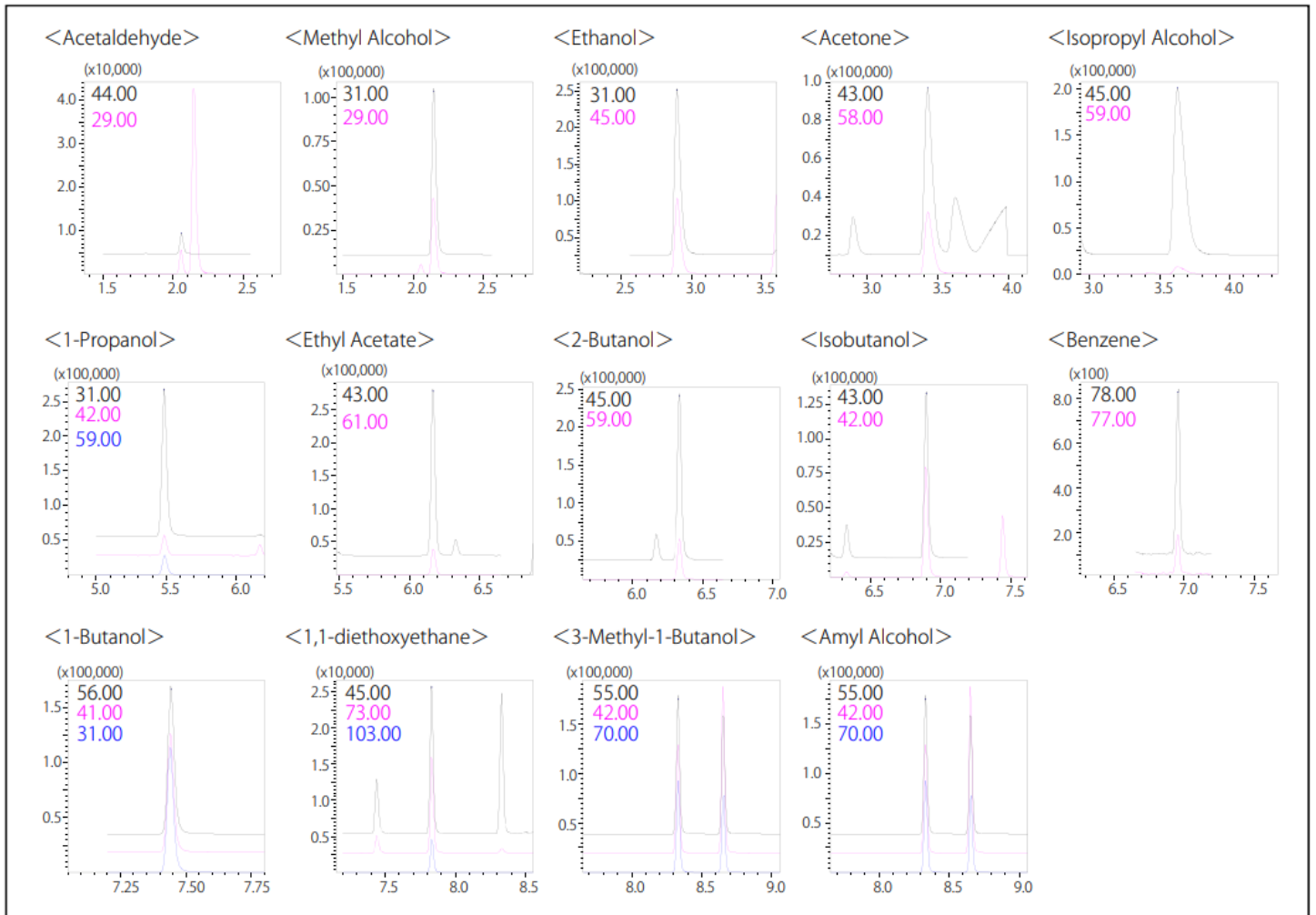


그림 2. 표준 용액의 SIM 크로마토그램

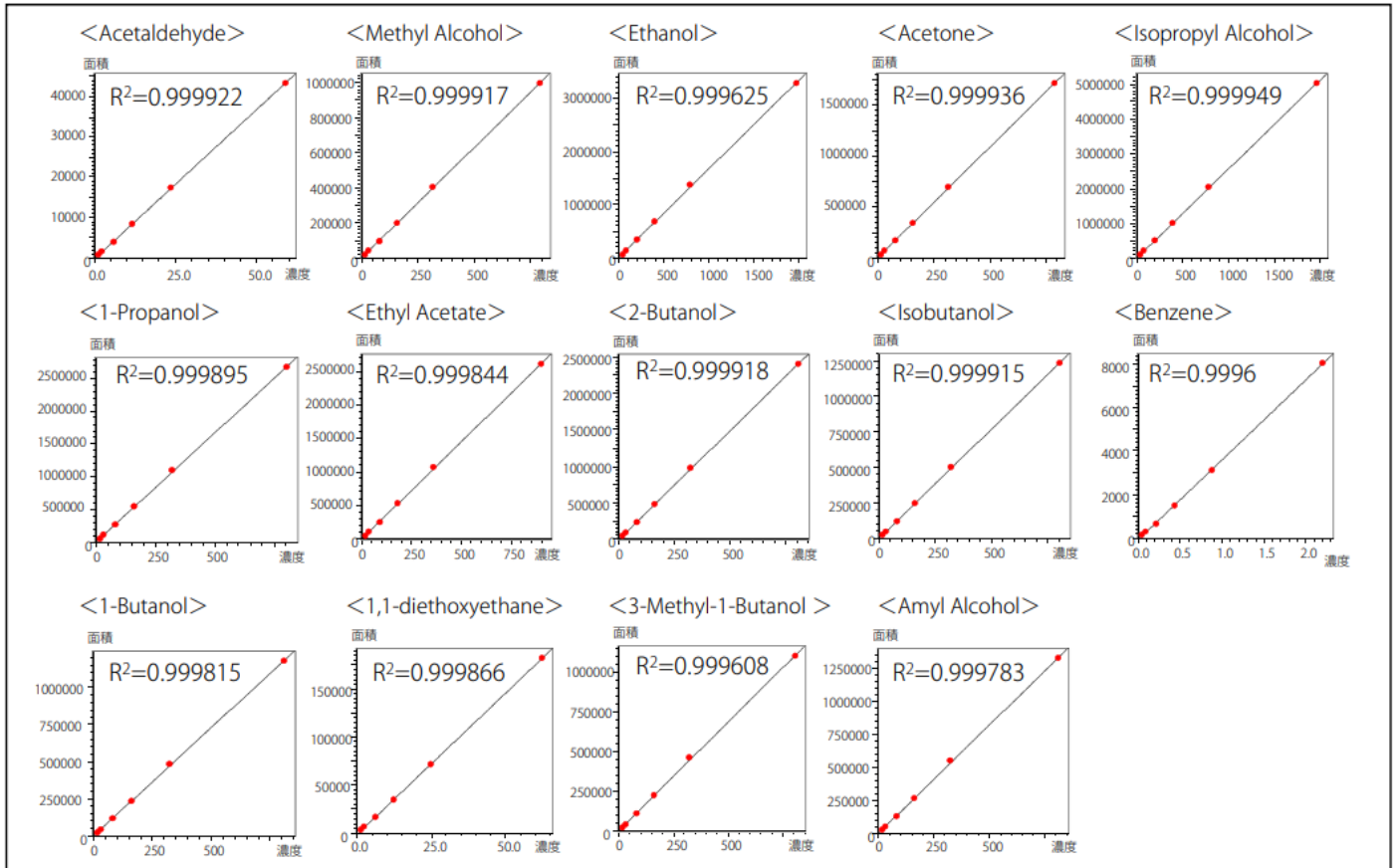


그림 3 검출 가능 농도 범위 확인

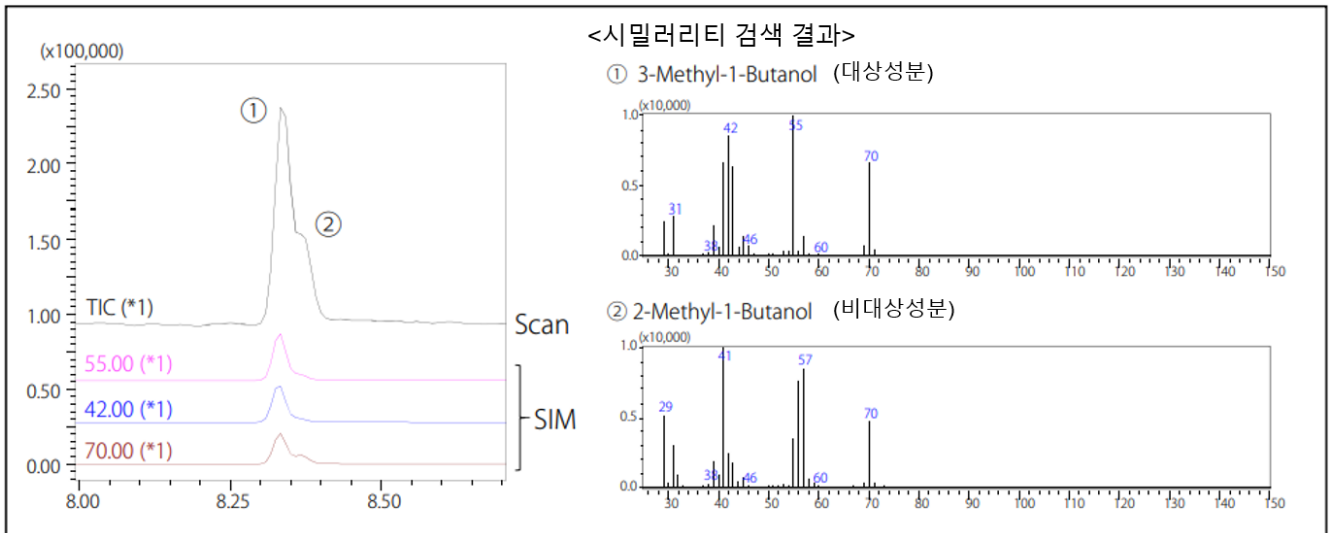


그림 4. FASST 모드에 의한 규정 불순물 이외의 용출 성분 동정

■ FASST 에 의한 동정

FASST 분석(Scan 과 SIM 의 고속 전환 기능)을 통해 규정 불순물 이외의 용출 성분 동정이 가능합니다. 