

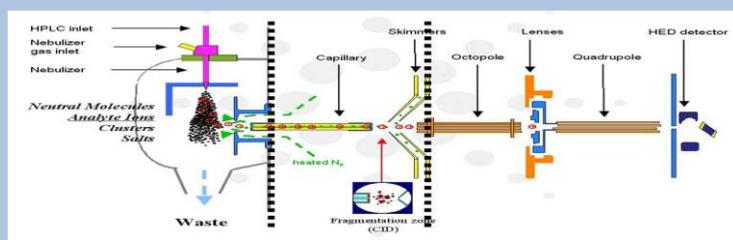
★ 2021년 식품공전 시험법 중 7.1.2.2 다성분 시험법-제2법 주요 개정 내용(이전: 다중농약다성분 분석법-제2법)

- 2021년 10월부터 수입 농산물 중 잔류농약 무작위 표본검사 항목은 473종에서 511종으로 증가
- 이번 시험법 개정 사항에 퀘처스(QuEChERS) 방법이 도입
- 분석항목, 전처리 방법 및 기기분석 내용이 변경 및 추가
- 기기분석은 이전에 473종을 GC-MSMS(358종)와 LC-MSMS(115종)로 분석하던 것을 LC-MSMS(238종)와 GC-MSMS(273종)로 나누어 보다 정확한 기기분석이 가능하도록 개정

다성분 시험법-제2법

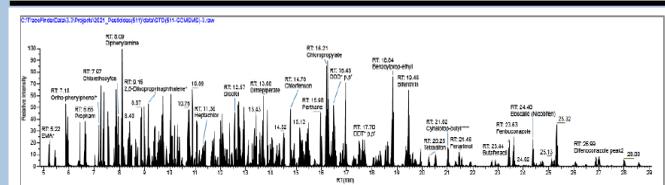
▶ 분석원리

- 시료를 아세토니트릴로 추출하여 황산마그네슘 및 염화나트륨을 이용하여 수분제거 및 분배하고 d-SPE(dispersive-Solid Phase Extraction)로 정제하여 기체크로마토그래프-질량분석기 및 액체크로마토그래프-질량분석기로 분석



▶ 기기분석(HPLC-MS 및 GC-MS)

GC-MS/MS Instrument Conditions	
Column	DB-5MS(30 m x 0.25 mm, 0.25 μm)
Carrier gas	He, 1.2 mL/min
Oven	60°C → 20°C/min → 180°C → 5°C/min → 300°C(5 min)
Injector	300°C, 1 μL, Splitless mode
Interface	280°C
Ion Source	300°C
Collision gas	Ar
기타	식품공전 상세조건 참조



▶ 시험용액의 조제

시료 10 g(곡류 및 두류 5 g + 물 5 mL, 30분 방치)

ACN 10 mL 넣고 추출

무수황산마그네슘 4 g, 염화나트륨 1 g,
구연산이나트륨·1.5수화물 0.5 g,
구연산삼나트륨·2수화물 1 g 넣고 섞은 후
4°C 4,000 G에서 10 분간 원심분리

상층액 1 mL 분취

무수황산마그네슘 150 mg, 1차 2차 아민 25 mg
상층액을 넣고 섞은 후 원심분리

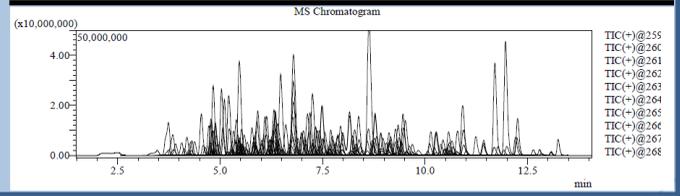
상층액을 필터(PTFE, 0.2 μm) 실시

GC-MS/MS

LC-MS/MS

LC-MS/MS Instrument Conditions	
Column	C18 (2.1 mm x 100 mm, 1.6 μm)
Mobile solvent	ACN:물:포름산(10:40:0.1) + 메틸렌클로로이드:메탄올 B0:포름산:2:10:10 + 메틸렌클로로이드:메탄올
Flow rate	0.2 mL/min
Injection vol.	1 μL
Ionization	ESI positive or negative mode
Interface Temp.	300°C
DL Temp.	250°C
기타	식품공전 상세조건 참조

Time(분)	A	B
1	95	5
3	40	60
13	0	100
18	0	100
18.01	95	5



※ 주의 사항

- ★ 무처리 시료용액을 이용하여 표준용액을 조제
- ★ '*' 표시된 농약이 검출시 개별 시험법으로 정량
- ★ '**' 표시된 농약이 두류에서 검출될 경우 추출에서 아세토니트릴 20 mL를 가한 뒤 이후 과정을 따라 시험하여 정량
- ★ 정량한계 : 0.01 mg/kg