

# Agilent 7000C QQQ GC/MS를 사용한 식품 잔류 농약 일반 분석을 위한 검출 한계 감소

## 응용 자료

식품 안전

## 저자

Melissa Churley  
Agilent Technologies, Inc.  
Santa Clara, CA  
USA

## 개요

Agilent 7000 시리즈 QQQ GC/MS로 잘 정립된 분석법을 적용하여 7000C QQQ GC/MS의 성능을 입증했습니다. 110종 농약 1ng/g 농도를 자두 및 겨울 호박 매질에 스파이킹하였을 때, 까다로운 자두 매질의 분석한 92종 농약 및 겨울 호박의 92종 농약에 대해 계산된 %RSD는 20(n=5)이하 수준이었습니다. 두 상품으로 연구한 농약의 91%에 대한 정량 한계(LOQ)는 5 ng/g 이하에 도달할 수 있을 것으로 추정되었습니다. 따라서, EU와 일본의 임계 MRL 이하 수준인 0.01mg/kg(10 ng/g)에서의 데이터 수집으로 노출을 모니터링할 수 있다는 것이 입증되었습니다.



**Agilent Technologies**

## 서론

농약의 사용으로 인한 환경 및 인간 건강 위협에 대한 우려로 전 세계 정부 기관은 이러한 화합물에 대한 필수 검출 한계를 지속적으로 낮추었습니다. 이러한 한계는 필수 잔류 허용 수준(MRL)의 준수를 위해 필요합니다.

유럽연합 집행위원회는 안전하고 승인된 농약 사용 후 식품의 최대 예상 농약 수준을 정의하는 안전 한계인 MRL 정립에 매우 적극적으로 활동하고 있습니다(지침 문서 SANCO/3346/2001 rev 7). 그것은 불법 또는 과도한 농약 사용을 방지하고, 소비자의 건강을 보호하는 역할을 합니다. 이러한 MRL은 정확한 사용량 및 대기 시간으로 농작물에 사용한 농약 시험의 잔류 수준에 기초합니다. 이 수준이 소비자 노출에 적합한지 확인하기 위해, 다양한 소비자 그룹에 대한 섭취 계산을 급성 및 만성 섭취로 수행합니다. 허용 가능한 수준이라면, 위원회는 MRL을 설정합니다. 그렇지 않은 경우, 검출한계(LOD)를 적용합니다.

유럽 연합과 일본에서는 기본 임계 MRL 값을 0.01mg/kg 또는 10ng/g으로 설정하고 있습니다. 그러나, 민감한 모집단에 대한 노출 평가를 위해, 영유아 식품에서 가능한 낮은 수준의 농약 잔류 데이터를 수집하는 것을 권합니다[1,2].

많은 식품은 다수의 배경 화합물의 존재로 매우 복잡하거나 지저분합니다. GC 컬럼 백플러시로 매질의 고비점 화합물이 컬럼을 통과하지 않아, 컬럼 블리딩 감소, 고스트 피크 제거 및 질량 분석기 오염 최소화를 달성할 수 있습니다[3]. 또한, TQ 플랫폼인 탠덤 질량 분석기(MS/MS)의 간섭을 최소화할 수 있어, 복잡한 매질의 극미량 표적 화합물에 대한 스크리닝, 확인 및 정량에 매우 유용합니다. 본 응용 자료는 현재 임계값인 10ng/g보다 훨씬 낮은 농약 잔류 수준의 측정을 위한 백플러시 및 Agilent 7000C QQQ GC/MS를 이용한 연구를 기술합니다.

## 실험

Agilent 7000 시리즈 QQQ GC/MS를 사용하는 추출 및 분석 방법론이 미국 여러 주 실험실에서 완전하게 검증되었고, Agilent GC/MS/MS 농약 잔류물 분석 [4] 및 Agilent 응용 자료 5990-1054EN [5]에 기술되어 있습니다. 분석 가이드는 애질런트 영업 사원 또는 제품 전문가를 통해 확보할 수 있습니다. 농약 분석을 위한 강력한 핵심 분석법은 다음의 주문형 웨비나에서도 논의됩니다.

<http://www.sepscience.com/Information/Events/Webinars/2344-/Introducing-a-rugged-core-method-for-GCMSMS-pesticide-residue-analysis--Offering-a-new-Reference-Guide-for-Pesticides-GCMSMS-Analysis>

### 표준물질 및 용액

110종 농약 표준물질이 농축된 표준물질 혼합물은 플로리다 농업 및 서비스부(Tallahassee, FL, USA)에서 확보했습니다. 검량 표준물질을 전처리할 때 바탕 매질을 스파이크하기 위해, 이 혼합물을 acidified acetonitrile의 작업 희석을 만드는 데 사용했습니다. 분석에서 ISTD 및 분석물질 보호제는 응용 자료 5990-1054EN 및 GC/MS/MS 잔류 농약 분석 가이드에 기술된 대로 사용했습니다[4,5].

