pISSN 1229-1153 *J. Fd Hyg. Safety*
Vol. 28, No. 1, pp. 56~62 (2013)

Journal of Food Hygiene and Safety
Available online at http://www.foodhygiene.or.kr

Poly (ethylene naphthalate) (PEN 수지)의 2,6-디메틸나프탈렌 디카복실레이트 (2,6-NDC)과 2,6-나프탈렌디카복실산(2,6-NDA) 분석법 확립

성준현 · 오재명 · 신동우 · 최재천 · 임호수 · 박세종 · 박건우 · 김소희 · 김미혜*
식품의약품안전청 첨가물포장과

Analytical Method Development of 2,6-dimethylnaphthalene Dicarboxylate (2,6-NDC) and 2,6-naphthalene Dicarboxylic Acid (2,6-NDA) in Poly (ethylene naphthalate) (PEN)

Jun-Hyun Sung, Jae-Myoung Oh, Dong-Woo Shin, Jae-Chon Choi, Ho-Soo Lim, Se-Jong Park, Geon-Woo Park, So-Hee Kim, and Meehye Kim*
Food Additives and Packages Division, Korea Food and Drug Administration, Cheongwon-gun, Chungcheongbuk-do, Korea
(Received October 11, 2012/Revised January 10, 2013/Accepted February 25, 2013)

ABSTRACT - Poly (ethylene naphthalate) (PEN), which is likely to be widely used in various application due to good barrier properties, is manufactured by condensation polymerization of 2,6-dimethylnaphthalene dicarboxylate (2,6-NDC) or 2,6-naphthalene dicarboxylic acid (2,6-NDA) with ethylene glycol. In this study, an analytical method to determine monomers in food simulants, which might migrate from PEN food contact materials into food, was developed. The HPLC-UV method was validated for 2,6-NDC and 2,6-NDA. The obtained validation parameters were selectivity, sensitivity, linearity, precision and recovery. The simultaneous HPLC method was considered the be most effective analytical method to determine 2,6-NDC and 2,6-NDA in food simulants.

Key words: PEN, 2,6-dimethylnaphthalene dicarboxylate (2,6-NDC), 2,6-naphthalene dicarboxylic acid (2,6-NDA)

Poly (ethylene naphthalate) (PEN 수지)는 방향족 디카르본산 등과 지방족 디올로 부터 제조되는 열가소성 polyester계 합성수지의 일종이다. 일반적으로 PEN 수지는 2,6-디메틸나프탈렌디카르복실레이트(2,6-NDC)와 에틸렌글리콜(EG)의 축합반응으로 제조되며, 식품용 기구 및 용기・포장 공전에서는 PEN 수지를 "폴리에틸렌나프탈레이트라 함은 기본 중합체(base polymer) 중 NDC와 EG의 중합물질의 함유율이 50% 이상인 합성수지제를 말한다"로 정의하고 있다[1]. PEN 수지는 기체차단성 등 물리화학적 성질이 기존의 PET에 비하여 우수하여 향후 많은 영역에서 PET를 대체할 것으로 예상되는 합성수지이다[2]. Fig. 1에는 PEN 수지의 축합반응 모식도를 나타내었다.

PEN 수지 중합시 원료물질로 사용되는 나프탈렌계 유도체인 2,6-NDC와 2,6-나프탈렌디카복실산(2,6-NDA)에 대한 독성 연구에 대한 보고는 그리 많지 않으며, 특히 PEN 수지제 식품포장으로부터 이행에 따른 노출량 및 안전성 평가는 거의 전무한 실정이다. 다만, 초기에 PEN 수지 상업화에 성공한 Amoco Chemical사에서 호주의 공중보건에 관한 법률(an Act of the Commonwealth of Australia)인 공업화학물질법(the Industrial Chemicals (Notification and Assessment) Act, 1989)에 의거 the National Industrial Chemicals Notification and assessment Scheme (NICNAS)에 따라 평가한 자료가 보고되고 있다.

2,6-NDC의 급성 경구독성 및 피부독성은 랫드를 이용한 시험에서 각각 LD_{50} > 5,000 mg/kg 및 LD_{50} > 2,000 mg/kg로 매우 낮은 수준이며, 일부 토끼의 피부에서 약한 피부 자극이 언급되어 있다. 또한, 랫드를 이용한 28일간 반복 투여 경구독성 시험에서 별다른 영향이 관찰되지 않았으며, in vitro 유전독성 시험의 경우에서도 별다른 영향을 없었다[3].

