

Application News

No. 01-00488-ENK

GC-MS GCMS-QP™ 2020 NX

Py/TD-GC-MS를 이용한 플라스틱 내 UV-328과 Dechlorane Plus 분석

Analyzing UV-328 and Dechlorane Plus in Plastic by Pyrolyzer /Thermal Desorption-GC-MS

사용자 활용 포인트

- ◆ Py/TD-GC-MS를 이용해 유기 용매 사용 없이 간단한 조작으로 플라스틱내 UV-328과 Dechlorane Plus를 동시분석 할 수 있다.
- ◆ FASST (Fast Automated scan/SIM) 모드를 이용하여 한번에 정성 및 정량 분석을 할 수 있다.

■ 서론

플라스틱은 첨가제 처리하여 가공 시 용이성이나 제품의 성능을 높일 수 있다. UV-328은 자동차의 페인트 코팅에 주로 사용되는 첨가제로 자외선을 흡수하여 자동차의 표면을 보호하는 역할을 한다. Dechlorane plus(이하 DP)는 화재 사고 시 발화 지연 및 연소의 확대를 방지하기 위해 전기 케이블과 와이어 등 다양한 산업 제품에 불연소 난연제로 사용된다.

잔류성 유기오염물질(Persistent Organic Pollutants, POPs)은 잔류성, 장거리 이동성, 생물 농축성, 강독성 등을 갖고 있는 물질로 스톡홀름 잔류성 유기오염물질 협약에 의해 금지 및 제한되는 유해 물질이다. UV-328 및 DP 또한 POPs에 해당하는 물질로 2023년 POPs의 규제 대상이 되었다. 이에 제조업체와 수입업체는 규제 준수를 위해 제품 중 UV-328 및 DP를 분석하고 주기적으로 모니터링 해야 한다.

보편적으로 유기물질을 분석하는 방법인 용매 추출을 이용한 GC-MS로의 분석은 해당 두 성분을 정확하게 정량 할 수 있지만 다량의 유기 용매가 필요하고 추출 단계에 오랜 시간이 소요되며 높은 분석 기술 수준이 요구 되는 등의 문제가 있다.

본 뉴스레터에서는 Py/TD-GC-MS를 이용하여 폴리머에서 UV-328과 DP를 간단하고 신속하게 스크리닝하는 방법을 소개하고자 한다.

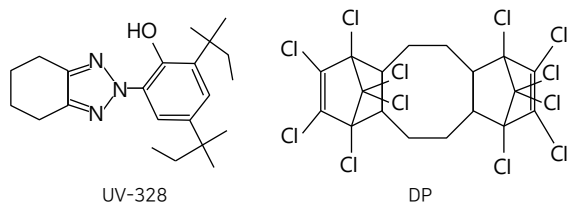


그림 1. UV-328과 DP 구조식

■ 시료 전처리와 분석 조건

UV-328 및 DP의 표준 용액은 각각 톨루엔으로 희석하였다. 다음으로 UV-328 및 DP 표준 물질과 플라스틱을 샘플 컵에 첨가하여 플라스틱 내 UV-328 및 DP 농도가 0, 100, 500, 1000 및 2000 mg/kg이 되도록 하였다. 이후 상온 건조 시킨 후, Py/TD-GC-MS로 측정하였다.

실제 플라스틱 시료로서 액정 모듈과 코팅된 와이어를 준비하였다. 커터를 이용해 약 0.5 mg의 시료를 준비 한 후 샘플 컵에 넣고 Py/TD-GC-MS로 측정하였다. 표 1은 분석 시 사용한 장비와 분석 조건을 나타냈다.