### 기기

본 연구는 Agilent 7890B GC와 전자 이온화원(EI)을 갖춘 7000C QQQ GC/MS를 연동하여 수행하였습니다. GC 시스템은 전자적 기체역학 제어(EPC), 공냉 기능의 멀티모드 주입구(MMI), Agilent 7693A 자동 시료 주입기(ALS) 및 AUX EPC 모듈로 제어되는 Purged Ultimate Union에 기반한 백플러시 시스템을 갖추고 있습니다[6, 7]. Agilent MassHunter 소프트웨어는 기기 제어 및 정성/정량 데이터 분석에 사용하였습니다.

GC/MS 시료 경로의 비활성을 최대화 하기 위해, 다음과 같은 구성품을 사용했습니다.

- Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert GC 컬럼; 5m×0.25mm, 0.25µm 및 15m×0.25mm, 0.25µm (p/n G3903-61005 및 p/n 19091S-431UI)
- Agilent Ultra Inert 2mm dimpled 라이너 (p/n 5190-2297)
- 컬럼 백플러시를 위한 Purged Ultimate Union인 Agilent UltiMetal Plus Flexible Metal 페룰 (p/n G3188-27501)

## 시료 전처리

과일과 채소 추출물 전처리는 Agilent 추출 및 분산 키트 (p/n 5982-5755 및 p/n 5982-5058)를 사용하여 빠르고 쉽고 경제적이며 효과적인 견고하고 안전한(QuEChERS) 분석법인 AOAC 버전에 기반합니다[8]. 무료로 확보한 균질 상품은 캘리포니아 식품 농업부 분석 화학 센터 (Sacramento, CA)의 Robot Coupe 블랜더(Ridgeland, MS, USA)로 처리하였습니다. 1g/mL 농도인 바탕 매질 추출물은 매질-일치 검량 표준물질의 전처리에 사용하였고, 이는 정량에 사용하였습니다.

## GC/MS/MS 분석법 파라미터

### GC 조건

컬럼 1	Agilent J&W HP-5ms UI; 5m x 250µm, 0.25µm(p/n G3903-61005), MMI에서 AUX EPC로 구성
컬럼 2	Agilent J&W HP-5ms UI; 15m x 250µm, 0.25µm(p/n 19091S-431 UI), AUX EPC에서 vacuum으로 구성
운반 가스	헬륨
주입 모드	PTV 용매 배출
주입 부피	2µL(시린지 크기: 5µL)
용매 세척	<b>주입 전</b> 1x용매 A, methanol/water(4µL) 및 1x 용매 B, acetonitrile(4µL) <b>주입 후</b> 7x용매 A, methanol/water, 및 7x용매 B, acetonitrile(각 4µL)
시료 세척	1x2µL
시료 펌핑	5
주입 속도	빠름
MMI 온도 프로그램	60°C, 0.35분; 900°C/분으로 280°C까지 (15분 유지); 900°C/분으로 300°C까지(분석 끝까지)
분할 배출 퍼지 유속	1.5분, 50mL/분
배출 유속	25mL/분
배출 압력	0.3분까지 5psi

가스 세이버	OFF
셉텀 퍼지 유량	3mL/분
공냉(극저온)	100°C, ON (공랭을 위해 GC에서 MMI액화 N <sub>2</sub> 옵션 선택)
오븐 온도 프로그램	60°C, 1.5분; 50°C/분으로 160°C까지; 8°C/분으로 240°C까지; 50°C/분으로 280°C까지 (2.5분 유지); 100°C/분으로 290°C까지(1.1분 유지)
컬럼 1 유속 프로그램	1.1mL/분, 15.2분; 동시 컬럼 백플러시, 분석 끝까지 100mL/분에서 2.283mL/분까지(2psi 주입구 압력 달성을 위한 컬럼 2를 이용한 밸런스 유속) 분석 후 실행 -10.683mL/분
컬럼 2 유속 프로그램	분석 끝까지 1.2mL/분 분석 후 실행 4mL/분
머무름 시간 고정	8.524분, Chlorpyrifos-methyl 고정
분석 시간	18분
평형 시간	290°C, 0.5분

### MS 조건

MS 이온화원	EI, -70eV
이온화원 온도	280°C
사중극자 온도	150°C
이송 라인 온도	280°C
용매 지연	4.0분
헬륨 퀴칭 가스	2.25mL/분
질소 충돌 가스	1.5mL/분
수집 모드	MRM
MS1/MS2 분리능	넓음
타임 세그먼트	영업 담당자에게 요청하시어 농약 분석 참조 안내서 94쪽을 확인하십시오[4].
수집 파라미터	사용하는 MRM 전이 목록 전체는 농약 분석 참조 안내서 95~105페이지를 확인하십시오[4].