2,6-NDC와 마찬가지로 급성 경구독성 및 피부독성은 랫

*Correspondence to: Meehye Kim, Food Additives & Packages Division, Korea Food and Drug Administration, Cheongwon-gun, Chungcheongbuk-do, Korea
Tel: 82-43-719-4351, Fax: 82-43-719-4350
E-mail: meehkim@korea.kr

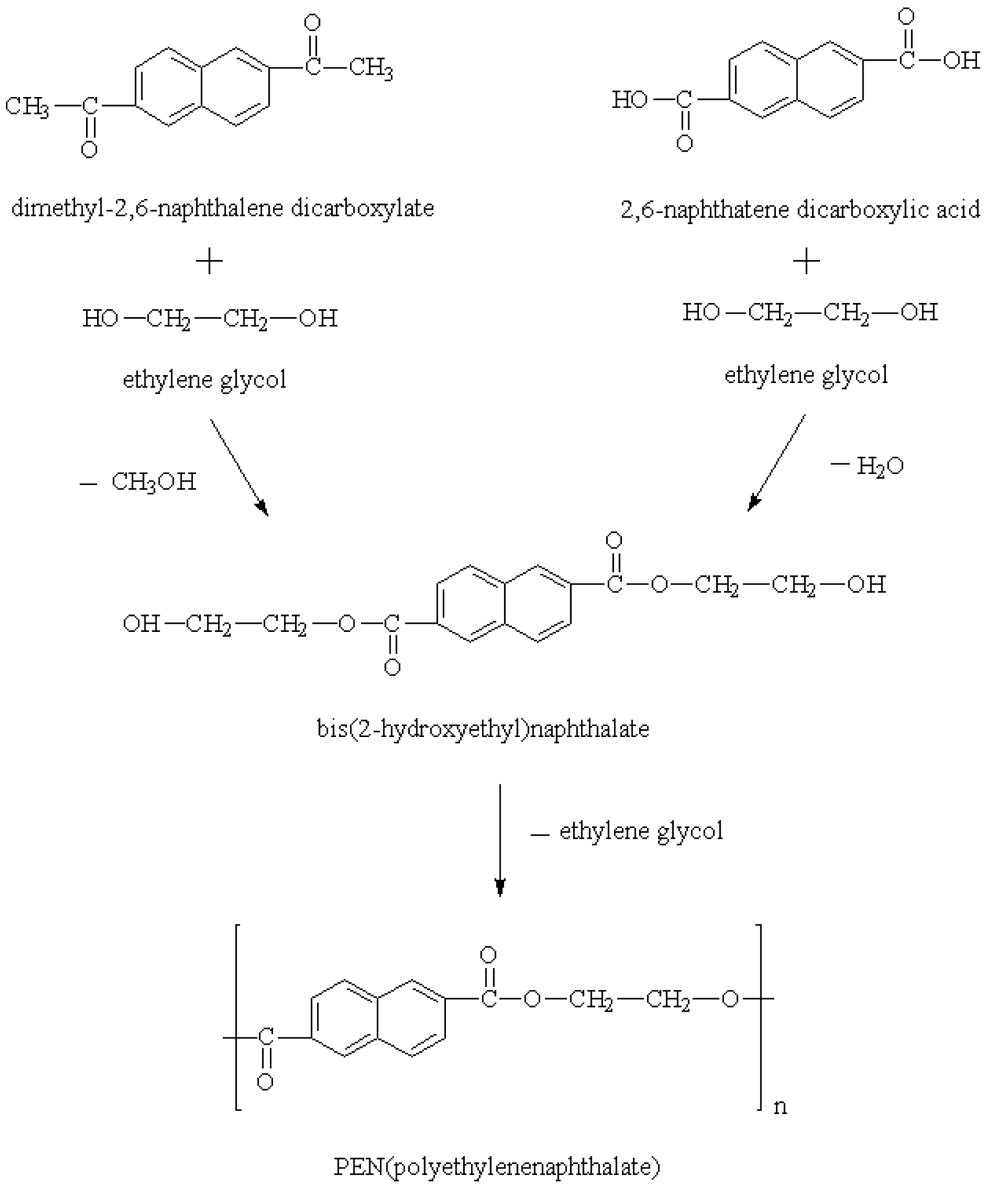

Fig. 1. Polymerization of poly (ethylene naphthalate) (PEN).

드를 이용한 시험에서 각각 LD_{50} > 5,000 mg/kg 및 LD_{50} > 2,000 mg/kg로 매우 낮은 수준이며, 일부 약한 피부 자극이 언급되어 있다. 흡입독성은 1.23 mg/L 농도에서 사망이 관찰되지 않았으며, 90일간 반복 투여 경구독성 시험에서도 50,000 ppm 농도까지 별다른 영향은 발견되지 않았다[4]. 그 밖의 PEN 수지 모노머에 대한 연구로 2,6-NDC에 대하여 랫드를 이용한 반복 투여시험에서 NOAEL 값으로 1,000 mg/kg b.w./day가 보고된 바 있다[5].