이번에 사용한 실제 시료 중 주조업체의 소독액(소독제 ②)에서는 규정 불순물 이외의 피크가 검출되었습니다. Scan 데이터에서 2-Methyl-1-Butanol 로 동일합니다. 그 결과를 그림 4 에 나타냅니다.

■ 결론

GCMS-QP20NX 를 이용하여 손 소독제 중 불순물의 정량 및 알코올 농도를 정량 할 수 있습니다. 또한 FASST 분석을 통해 규정 불순물 이외의 용출 피크 동정도 가능합니다

연구용으로만 사용하세요. 진단과정에 사용하지 마세요.

본 문서는 해당 국가에서 사용할 수 없는 내용이 포함되어 있을 수 있습니다. 확인이 필요하실 경우 시마즈 사이언티픽 코리아로 문의 바랍니다. 본 문서에 사용된 회사 이름, 제품/서비스 이름 및 로고는 상표기호 "TM" 또는 "®"와 함께 사용되는지 여부와 관계없이 Shimadzu Corporation, 자회사 또는 계열사의 상표 및 상표 이름입니다. 제 3자의 상표 및 상표명은 기호 "TM" 또는 "®"와 함께 사용되는지 여부와 관계없이 기입 또는 그 제품/서비스를 참조하기 위해 본 문서에 사용될 수 있습니다. 본 문서의 내용은 어떠한 종류의 보증 없이 "있는 그대로" 제공되며, 제품의 외관 및 사양은 성능 개량을 위해 예고 없이 변경될 수 있습니다. 사진에 포함된 PC 또는 프린터는 별도 구매 제품입니다. 시마즈, 시마즈 사이언티픽 코리아는 본 문서의 사용과 관련하여 직접 또는 간접적으로 어떠한 손상에도 대한 책임을 지지 않습니다.