## 결과 및 토의

### 정확한 검량

본 연구는 분석법 평가를 위해 두 가지 매질을 사용하였습니다. 자두는 믿을 수 있는 데이터 확보가 어려운 매질로 알려져 있습니다. 겨울 호박 작엽이 상대적으로 덜 어렵습니다. 110종 농약 혼합물의 검량 표준물질을 0.1, 0.5, 1, 5, 10, 20, 50 및 100ng/g로 두 가지 농산물에서 추출한 바탕 매질을 스파이킹하여 전처리하였습니다. 8개 표준물질 세트를 5회 연속 주입했고, 선형 곡선 적합으로 중간 세트에서 검량했습니다. 나머지 표준물질 4세트를 QC로 지정하여, 분석법 정밀도에 대한 표식으로 그림 1에 파란색 다이아몬드로 나타내었습니다. 검량 세트로 산출된 상관계수 값( $R^2$ )은 모든 경우에서  $> 0.99$ 였습니다. 8개 검량 표준물질의 각 세트 사이에 용매 바탕 하나를 주입하였습니다.

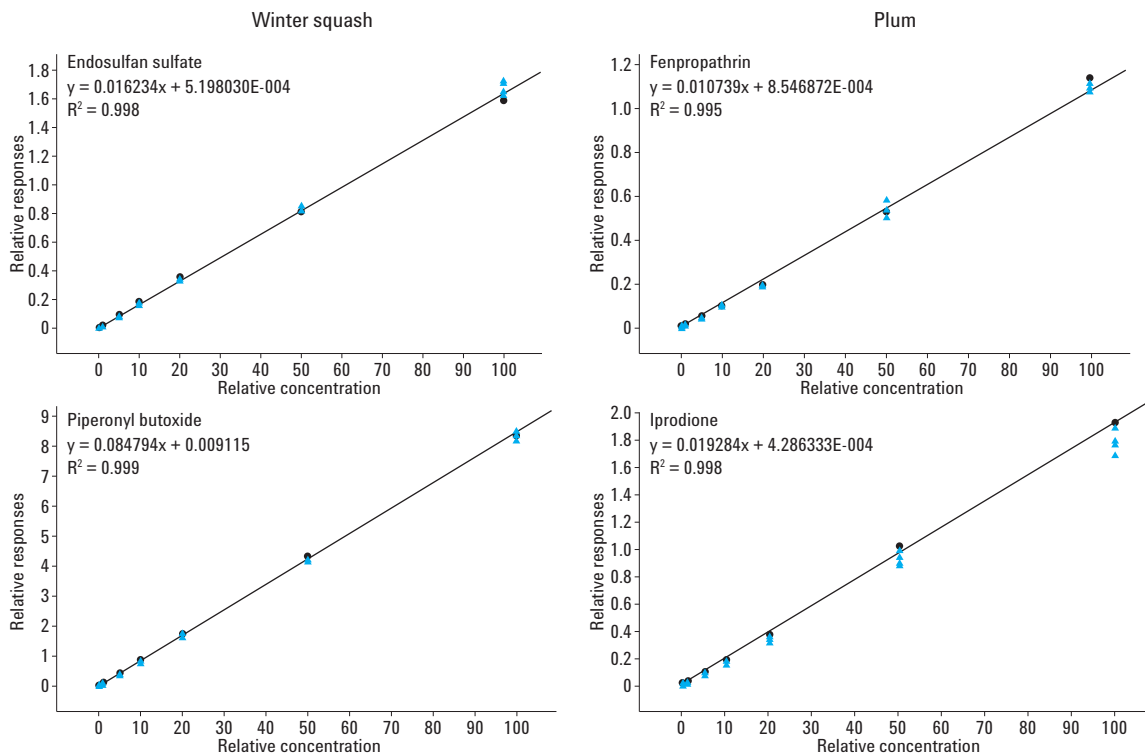


그림 1. 분석한 110종 농약 중 4종의 검량선 예(8개 수준 사용);  $n=5$ . Endosulfan sulfate 및 piperonyl butoxide 검량선은 겨울 호박 매질에서 확인하였고, fenopathrin 및 iprodione 검량선은 자두 매질에서 나타납니다.

## MRL보다 훨씬 낮은 LOQ

이 연구에서 도달 가능한 정량 한계(LOQ)는 계산량의 결과 상대 표준편차 백분율(%RSD)  $\leq 20$ (n=5) 및 S/N>10을 포함하는 기준에 근거하여 평가하였습니다. 그림 2는 겨울 호박과 자두에 스파이킹한 4종의 흔히 발생하는(또는 대표적인) 농약에 대한 추정 LOQ에서의 평균 계산량과 %RSD입니다.