PEN 수지에 대한 미국의 관리현황의 경우 PEN 수지 관련 고분자 및 그 원료물질이 수재되어 있으나[6], 모노머에 대한 별도의 용출규격은 설정하고 있지 않다. 일본의 경우 최근 2006년에 시험법 등을 대폭 개정한 후생노동성고시제201호에 따라 기구 및 용기・포장을 관리하고 있으나[7], PEN 수지와 관련하여 별도의 재질규격 및 용출규격은 설정하고 있지 않다. 유럽연합의 경우 식품 접촉용 플라스틱 물질 및 품목에 관한 유럽위원회 규정 No 10/2011[8]에 PEN 수지와 관련한 용출규격이 설정되어 있다. 우리나라는 식품의약품안전청고시로 「기구 및 용기・포장의 기준 및 규격」을 운영하고 있으며, PEN 수지와 관련하여 용출규격이 설정되어 있다[1].

유럽연합의 식품접촉물질을 관장하는 유럽공동체 국가표준실험실 연합(Joint Research Center, TRC)에서 제안하는 분석법이 2,6-NDA에 대하여만 해당 홈페이지에 간단히 언급되어 있다[9]. 그러나 상대적으로 규격이 엄격한 2,6-NDC에 대한 분석법은 별도의 규정이 없는 실정이며, 제시된 분석법 또한 단순한 검출방법에 관한 것일 뿐, 검출

한계, 정량한계, 직선성, 회수율 및 정밀성 등에 대한 밸리데이션 자료는 보고된 바 없는 실정이다. 그밖에 각종 저널 등을 검색한 결과로는 현재까지 PEN 수지 식품 포장재로부터 식품이나 식품유사용매로 이행되는 2,6-NDC와 2,6-NDA에 대한 검출한계, 정량한계, 직선성, 정밀성, 회수율 등 분석법 밸리데이션에 대한 연구는 전무한 실정이다.

본 연구에서는 PEN 수지 식품 포장재로부터 식품이나 식품유사용매로 이행되는 2,6-NDC와 2,6-NDA의 분석법을 개발하고, 이에 대한 밸리데이션을 수행하였다. 밸리데이션의 경우 검출한계 및 정량한계는 유럽연합 용출규격인 0.05 μg/mL 수준의 규격 검사가 가능한 분석감도를 가질 수 있어야 하며, 상대표준편차(relative standard deviation) RSDr로 표현한 일내 재현성(intra-day repeatability)은 Horwitz equation ($RSD = 2^{(1-0.5\log C)}$)으로부터 유도된 값의 1/2에 해당하는 값을 criteria로 설정하였으며, RSD_R로 표현한 일간 재현성(inter-day reproducibility)은 Horwitz equation ($RSD = 2^{(1-0.5\log C)}$)으로부터 유도된 값을 criteria로 설정하였다.

재료 및 방법

시약 및 재료

표준품으로 사용한 2,6-NDC 및 2,6-NDA과 내부표준물질로 사용한 6-히드록시-2나프토익산 및 안트라센은 Sigma사(St. Louis, MO, USA)로부터 각각 구입하였다.

용매로 사용한 에틸 아세테이트, n-헵탄, 아세톤, 아세토니트릴, 에탄올 및 아세트산는 Merck사(Whitehous station, NJ, USA)로부터 HPLC 급을 구입하여 사용하였으며, 피리딘, 수산화암모늄 및 인산은 Wako사(Osaka, Japan)로부터 각각 구입하여 사용하였다.

PEN 수지 시료의 경우 이를 취급하는 국내 대기업을 통하여 PEN 필름을 확보하여 사용하였다.

시료 재질확인

재질확인을 위한 FT-IR 측정은 파장 450~6,000 cm^{-1} 범위에서 측정하였으며, 시료의 상태 및 두께에 따라 투과 또는 KBr과 혼합하고 얻어진 파우더를 투명한 디스크 형태로 조제하여 측정하였다. 얻어진 결과는 문헌에 보고된 PEN 수지 고분자의 IR 스펙트럼 library와 비교하여 최종 재질을 확인하였다.

분석조건

2,6-NDC 및 2,6-NDA 분석을 위해 사용된 HPLC 장비는(Shiseido 사(Tokyo, Japan)의 SP3133 injector, SP3004 oven, SP3202 pump 모델과 Agilent사(Santaclara, CA, USA)의 1200 series모델)이었으며, 분석조건은 Table 1에 요약하였다.

표준용액의 조제

2,6-NDC의 경우 2,6-NDC 표준품 10 mg을 정밀히 달아 10 mL 메스플라스크에 넣고 아세톤 3 mL를 가하여 녹인 후, 50% 아세토니트릴을 가하여 10 mL로 한 액을 2,6-NDC 표준원액으로 하였다(1,000 μg/mL). 표준원액을 1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 50% 아세토니트릴을 가하여 100 mL로 한 액(10 μg/mL)을 0.05, 0.075, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 및 1 mL씩을 취하여 각각 10 mL 메스플라스크에 넣고 50% 아세토니트릴을 가하여 10 mL로 한 액을 검량선 작성용 표준용액으로 하였다.

