

새로운 내용

내용 살펴보기

Agilent Bond Elut QuEChERS 식품 안전 응용 자료 제2권

최신 식품 분석 문제에 대한 검증된 분석법

The Measure of Confidence



Agilent Technologies

목차

	페이지
QuEChERS	
식품 안전 개요	4
QuEChERS란?	5
권장되는 Agilent Bond Elut QuEChERS 표준 작업 절차서(SOP)	14
기존 QuEChERS 분석법	
Agilent Bond Elut QuEChERS 키트로 시료 주입 전 정제 후 GC/MS를 이용한 사과 내 잔류 농약 성분 분석 (발행물 5990-4468EN)	15
EN 분석법	
Agilent Bond Elut QuEChERS European Standard EN 키트를 사용한 LC/MS/MS 검출로 사과 내 잔류 농약 성분 분석(발행물 5990-3938EN)	18
Agilent Bond Elut QuEChERS EN 키트를 사용한 GC/MS 검출로 사과 내 잔류 농약 성분 분석(발행물 5990-4073EN) ..	21
Agilent Bond Elut QuEChERS EN 키트를 사용한 LC/MS/MS 검출로 시금치 내 잔류 농약 성분 분석 (발행물 5990-4395EN)	24
Agilent Bond Elut QuEChERS Acrylamide 키트 및 HPLC-DAD를 사용한 식용유 내 아크릴아미드 검출 (발행물 5990-5988EN)	26
Agilent Bond Elut QuEChERS 추출 키트 및 Agilent 5975T LTM GC/MSD를 사용한 Blind Study로 과채류 (fruiting vegetables) 내 농약 분석(발행물 5990-6323EN)	28
Agilent Bond Elut QuEChERS EN 키트를 이용한 LC/MS/MS 검출로 녹차 내 잔류 농약 성분 분석 (발행물 5990-6400EN)	30
Agilent Poroshell 120 LC 컬럼을 사용한 Agilent 1290 Infinity LC와 Agilent Bond Elut QuEChERS 시료 전처리법으로 새우 내 호르몬 측정(발행물 5990-6589EN)	32
Bond Elut QuEChERS Extraction 키트 및 Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert GC 컬럼을 이용한 쌀 내 잔류 농약 성분 분석(발행물 5990-8108EN)	34
AOAC 분석법	
Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 키트를 이용한 LC/MS/MS 검출로 사과 내 잔류 농약 성분 분석 (발행물 5990-3937EN)	36
Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 키트를 이용한 GC/MS 검출로 사과 내 잔류 농약 성분 분석 (발행물 5990-4068EN)	39
Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 키트를 이용한 GC/MS 검출로 시금치 내 잔류 농약 성분 분석 (발행물 5990-4305EN)	41
Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 키트를 이용한 LC/MS/MS 검출로 시금치 내 잔류 농약 성분 분석 (발행물 5990-4248EN)	44
톨루엔과 Graphitized carbon이 들어 있는 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 키트를 이용한 시금치 중 평면구조 농약 회수율의 최적화(발행물 5990-4247EN)	47
Agilent 1290 Infinity LC와 Agilent 6460 Triple Quadrupole LC/MS를 이용한 UHPLC/MS/MS 검출로 이유식 내 농약 측정(발행물 5990-5028EN)	50
Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 키트 및 HPLC-FLD를 이용한 닭 근육 내 설폰아미드 잔여물 측정 (발행물 5990-5395EN)	53

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 키트와 HPLC-FLD를 이용한 어류 내 다환방향족탄화수소 분석 (발행물 5990-5441EN)	55
Agilent Bond Elut QuEChERS 및 LC/MS/MS를 이용한 감자 튀김 내 아크릴아미드 분석(발행물 5990-5940EN)	57
Agilent J&W DB-35ms 및 DB-XLB GC 컬럼을 이용한 어류 조직 내 PCB의 GC/ μ ECD 분석 및 확인 (발행물 5990-6236EN)	59
Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 추출 키트와 Universal Dispersive SPE를 이용한 상추와 사과 시료 내 잔류 농약 성분 분석(발행물 5990-6558EN)	61
Agilent J&W DB-35ms Ultra Inert GC 컬럼을 이용한 GC/MS/FPD 검출로 사과 시료 내 유기인계 농약 분석 (발행물 5990-7165EN)	63
Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 키트를 이용한 LC/MS/MS 검출로 쌀 내 잔류 농약 성분 분석 (발행물 5990-8034EN)	65
GC/MS/MS를 이용하여 농산물 및 곡류 내 극미량 수준 농약에 대해 재현성 있는 정량분석 수행 (발행물 5990-9317EN)	67
GC/MS와 LC/MS 분석법의 조합으로 주스 내 농약의 종합적 분석 수행(발행물 5990-9924EN)	70