110종 농약과 그 농약의 EU MRL에 대한 추정 LOQ 값의 비교는 표 1과 같습니다. 거의 모든 잔류물에 대한 신뢰할 수 있는 정량이 EU MRL보다 훨씬 낮은 수준에서 달성되었습니다. 겨울 호박의 경우, 84종 농약의 LOQ는  $\leq 1$ ng/g로

100종은  $\leq 5$ ng/g로 추정되었습니다. 이 결과는 자두의 경우에서도 비슷했습니다. 83종 농약은 최저  $\leq 1$ ng/g에서 정량 가능하였고 100종 농약의 LOQ는  $\leq 5$ ng/g이었습니다.

겨울 호박의 3종 농약과 자두의 2종 농약에서 MRL이 충족되지 않았습니다. 일부 매질에서 분석이 어려운 etridiazole의 결과는 겨울 호박 또는 자두에서 MRL 0.05mg/kg(50ng/g)을 일관되게 충족하지 못해, LOQ>MRL이었습니다. 유럽식품안전청(EFSA)은 식물의 이러한 잔류물을 대사체와 그 결합체를 포함하도록 재정의해야 한다는 의견을 가지고 있습니다[9].

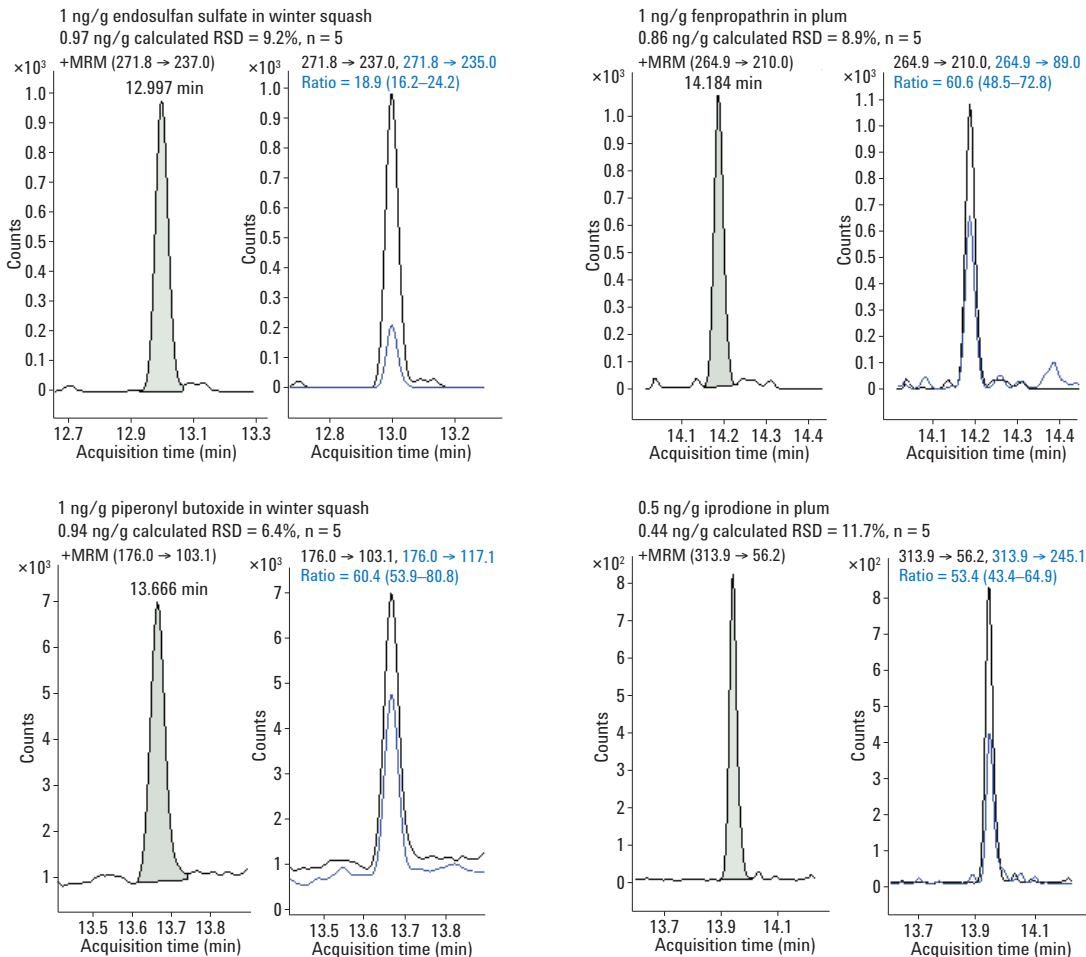


그림 2. 추정 LOQ에서의 4종 농약에 대한 정량 결과 예시는 평균 계산량, %RSD 및 반복 횟수를 보여줍니다.