2,6-NDA의 경우 2,6-NDA 표준품 20 mg을 정밀히 달아 100 mL 메스플라스크에 넣고 10% 수산화암모늄 용액 0.1 mL를 가하여 녹인 후 50% 아세토니트릴을 가하여 100 mL로 한 액을 2,6-NDA 표준원액으로 하였다(200 μg/mL). 표준원액 1 mL를 취하여 100 mL 메스플라스크에 넣고 50% 아세토니트릴을 가하여 100 mL로 한 액(10 μg/mL)을 0.05, 0.1, 0.3, 0.5 및 1 mL씩을 취하여 각각 10 mL 메스플라스크에 넣고 50% 아세토니트릴을 가하여 10 mL로 한 액을 검량선 작성용 표준용액으로 하였다 (각각 50, 100, 300, 500 및 1,000 ng/mL).

시험용액의 조제

PEN 수지 시료에 대하여 식품용 기구 및 용기포장 공전 IV. 기구 및 용기・포장의 시험법 2-6. 재질별 용출시험용액의 조제에 따라 용출시험용액을 조제하였다[1]. 침출용액으로는 물, 4%초산, 20%에탄올 및 n-헵탄을 사용하였으며, 액체를 담을 수 있는 시료는 담아서, 액체를 담을 수 없는 표리가 동일한 필름류의 시료는 시료의 표면적 cm^2 당 2 mL의 침출용액에 담그어 조제하였다. 물, 4%초산, 20%에탄올을 침출용액으로 하여 용출한 경우에는 60°C에서 30분 및 95°C에서 30분간 용출한 액을 시험용액으로 하였으며, n-헵탄을 침출용액으로 하여 용출한 경우에

Table 1. HPLC analytical condition

· Column	C18 (UG120 250 mm × 4.6 mmI.D, 5 um)
· Oven Temperature	40°C
· Mobile phase	A: 1 L of water containing 1.25 mL of phosphoric acid B: 1 L of acetonitrile containing 1.25 mL of phosphoric acid Gradient : A:B (0:100) → A:B (100:0) / 20 min
· Flow rate	1 mL/min
· Detector	UV (λ = 244 nm)

는 25°C에서 1시간 용출한 액을 시험용액으로 사용하였다.

분석법 검증

검량선 및 직선성

미리 조제한 표준용액에 대하여 Table 1의 조건에 따라 HPLC로 분석하여 얻어진 크로마토그램으로부터 검량선을 작성하였다. 크로마토그램의 2,6-NDC 및 2,6-NDA 각각의 피크면적을 해당 성분의 농도에 대하여 플롯하여 검량선을 작성하였고, 검량선으로부터 직선식의 상관계수(R^2)를 구하여 직선성을 검토하였다.

검출한계 및 정량한계

얻어진 크로마토그램으로부터 signal과 noise의 비가 3에 해당하는 농도를 검출한계(Limit of Detection, LOD)로, 10에 해당하는 농도를 정량한계(Limit of Quantification, LOQ)로 하였다.

회수율

2,6-NDC의 경우 식품용 기구 및 용기·포장공전[1]의 기준 및 규격에서 규정하고 있는 침출용액 (물, 4%초산, 20% 에탄올 및 n-헵탄)에 2,6-NDC 표준원액 일정량을 첨가하여, 각각 0.05 및 0.1 μg/mL의 농도가 되도록 조제한 액을 첨가시험용액으로 하였다. 그 중 물, 4%초산 및 20%에탄올 침출용액을 이용하여 조제한 시험용액의 경우, 시험용액 20 mL를 정밀히 취하여 미리 아세토니트릴 및 물로 활성화 및 안정화 시킨 C18 SPE 카트리지에 서서히 흘려준 후, 아세토니트릴을 이용하여 추출 시킨 액 2 mL를 정밀히 취하여 최종 HPLC 분석용 최종 시험용액으로 하였다. 반면 n-헵탄 침출용액을 이용하여 조제한 시험용액의 경우, 시험용액 20 mL를 정밀히 취하여 감압 건조 후 잔류물을 아세토니트릴에 녹여 2 mL로 한 액을 HPLC 분석용 최종 시험용액으로 하였다. 용출시험용액의 조제도 이와 동일하게 조제하였으며, 모든 전처리 과정을 Fig. 2에 요약하였다.