표 1. 장비 구성 및 분석 조건

Pyrolyzer System	EGA/PY-3030D Multi-Shot Pyrolyzer and AS-1020E Auto-Shot Sampler (Frontier Laboratories)
Analysis Mode	: Heart-cut EGA (thermal extraction)
Heating Furnace Temp	: 200℃→20℃/min→300℃→5℃/min→340℃(1 min)
Interface Temp.	: 300 ℃ (manual)
GC System	Nexis GC-2030
Analytical Column	: SH-1MS with integrated guard (15 m x 0.25 mm, 0.1 μm + 2 m guard column)
Carrier Gas	: He
Control Mode	: Linear velocity control (52.1 cm/sec)
Injection Mode	: Split (1:50)
Oven Temperature	: 80 ℃ → 20 ℃/min → 320 ℃ (4 min)
MS System	GCMS-QP2020 NX
Ionization Method	: EI
Interface Temp.	: 320 ℃
Ion Source Temp.	: 230 ℃
Scanning Mode	: Synchronous scan/ SIM (scan : m/z 50 to1000)
Event Time	: Scan 0.15 sec/SIM 0.1 sec

■ 정량 이온 선택

표준 플라스틱 시료 4 종(PVC, PS, ABS, PET)에 UV-328과 DP가 1000 mg/kg 수준으로 함유되게 처리하여 분석을 수행하였다. 그림 2는 PVC 플라스틱에 포함된 UV-328과 DP 1000 mg/kg 결과이다. 두 성분은 다른 플라스틱 유래의 성분의 간섭 물질로부터 분리 및 검출이 가능했다. DP에서 두 개의 피크가 검출되었으며 이성질체로 확인되었다. 표준 물질에 대한 높은 감도와 플라스틱의 간섭 물질의 관계를 고려하여 m/z 351.2 (UV-328)과 m/z 271.8 (DP) 이온을 정량 이온으로 선택했다.

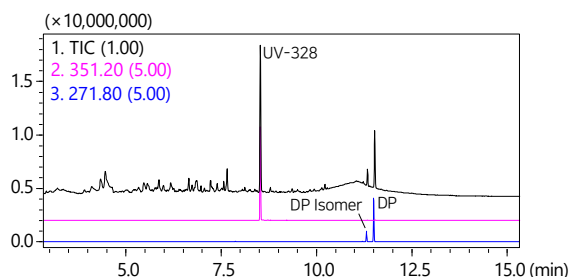


그림 2. PVC 플라스틱에 포함된 UV-328과 DP 1000 mg/kg 표준 시료 TIC 크로마토그램과 SIM 크로마토그램

■ 검량선 확인

PVC 플라스틱에 들어있는 UV-328과 DP에 대해 0, 100, 500, 1000, 2000 mg/kg 농도 범위의 표준 시료를 분석하였고 검량선을 그렸다. DP는 모하합물과 이성질체의 피크의 면적을 합하여 계산하였다. 검량선의 직선성(R²)은 두 화합물 모두에서 0.998 이상으로 우수한 직선성을 보였다 (표 2).

■ 반복성과 검출한계 확인

UV-328과 DP 농도가 1000 mg/kg인 PVC 플라스틱 표준 시료를 3회 반복 분석하여 %RSD를 측정하여 반복성을 확인하였다. 또한 UV-328과 DP 농도가 100 mg/kg인 PVC 플라스틱 표준 시료를 8회 분석하여 스튜던트 t-검정(신뢰구간:99%)을 통해 검출한계(MDL)를 계산하였다 (표 2). 반복성 확인 결과, % RSD는 5 % 미만이었다. 검출한계는 두 성분 모두 50 mg/kg 미만으로, 플라스틱 시료 내 성분의 포함 여부를 판단하는 스크리닝 분석으로 사용할 수 있는 결과이다.

표 2. 검량선 직선성, 반복성 및 MDL

화합물	직선성 R ²	1000 mg/kg % RSD	MDL (mg/kg)
UV-328	0.998	1.3	9.3
DP	0.999	4.6	23

■ 다양한 플라스틱으로부터 회수율 평가

UV-328 및 DP 농도가 1000, 2000 mg/kg인 플라스틱 표준 시료(PVC, PS, ABS, PET)를 4회 반복 분석하였다. 두 화합물의 농도는 검량선을 이용하여 계산하였고, 회수율을 평가하였다 (그림 3).

평균 회수율은 UV-328의 경우 104 %에서 111 %, DP의 경우 96 %에서 134 %로 확인되었으며, 해당 분석법이 스크리닝 분석에 사용하기 충분함을 보여준다.