표 1. 추정 LOQ와 EU MRL 비교

농약	겨울 호박 EU MRL* (ng/g)	LOQ(s) (ng/g)	자두 EU MRL* (ng/g)	LOQ(s) (ng/g)	농약	겨울 호박 EU MRL* (ng/g)	LOQ(s) (ng/g)	자두 EU MRL* (ng/g)	LOQ(s) (ng/g)
Aldrin 및 dieldrin	30	1.10	10	0.5, 5	HCB	10	0.5	10	1
Allethrin I 및 II(합계)	10 <sup>c</sup>	5	10 <sup>c</sup>	5	Heptachlor 및 heptachlor epoxide	10	0.5, 0.5	10	0.5, 0.1
Amitraz 및 대사체 (2,4-dimethylaniline moiety)	50	> 50 <sup>f</sup>	50	> 50 <sup>g</sup>	Iprodione	1,000	0.5	3,000	0.5
Anthraquinone	10 <sup>c</sup>	0.5	10 <sup>c</sup>	1	Lenacil	100	0.1	100	0.5
Atrazine	50	0.5	50	0.5	Lindane( <i>gamma</i> -BHC)	10	5	10	1
Azinphos-methyl	50	0.5	50	5	Linuron	50	>50	50	1
BHC, 감마를 제외한 이성질체 합계( <i>alpha</i> -, <i>beta</i> -) <sup>a</sup>	10	0.5, 0.5	10	1,1	Metalaxyl, metalaxyl-M을 포함한 이성질체 합계	50	0.5	50	0.5
Bifenthrin	50	1	200	0.5	Methoxychlor-p,p	10	0.5	10	0.5
Bromopropylate	10	0.1	10	0.1	Metolachlor (S-metolachlor를 포함한 이성질체 합계)	50	0.1	50	0.1
Bupirimate	200	0.5	50	0.1	Mevinphos (이성질체 합계)	10	0.5	10	0.5
Captan	20	1	7,000	5 <sup>e</sup>	MPCPS	10 <sup>c</sup>	1	10 <sup>c</sup>	0.5
Carfentrazone-ethyl	10	0.5	10	0.5	Myclobutanil	200	1	500	0.5
Chlordane, <i>cis</i> - 및 <i>trans</i> -	10	0.5, 0.5	10	0.5, 0.5	Oxyfluorfen	50	1	50	1
Chlorfenapyr	10	5	10	10	Paclobutrazol	20	0.5	500	0.5
Chlorothalonil	1,000	0.5	10	1	Parathion methyl (및 paraoxon-methyl) <sup>b</sup>	10	5	10	5
Chlorpropham (및 3-chloroaniline) <sup>b</sup>	50	0.5	50	0.5	Parathion-ethyl	50	0.5	50	0.5
Chlorpyrifos	50	0.5	200	0.5	PCNB(quintozene) 및 pentachloroaniline	20	0.5, 0.5	20	0.5, 0.5
Chlorpyrifos methyl	50	0.5	50	1	Pebulate	10 <sup>c</sup>	5	10 <sup>c</sup>	0.5
Clomazone	10	0.5	10	1	Penconazole	100	0.5	50	0.5
Coumaphos	10 <sup>c</sup>	0.1	10 <sup>c</sup>	0.1	Pendimethalin	50	1	50	5
Cyfluthrin I-IV	20	1	200	1	Pentachlorobenzene(PCB)	10 <sup>c</sup>	0.1	10 <sup>c</sup>	1
Cyhalothrin, <i>lambda</i> -I 및 II(합계)	10 <sup>c</sup>	5	10 <sup>c</sup>	5	Permethrin I 및 II	50	0.5, 5	50	0.5, 10
Cypermethrin I-IV	200	20	2,000	20	Phenothrin I 및 II(합계)	50	5	50	10
Cyprodinil	50	0.5	2,000	1	Phorate(oxygen analog 및 sulfones 포함) <sup>b</sup>	10	0.5	10	0.5
DCPA(Dacthal, Chlorthal-dimethyl)	10	0.5	10	0.5	Phosalone	10	5	2,000	0.5
DDD-p,p'		0.5		0.5	Phosmet 및 phosmet oxon <sup>b</sup>	50	1	600	5
DDE-p,p'		0.5		1	Piperonyl Butoxide	10 <sup>c</sup>	1	10 <sup>c</sup>	5
DDT-p,p'(o,p, p,p', p,p'-DDE, p,p'-DDD) <sup>b</sup>	50	0.5 <sup>b</sup>	50	0.5 <sup>b</sup>	Pirimiphos-methyl	50	1	50	0.5
Deltamethrin, <i>cis</i> -	200	1	100	5	Prochloraz (2,4,6-trichlorophenol moiety 포함 대사체 합계) <sup>b</sup>	50	10	50	5