2,6-NDA의 경우 식품용 기구 및 용기·포장공전[1]에서 규정하고 있는 침출용액 (물, 4%초산, 20%에탄올 및 n-헵탄)에 2,6-NDA 표준원액 일정량을 첨가하여, 각각 0.05 및 0.5 μg/mL의 농도가 되도록 조제한 액을 첨가시험용액으로 하였다. 그 중 물, 4%초산 및 20%에탄올 침출용액을 이용하여 조제한 시험용액의 경우, 시험용액을 직접 HPLC 분석하였으며, n-헵탄 침출용액을 이용하여 조제한 시험용액의 경우, 시험용액 10 mL를 정밀히 취하여 감압 건고 후 잔류물을 아세토니트릴에 녹여 10 mL로 한 액을 HPLC 분석용 최종 시험용액으로 하였다. 용출시험용액의 조제도 이와 동일하게 조제하였으며, 모든 전처리 과정을 Fig. 3에 요약하였다. 분석 후 그 결과를 첨가한 량과 비교하여 회수율을 계산하였다.

정밀성 및 재현성

시험용액의 조제에 따라 하루에 조제한 액 3개를 각각 분석한 결과로부터 얻어진 상대표준편차(relative standard deviation, RSD%)로부터 일내(intra-day) 재현성을 검증하였다. 또한 각각의 침출용액에 대하여 시험용액의 조제에 따라 1일 이상의 편차를 두고 각각 조제한 3개의 시험용액을 분석한 결과로부터 얻어진 상대표준편차로부터 일간(inter-day) 재현성을 검증하였다.

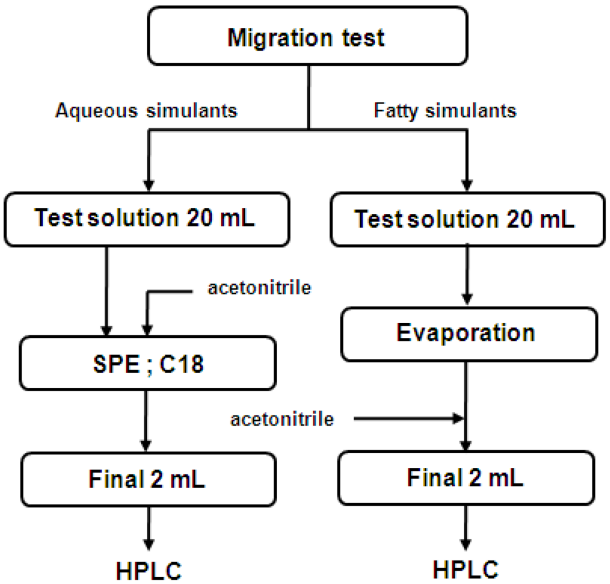

Fig. 2. Sample preparation procedure for HPLC analysis to determine 2,6-NDC in simulants.

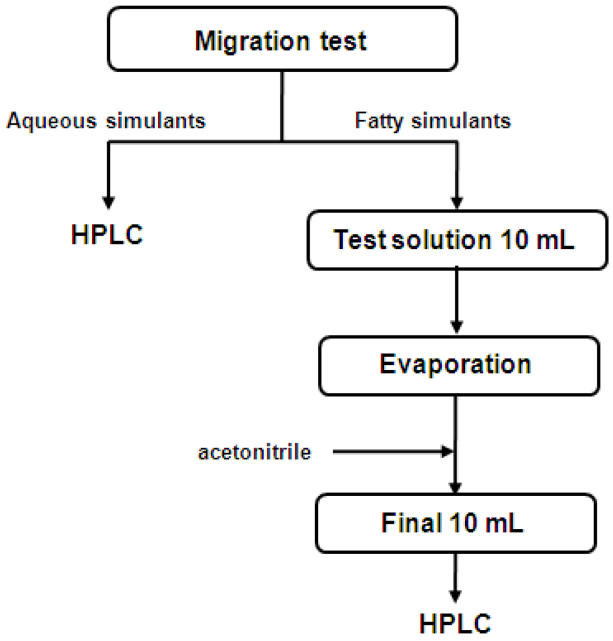

Fig. 3. Sample preparation procedure for HPLC analysis to determine 2,6-NDA in simulants.

결과 및 고찰

시료의 재질확인

분석대상 시료를 FT-IR specrtometer로 분석한 후, 얻어진 스펙트럼을 Library[10]와 비교함으로써 시료의 재질을 확인하였으며, 대표적인 스펙트럼을 Fig. 4에 나타내었다. 분석결과 본 연구의 분석 대상 시료는 PEN 재질임을 확인할 수 있었다.

크로마토그램

Fig. 5에는 0.5 μg/mL 농도의 2,6-NDC 및 2,6-NDA 표준용액을 HPLC로 분석한 크로마토그램을 나타내었으며, Fig. 5에서 보는 바와 같이 본 연구에서 설정한 검출파장 및 이동상 조건에서 15분 이내에 여타의 간섭물질 없이 2,6-NDC 및 2,6-NDA의 분리 및 동시분석이 가능함을 확인할 수 있었다.