기타 식품 분석법

Agilent Bond Elut QuEChERS 키트를 이용한 LC/MS/MS 검출로 소 간 내 퀴놀론계 항생제 측정 (발행물 5990-5085EN)	73
Agilent Bond Elut QuEChERS EN 키트를 이용한 LC/MS/MS 검출로 소 간 내 설펜아미드계 항생제 측정 (발행물 5990-5086EN)	76
올리브유 내 Contract Laboratory Protocol 농약에 대한 GC- μ ECD 분석 및 확인(발행물 5990-5553EN)	78
Agilent Bond Elut QuEChERS의 수정된 분석법을 이용한 레몬 오일 내 농약 측정(발행물 5990-6432EN)	81
Agilent Bond Elut QuEChERS dSPE 시료 전처리 및 고효율 DB-5ms Ultra Inert GC 컬럼을 이용한 GC/MS 검출로 어류 내 다환방향족탄화수소(PAH) 분석 (발행물 5990-6668EN)	84
Wool이 들어있는 Ultra Inert Liner를 이용한 GC/MS/MS 검출로 식품 내 농약 분석(발행물 5990-7706EN)	87
Agilent 7000 Triple Quadrupole GC/MS 시스템을 이용한 바다 갑각류 내 화학적 오염물 측정(발행물 5990-7714EN) ..	89
여러가지 시료 전처리법으로 밀에 포함된 Trichothecenes, Zearalenone에 대해 LC/MS/MS 분석 수행 (발행물 5990-9107EN)	92
최적화된 추출/cleanup 방법과 Agilent 7000 시리즈 Triple Quadrupole GC/MS 시스템을 이용한 건조 차 시료 내 여러 잔류 농약 성분 측정(발행물 5990-9865EN)	95
LC/MS/MS와 수정된 QuEChERS 분석법의 조합으로 동물성 식품 내 36종 동물용 의약품 측정 (발행물 5991-0013EN)	97

식품 안전 개요

믿을 수 있는
식품 안전성
테스트는 믿을
수 있는 시료
전처리에서
시작합니다

소중한 고객님께,

오늘날의 소비자들은 식음료가 높은 안전성, 우수한 품질 및 뛰어난 영양소를 갖추기를 원합니다. 귀하의 식품 실험실은 그러한 요구 충족을 위한 근본 작업이 이루어지는 곳입니다.

애질런트의 통합적인 분석 솔루션이 이를 도와드립니다

검수, 제품 개발부터 품질 관리 및 포장에 이르기까지 애질런트의 기기, 시스템, 컬럼 및 소모품은 귀하의 실험실이 까다로운 표준을 충족시킬 수 있도록 도와드립니다. 풍부한 경험, 넓은 지식, 창의적인 사람들, 업계의 동향 및 세계적 규제에 대한 통찰력 등이 여러분들이 부딪치는 어려운 일에 길잡이가 되어드릴 수 있습니다.

Agilent Bond Elut QuEChERS 및 SPE 시료 전처리 제품: 식품 안전성 분석의 첫 번째 단계

Agilent Bond Elut 시료 준비 제품들은 복합 혼합물의 시료를 높은 신뢰성으로 추출하고 농축하도록 해 빠르고 정확하며 재현성 있는 결과를 보장합니다.

Bond Elut 제품군은 엄격한 품질 표준에 의거해 생산된 다양한 포맷 및 제품으로 식품 시료 전처리에 필요한 여러 요건을 만족시켜드릴 것입니다.

- **Bond Elut QuEChERS Pre-Packed Extraction 및 Dispersive SPE 키트**는 다성분 분석(multiresidue), 다종(multi-class) 유기 오염물질 분석을 위한 식품 시료 전처리를 간단한 몇 단계로 처리 가능케 하며, 키트는 일관된 품질과 높은 성능을 갖추고 있습니다.
- 서로 다른 40여 종의 폴리머 및 실리카 기반의 물질로 구성된 **Bond Elut SPE 제품**은 다양한 카트리지와 플레이트 포맷으로 제공됩니다.
- **벌크 흡착제**는 QuEChERS 시료 전처리 과정에서 분석법 개발 및 실험실 수준의 주문제작을 지원합니다.