표 1. 추정 LOQ와 EU MRL 비교

농약	겨울 호박 EU MRL* (ng/g)	LOQ(s) (ng/g)	자두 EU MRL* (ng/g)	LOQ(s) (ng/g)	농약	겨울 호박 EU MRL* (ng/g)	LOQ(s) (ng/g)	자두 EU MRL* (ng/g)	LOQ(s) (ng/g)
Dichlobenil	10	0.1	10	0.5	Procymidone	10	0.1	10	0.1
Dicloran	300	1	100	1	Pronamide(propyzamide)	20	0.5	20	0.5
Dicofol degradation product (4,4'-dichlorobenzophenone)	10 <sup>c</sup>	0.1	10 <sup>c</sup>	0.1	Propargite	10	5	4,000	0.5
Diphenamid	10 <sup>c</sup>	0.5	10 <sup>c</sup>	0.5	Prothiofos	10 <sup>c</sup>	0.5	10 <sup>c</sup>	0.5
Diphenylamine	50	0.5	50	1	Pyridaben	50	1	500	10
Disulfoton (disulfoton sulfoxide 및 disulfoton sulfone 포함) <sup>b</sup>	10	1	10	1	Pyriproxyfen	50	10	50	0.5
Endosulfan, <i>alpha</i> -	50 <sup>d</sup>	5	50 <sup>d</sup>	10	Quinalphos	50	10	50	1
Endosulfan, <i>beta</i> -	50 <sup>d</sup>	5	50 <sup>d</sup>	5	Resmethrin I 및 II(합계)	100	10	100	5
Endosulfan Sulfate	50 <sup>d</sup>	1	50 <sup>d</sup>	0.5	Tebuconazole	200	0.5	1,000	0.5
Endrin	10	5	10	5	Tebufenpyrad	50	0.1	500	0.5
Etridiazole	50	>50	50	>50	Tecnazene(TCNB)	50	0.5	50	1
Fenarimol	50	0.5	20	0.5	Tefluthrin	50	0.5	50	0.5
Fenpropathrin	10	1	10	1	Terbacil	10 <sup>c</sup>	0.5	10 <sup>c</sup>	1
Fenthion (및 그것의 oxygen analogs, sulfoxides, sulfone) <sup>b</sup>	10	0.5	10	0.5	Terbutylazine	50	1	50	0.5
Fenvalerate 및 esfenvalerate(RS 및 SR 합계)	20	0.5	20	0.1	Tetradifon	10	5	10	1
Fenvalerate 및 esfenvalerate(SS 및 RR 합계)	20	5	20	0.5	Tetramethrin I 및 II(합계)	10 <sup>c</sup>	10	10 <sup>c</sup>	5
Fipronil (및 sulfone metabolite) <sup>b</sup>	5	0.5	5	0.5	THPI	10 <sup>c</sup>	1	10 <sup>c</sup>	5
Fludioxonil	300	0.5	500	1	Triadimefon 및 triadimenol	200	5, 0.5	100	5, 0.5
Flusilazole	20	0.1	100	0.5	Triallate	100	0.5	100	0.5
Fluvalinate, tau- I 및 II	10	1	300	10	Triazophos	10	0.5	10	0.5
Folpet	1,000	0.5	20	5 <sup>e</sup>	Trifluralin	10	0.5	10	0.5
Fonofos	10 <sup>c</sup>	0.5	10 <sup>c</sup>	0.1	3,5-dichloraniline moiety <sup>b</sup> 포함 Vinclozolin 및 대사체	50	0.5	50	0.5

\*규정(EC) No 1107/2009 MRL, 2013년 8월 10일 업데이트([http://ec.europa.eu/food/plant/protection/pesticides/database\\_pesticide\\_en.htm](http://ec.europa.eu/food/plant/protection/pesticides/database_pesticide_en.htm))

<sup>a</sup> 델타 이성질체는 측정하지 않음

<sup>b</sup> 상위 또는 처음 명명된 화합물로만 측정

<sup>c</sup> 나열하지 않음(MRL=0.01mg/kg)

<sup>d</sup> 알파, 베타 이성질체 및 endosulfan sulfate의 합계 MRL

<sup>e</sup> n=3에 기초한 추정(3가지 연속 검량 세트;< 30회 주입 배치와 동등)