분석법 검증

직선성

2,6-NDC와 2,6-NDA 각각에 대하여 0.05~1 μg/mL의 농도 범위 8개 농도에 대하여 작성한 검량선을 Fig. 6, 7에 나타내었다. 2,6-NDC와 2,6-NDA 모두 $r^2 = 0.999$ 이상의 우수한 직선성을 확인할 수 있었으며, 이때 직선식은 각각 Y = 801.5027X + 6754.769, Y = 998.8498X + 1169.2155 이었다.

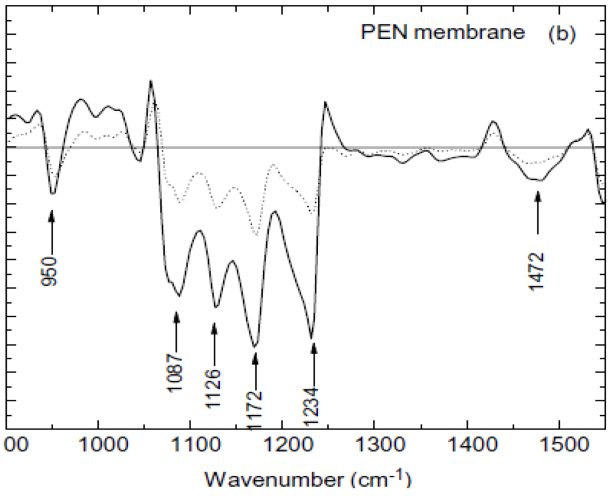

Fig. 4. Representative IR spectra ranged from 900 cm^{-1} to 1,500 cm^{-1} for PEN reference.

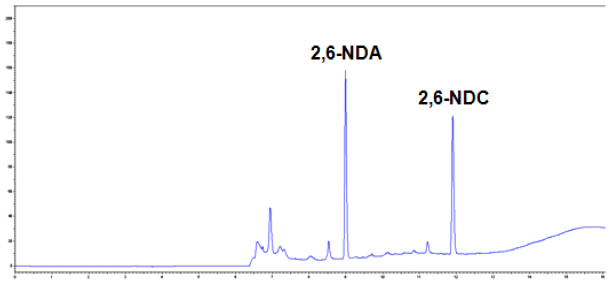

Fig. 5. Simultaneous determination of 2,6-NDC and 2,6-NDA by HPLC-UV.

LOD 및 LOQ

HPLC 분석법의 기기적인 분석감도는 2,6-NDC 및 2,6-NDA 모두 검출한계 0.02 μg/mL 및 정량한계 0.05 μg/mL 이다. 또한, 전처리 과정에서 시험용액을 C18 cartridge를 이용한 solid phase extraction 방법 등으로 10배 농축하게 되므로 본 연구에서 확립한 분석방법의 검출한계 및 정량한계는 각각 0.002 및 0.005 μg/mL 수준임을 알 수 있었다.

회수율

2,6-NDC의 경우, Table 2의 모든 결과에서 물을 침출용액으로 할 경우 90.9~93.3%, 4%초산을 침출용액으로 할 경우 91.3~93.4%, 20%에탄올을 침출용액으로 할 경우 90.3~94.7%, n-헵탄을 침출용액으로 할 경우 96.0~102.5% 수준으로, 모두 90% 이상으로 만족할 만한 수준이었다.

2,6-NDA의 경우, Table 3의 모든 결과에서 물을 침출용액으로 할 경우 92.2~97.7%, 4%초산을 침출용액으로 할 경우 90.5~106.8%, 20%에탄올을 침출용액으로 할 경우

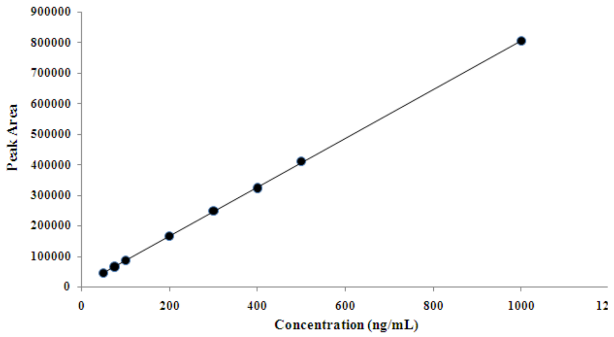

Fig. 6. Calibration curve constructed by the analysis of 2,6-NDC standard solutions.

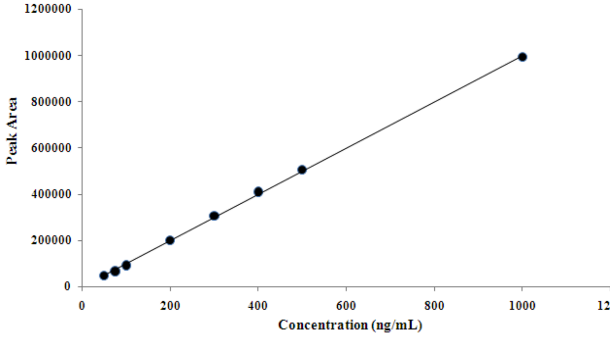

Fig. 7. Calibration curve constructed by the analysis of 2,6-NDA standard solutions.