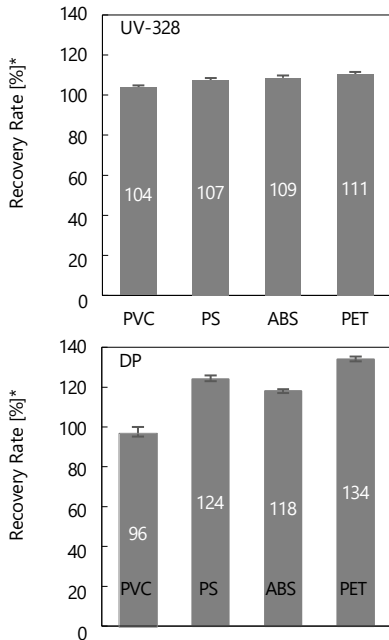


그림 3. 다양한 플라스틱에서 UV-328과 DP 회수율

* 오차 막대는 표준 편차를 나타낸다.

■ 실제 시료 분석 결과

커터를 이용하여 액정 모듈과 코팅된 와이어의 일부 조각을 취해 3회 반복 분석을 수행한 결과, 액정 모듈의 두번째 층 재료에서 UV-328이 검출되었고 코팅된 와이어에서 DP가 검출되었다.

그림 4와 5는 각각 액정 모듈과 코팅된 와이어 시료에 대한 TIC 및 SIM 크로마토그램을 나타냈다. 표 3과 4는 액정 모듈과 코팅된 와이어 시료에서 검출된 화합물의 농도와 반복성 테스트 결과를 나타냈다.

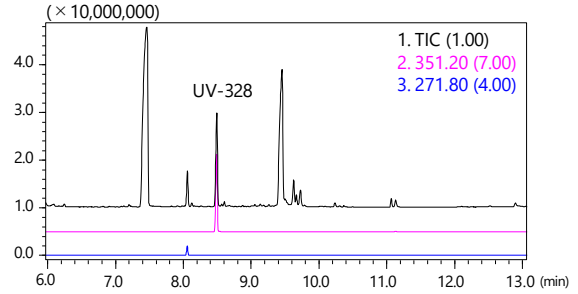


그림 4. 액정 모듈 플라스틱 시료의 TIC와 SIM 크로마토그램

표 3. 액정 모듈 시료 내 화합물 일치율, 검출 농도 및 반복성 (n=3)

화합물	일치율 (%)	검출 농도 (mg/kg)	% RSD
UV-328	90	3.8×10^3	5.1

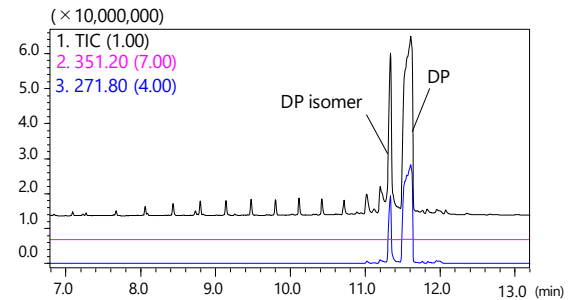


그림 5. 코팅된 와이어 플라스틱 시료의 TIC와 SIM 크로마토그램

표 4. 코팅된 와이어 시료 내 화합물 유사도, 검출 농도 및 반복성 (n=3)

화합물	일치율 (%)	검출 농도 (mg/kg)	% RSD
DP	89	8.4×10^4	6.5
DP 이성질체	86		

■ 결론

본 뉴스레터에서는 POPs 규제 성분인 UV-328과 DP를 Py/TD-GC-MS로 분석했다. 해당 분석법은 별도의 전처리 과정 없이 플라스틱 시료 그대로를 직접 분석할 수 있는 간편한 분석방법으로 분석법의 직선성, 반복성, 검출한계 및 회수율을 평가한 결과 모두 우수한 수준으로 확인되었다. 이를 통해 플라스틱 시료 중 UV-328과 DP의 존재 여부를 판단하는 스크리닝 방법으로 Py/TD-GC-MS를 이용하면 간편하면서 정확한 분석이 가능함을 확인하였다.

GC-MS-QP와 GCMS solution 일본 및/또는 기타 국가에서 Shimadzu Corporation 또는 그 계열사의 상표입니다.

01-00488-ENK



Shimadzu Corporation
www.shimadzu.com/an/
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.

Copyright © 2025 SHIMADZU group. All rights reserved.