<sup>f</sup> DMF의 추정 LOQ는 1ng/g이며 2,4-DMA의 추정 LOQ는 ≥50(후자는 S/N 요건으로 상승)

<sup>g</sup> DMF 및 2,4-DMA의 추정 LOQ는 각각 5ng/g 및 20ng/g

각 매질에서 MRL 0.05mg/kg인 총 amitraz의 LOQ는 두 매질 모두에서의 값보다 큰 것으로 추정되었습니다. Amitraz는 산에 민감하여, 분석 중 손실로 인해 MRL에서 amitraz는 정량이 불가능한 것으로 설명됩니다. 그것은 EU에서는 일반적인 모이어티(moiety) 잔류로 정의하며, 그것의 주요 대사체 N-2,4-dimethylphenyl-N-methylformamidine(DMPF) 및 2,4-dimethylformanilide(DMF, 2,4-dimethylphenylformamide로도 알려져 있음)로 모니터링하여야 합니다. 이 두 가지 모두 2,4-dimethylaniline (2,4-DMA)으로 분해되었고, 이 또한 본 연구에서 모니터링되었습니다. 겨울 호박의 linuron MRL 0.05 mg/kg은 충족되지 않았습니다. 이 농약의 선호 기법은 LC/MS/MS입니다[4].

Captan과 folpet은 염기에 민감하며, 분석 중 매질의 회수율 및 정밀도에서 종종 문제가 나타납니다. 본 연구에서 사용하지 않았지만, 특히 주입 횟수가 40회를 초과하는 긴 배치에서는 회수율 제어 및 신뢰할 수 있는 결과를 보장하기 위해 captan-d6 및 folpet-d4 ISTD의 평가를 권장합니다 [10]. 예로, 본 연구에서 자두의 folpet에 대한 추정 LOQ는 8개 표준물질 검량 세트를 5회 연속 주입했을 때 MRL 0.02mg/kg 또는 20ng/g를 초과하였습니다. 표지된 ISTD를 사용하지 않아도 주입 횟수가 30회 미만인 경우 LOQ는 5ng/g(n=3)으로 추정되었습니다. 겨울 호박에서 folpet의 정밀도는 다수의 주입에 부정적인 영향을 받지 않았으며, 추정 LOQ 0.5ng/g(MRL = 1mg/kg 또는 1,000ng/g)은 5개 검량 세트의 연속 주입 또는 40회 주입에 기초합니다(표1).

### 우수한 RSD

그림 3은 0.5, 1 및 10ng/g 등 세 가지 농도에서 계산량에 기초한 주어진 %RSD 값을 가진 겨울 호박과 자두의 농약 개수입니다. RSD 값은 8개 검량 표준물질 세트의 5회 연속 주입으로 얻었습니다. 시험한 110종 농약에서, 겨울 호박은 92종, 자두는 92종 농약이 농도 1ng/g(84%)에서 %RSD가 ≤20로 산출되었습니다.

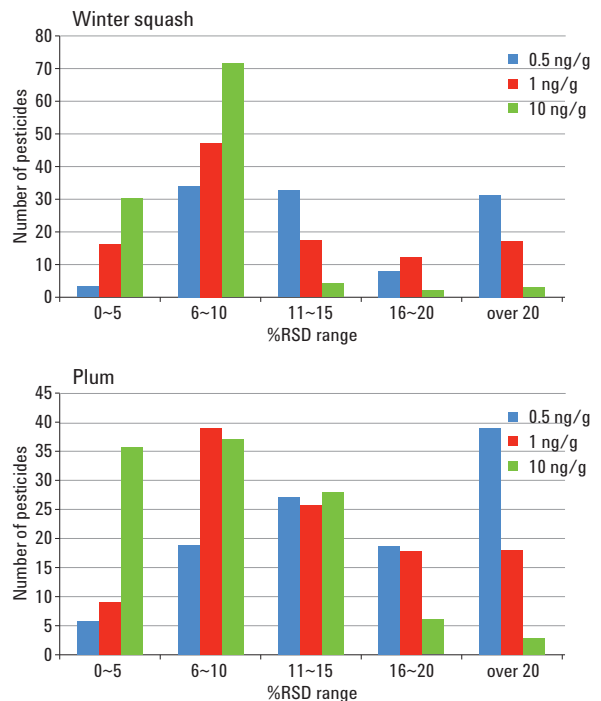


그림 3. 0.5, 1 및 10ng/g에서 겨울 호박과 자두의 %RSD(n=5) 분포



## 결론

Agilent 7000C QQQ GC/MS 설계를 비활성 시료 경로 및 GC 컬럼 백플러시와 함께 사용할 때 농약 검출 한계를 보다 낮출 수 있습니다. 열 특성을 개선한 고감도 EI Extractor 이온화원은 복잡한 매트릭스에서도 신뢰성 있는 극미량 분석이 가능하며, Triple-Axis HED-EM 검출기는 HED-EM의 이중 축외 구조로 중성 노이즈 낮춥니다.