Table 2. Precision and recovery test result for 2,6-NDC obtained from HPLC-UV analysis

Analyte		2,6-NDC
Analytical method		HPLC-UV
Recovery (%)	Water	90.9~93.3
	4% Acetic acid	91.3~93.4
	20% Ethanol	90.3~94.7
	n-Heptane	96.0~102.5

Table 3. Precision and recovery test result for 2,6-NDA obtained from HPLC-UV analysis

Analyte		2,6-NDA
Analytical method		HPLC-UV
Recovery (%)	Water	92.2~97.7
	4% Acetic acid	90.5~106.8
	20% Ethanol	90.0~94.7
	n-Heptane	90.7~99.0

90.0~94.7%, n-헵탄을 침출용액으로 할 경우 90.7~99.0% 수준으로, 모두 90% 이상으로 만족할 만한 수준이었다.

재현성

본 연구에서 확립한 UV 검출기를 이용한 2,6-NDC 및 2,6-NDA의 HPLC 분석법에 대한 정밀성 및 재현성평가 결과를 Table 4, 5에 요약하였다.

2,6-NDC의 경우 상대표준편차(relative standard deviation) RSDr로 표현한 일내 재현성(intra-day repeatability)은 Horwitz equation ($RSD = 2^{(1-0.5\log C)}$)으로부터 유도된 값의 1/2에 해당하는 값을 criteria로 비교하였다. 본 연구에서 검토한 각 침출용액별 2개의 농도 모두에서 가장 큰 RSDr 값인 4.63%가 해당농도에 대한 criteria인 12.56% 미만이었으며, 대부분 2.22~4.63% 수준으로 본 분석법의 일내 재현성(intra-day repeatability)은 만족할 만한 수준임을 확인할 수 있었다. 또한, RSD_R로 표현한 일간 재현성(inter-day reproducibility)은 Horwitz equation ($RSD = 2^{(1-0.5\log C)}$)으로부터 유도된 값을 criteria로 비교하였다. 본 연구에서 검토한 각 침출용액별 2개의 농도 모두에서 가장 큰 RSD_R 값인 10.86%가 해당농도에 대한 criteria인 25.12% 미만이었으며, 대부분 4.98~10.86% 수준으로 본 분석법의 일간 재현성(inter-day reproducibility) 또한 만족할 만한 수준임을 확인할 수 있었다. 2,6-NDA의 경우 각 침출용액별 3개의 농도 모두에서 가장 큰 RSDr 값인 9.12%가 해당농도에 대한 criteria인 12.56% 미만이었으며, 대부분 1.87 ~9.12% 수준으로 본 분석법의 일내 재현성(intra-day repeatability)은 만족할 만한 수준임을 확인할 수 있었다. 또한, RSD_R로 표현한 일간 재현성(inter-day reproducibility)은 Horwitz equation ($RSD = 2^{(1-0.5\log C)}$)으로부터 유도된 값을 criteria로 비교하였다. 본 연구에서 검토한 각 침출용액별 3개의 농도 모두에서 가장 큰 RSD_R 값인 13.46%가 해당농도에 대한 criteria인 25.12% 미만이었으며, 대부분 4.03~13.46% 수준으로 본 분석법의 일간 재현성(inter-day reproducibility)

Table 4. Precision and repeatability test result for 2,6-NDC obtained from HPLC-UV analysis

Matrix	Fortified (ng/mL)	Intra-day		0.5 Horwitz value(%)	Inter-day		Horwitz value(%)
		Found (ng/mL)	RSDr (%)		Found (ng/mL)	RSD_R (%)	
Water	50	46.35 ± 1.05	2.27	12.56	46.63 ± 4.00	8.58	25.12
	100	92.27 ± 2.77	3.00	11.31	90.93 ± 6.55	7.21	22.63
4% Acetic acid	50	45.911 ± 1.12	2.43	12.56	46.53 ± 3.98	8.55	25.12
	100	93.40 ± 2.44	2.62	11.31	91.27 ± 4.55	4.98	22.63
20% Ethanol	50	45.66 ± 1.40	3.08	12.56	47.35 ± 3.83	8.09	25.12
	100	90.33 ± 2.00	2.22	11.31	90.98 ± 6.95	7.64	22.63
n-Heptane	50	51.02 ± 2.36	4.63	12.56	51.27 ± 5.57	10.86	25.12
	100	98.21 ± 3.33	3.39	11.31	96.01 ± 7.02	7.31	22.63