이러한 기능으로 낮은 검출 한계를 얻기 어려운 매트릭스인 자두를 분석한 110종 농약의 75%가  $LOQ \leq 1\text{ng/g}$ 를 겨울 호박 분석에서는 농약의 76%가  $LOQ \leq 1\text{ ng/g}$ 이 가능했습니다. 자두 또는 겨울 호박의  $\leq 5\text{ng/g}$  수준에서 농약의 91% 전체를 정량할 수 있었으며, 이는 이들 농약 대부분에 대한 EU MRL보다 훨씬 낮은 수준입니다. 그 결과는 연구한 대부분의 잔류물에 대해 현재 임계 MRL인  $0.01\text{mg/kg}$ ( $10\text{ng/g}$ ) 이하 수준에서 데이터를 수집할 수 있음을 입증합니다.

## 감사의 글

저자는 Katerina Mastovska(Excellon International LLC, Plymouth Meeting, PA), Harry Prest, Phil Wylie 및 Chin-Kai Meng(Agilent Technologies)와 캘리포니아 식품 농업부 분석 화학 센터(Sacramento, CA)와 플로리다 농업 및 서비스부(Tallahassee, FL, USA)의 귀중한 공헌에 감사 인사를 전합니다.

## 참고 문헌

1. C. Lu, F.J. Schenck, M.A. Pearson, J.W. Wong "Assessing children's dietary pesticide exposure: direct measurement of pesticide residues in 24-hr duplicate food samples" *Environ. Health Perspect.* **118**, 1625-1630 (2010).
2. FQPA (Food Quality Protection Act of 1996). 1996. Public Law 104-170. Website: <http://www.epa.gov/opp00001/regulating/laws/fqpa/>
3. C-K. Meng "Improving Productivity and Extending Column Life with Backflush" Agilent Technologies publication 5989-6018EN.
4. Pesticide Analysis Reference Guide, "GC/MS/MS Pesticide Residue Analysis" Agilent Technologies publication 5991-2389EN.
5. K. Mastovska "Rugged GC/MS/MS Pesticide Residue Analysis Fulfilling the USDA Pesticide Data Program (PDP) Requirements" Agilent Technologies publication 5991-1054EN.
6. "Agilent G1472A Rapid Universal GC/MS Backflushing Kit Pressure Controlled Tee - Configurations, Installation, and Use, Agilent Technologies" Manual G1472-90001, 1st Edition, 2010.
7. K. Mastovska and P.L. Wylie "Evaluation of a New Column Backflushing Set-up in the Gas Chromatographic-Tandem Mass Spectrometric Analysis of Pesticide Residues in Dietary Supplements" *J. Chromatogr A.* **1265**, 155-164 (2012).
8. M. Anastassiades, S.J. Lehotay, D. Štajnbaher, F.J. Schenck "Fast and easy multiresidue method employing acetonitrile extraction/partitioning and "dispersive solidphase extraction" for the determination of pesticide residues in produce" *J. AOAC Int.* **86**, 412-431 (2003).
9. European Food Safety Authority; Conclusion on the peer review of the pesticide risk assessment of the active substance etridiazole. *EFSA Journal* **8**, 1823-1888. (2010). Available online: [www.efsa.europa.eu/efsajournal.htm](http://www.efsa.europa.eu/efsajournal.htm)
10. EU Reference Laboratory for Single Residue Methods, "Analysis of Captan and Folpet via QuEChERS and GC-MS(Cl), Brief Description", [http://www.crl-pesticides.eu/library/docs/srm/meth\\_captanfolpet\\_eurlirm.pdf](http://www.crl-pesticides.eu/library/docs/srm/meth_captanfolpet_eurlirm.pdf)

## 자세한 정보

본 데이터는 일반적인 결과를 나타냅니다. 애질런트 제품과 서비스에 대한 보다 자세한 정보는 [www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)을 방문하십시오.

[www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)

애질런트는 이 문서에 포함된 오류나 이 문서의 제공, 이행 또는 사용과 관련하여 발생한 부수적인 또는 결과적인 손해에 대해 책임을 지지 않습니다.

이 발행물의 정보, 설명 및 사양은 사전 공지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc., 2014  
한국에서 인쇄  
2014년 3월 21일  
5991-4131KO

서울시 용산구 한남대로 98, 일신빌딩 4층 우)04418  
한국애질런트테크놀로지스(주) 생명과학/화학분석 사업부  
고객지원센터 080-004-5090 [www.agilent.co.kr](http://www.agilent.co.kr)



**Agilent Technologies**