Table 5. Precision and repeatability test result for 2,6-NDA obtained from HPLC-UV analysis

Matrix	Fortified (ng/mL)	Intra-day		0.5 Horwitz value (%)	Inter-day		Horwitz value (%)
		Found (ng/mL)	RSDr (%)		Found (ng/mL)	RSD_R (%)	
Water	50	46.09 ± 2.83	6.14	12.56	48.83 ± 6.57	13.46	25.12
	500	467.21 ± 10.55	2.26	8.88	477.49 ± 28.21	5.91	17.76
4% Acetic acid	50	53.40 ± 4.87	9.12	12.56	51.61 ± 2.07	4.01	25.12
	500	452.67 ± 8.45	1.87	8.88	474.08 ± 24.91	5.26	17.76
20% Ethanol	50	45.95 ± 3.23	7.02	12.56	47.35 ± 3.43	7.24	25.12
	500	457.60 ± 16.83	3.68	8.88	450.21 ± 18.16	4.03	17.76
n-Heptane	50	49.20 ± 1.64	3.33	12.56	49.52 ± 5.14	10.38	25.12
	500	453.66 ± 9.30	2.05	8.88	472.48 ± 21.07	4.46	17.76

Table 6. Migration test results of monomers of PEN film determined in this study

Sample	Monomer	Migration level of monomers of PEN films in food simulants						
		Water		4% Acetic acid		20% Ethanol		n-Heptane
		60°C/30 min	95°C/30 min	60°C/30 min	95°C/30 min	60°C/30 min	95°C/30 min	25°C/1 hr
PEN1	2,6-NDC	n.d.[a)]	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
	2,6-NDA	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
PEN2	2,6-NDC	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
	2,6-NDA	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
PEN3	2,6-NDC	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
	2,6-NDA	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
PEN4	2,6-NDC	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
	2,6-NDA	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
PEN5	2,6-NDC	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
	2,6-NDA	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.

a) < LOQ (2,6-NDC 0.005 μg/mL and 2,6-NDA 0.005 μg/mL)

또한 만족할 만한 수준임을 확인할 수 있었다.

용출시험용액으로의 이행량 조사

PEN 수지 필름 5종에 대하여 식품용 기구 및 용기·포장공전의 용출조건에 따라 용출한 시험용액을 분석한 이행량 조사 결과를 Table 6에 나타내었다. Table 6에서 보는 바와 같이 본 연구에서 검토한 모든 시료에 대하여 모든 용출조건에서 2,6-NDC 및 2,6-NDA는 검출되지 않았다.

감사의 글

본 연구는 2011년도 식품의약품안전청 연구개발사업의 연구비지원(11161식품안009)에 의해 수행되었으며 이에 감사드립니다.

요 약

본 연구에서는 PEN 수지 안전관리를 위하여 HPLC-UV 검출기를 이용한 2,6-NDC 및 2,6-NDA 분석법을 확립하였다. 분석법 검증 결과, 2,6-NDC 및 2,6-NDA 모두 0.002 μg/mL 검출한계, 0.005 μg/mL 정량한계 및 0.05~1 μg/mL의 농도 범위에서 $r^2 = 0.999$ 이상의 직선성을 확인할 수 있었다. 또한 회수율도 90~110%임을 확인할 수 있었다.

참고문헌

1. Korea Food and Drug Administration (KFDA): Standards and Specifications for Food Utensils, Containers and Packages, Korea (2012).
2. Kim, J.R., Park, K.S. and Yoon, W.J.: High performance polyester resin, PEM, Polymer Science and Technology, **12**, 210-222 (2011).
3. National Industrial Chemicals Notification and Assessment Scheme (NICNAS): Dimethyl 2,6-naphthalene dicarboxylate, NICNAS, Australia, NA/504 (1997).
4. National Industrial Chemicals Notification and Assessment Scheme (NICNAS): 2,6-Naphthalenedicarboxylic acid, NICNAS, Australia, NA/503 (1997).
5. OECD, SIDS: Initial Assessment Report for 9th SIAM, Dimethyl-2,6- naphthalenedicarboxylate, UNEP Publications (1999).
6. FDA: Inventory of effective food contact substance notification, available online at http://www.accessdata.fda.gov.
7. European Commission: Commission Regulation No 10/2011 of 14 January 2011 on plastic materials and articles intended to come into contact with food, EU (2011).
8. Ministry of Health and Welfare: Standard and specification of utencils, containers and packages, Japan (2006).
9. available online at http://crl-fcm.jrc.ec.europa.eu/resource_centre/.
10. Laskarakis, A., Gravalidis, C., and Logothetidis, S.: FTIR and Vis-FUV real time spectroscopic ellipsometry studies of polymer surface modifications during ion beam bombardment, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, **216**, 131-136 (2004).