당사의 과학자들은 귀하의 식품 테스트 요구를 지속적으로 지원하므로, 당사의 QuEChERS 페이지(agilent.com/chem/QuEChERS)를 방문해 새로운 응용 및 제품 개발 내용을 확인하십시오. 정확성의 출발점



Trisa Robarge
시료 전처리 제품 매니저



QuEChERS란?

미국농무부가 2003년에 개발한 QuEChERS(“캐처스”로 발음)의 뜻은 **Qu** - 빠르다는 의미의 Quick, **E** - 쉽다는 의미의 Easy, **Ch** - 저렴하다는 의미의 Cheap, **E** - 효과적이라는 의미의 Effective, **R** - 견고한 의미의 Rugged **S** - 안전하다는 의미의 Safe 등 이 식품 시료 전처리법이 갖춘 요건을 포함하고 있습니다. 이 기법은 매우 간단하고, 최소한의 과정만을 거치며, 복잡한 시료의 cleanup에 효과적입니다.

QuEChERS는 과일과 채소 내 다중 (multi-class) 다성분(multi residue) 잔류농약 분석을 위해 개발된 방법으로, 최근에는 채소 외에 육류와 어류 등 다른 식품 내 극미량 오염물 검출에까지 그 응용이 확대되었습니다. 현재 다양한 과일, 채소, 육류는 물론, 콩, 견과류 등 건조한 시료에 응용할 수 있는 수백 가지의 농약 검출법이 공개되어 있습니다. 현재 "공식적인" 분석법이 명시되어 있으며, 세계적 범위에서 기술의 표준화가 진행되고 있습니다. 미국의 국제분석화학자협회(Association of Official Analytical chemists, AOAC)에서는 2007.01 Method를 편찬하였으며, 유럽에서는 비슷한 분석법을 적용한 EN 15662 2007이 이와 동일한 기능을 하고 있습니다.

QuEChERS 작업은 2단계로 구성됩니다.

1. 추출단계는 수용액층과 유기층간의 평형화를 포함한 salting-out 추출을 통한 partitioning에 기반을 둡니다.
2. 분산 고체상 추출(Dispersive SPE) 단계에서는 다양한 염과 다공성 흡착제를 함께 이용해 간섭 물질을 제거하는 심화 cleanup 작업이 이루어집니다.

dispersive SPE 단계에서 사용되는 1차-2차 아민(PSA), C18, Graphitized carbon black과 같은 다공성 흡착제는 다양한 매트릭스 화합물이 1단계에서 함께 추출된 방해성분을 없애 줍니다. 가장 많이 쓰이는 분석법은 추출된 분석 대상물질을 LC/MS 또는 GC/MS 또는 이에 상응하는 기술로 측정하는 것입니다.

요령 및 방법

당사는 광범위한 QuEChERS 제품 옵션을 지원하기 위해 QuEChERS 접근법의 다양한 응용법을 제공합니다. 이 가이드는 이러한 응용법을 포함하고 있습니다. 응용은 표준 응용 분석법에 따라 AOAC 분석법, EN 분석법, 기존 분석법으로 분류되며 기타 접근법을 소개하는 별도의 단원도 함께 포함되어 있습니다. 매트릭스 유형 및 분석 대상물질 등급 분류에 따라 인덱스를 이용해 이 가이드를 편리하게 검색하실 수 있습니다.



QuEChERS 추출 키트

1단계: 추출

AOAC 또는 EN의 분석법 기준으로 추출 염 패키지를 선택합니다. 완충 처리된 추출 염은 안정성이 떨어지는 농약을 처리할 수 있습니다. 균질화된 과일 또는 채소 시료(10g 또는 15g)에 용매를 더한 후 염을 추가하면 유기층에 밝히고자 하는 농약 성분이 추출됩니다. 애질런트는 QuEChERS 염과 완충물질을 무수 패키지로 제공합니다. QuEChERS 분석법에 안내된 것처럼 시료에 용매를 더한 후 이들을 추가할 수 있습니다.

아래 표에 나타난 “CH” 제품들은 특정 키트를 위한 적정 수량의 세라믹 균질기 (ceramic homogenizer)를 포함하고 있습니다. 세라믹 균질기에 대한 더 자세한 내용은 13 페이지를 참고하십시오.



QuEChERS 추출 키트는 미리 중량 측정이 완료된 $MgSO_4$, NaCl 및 기타 완충염을 무수 패키지로 포함하고 있으며, 50mL 원심분리용 튜브도 함께 구매 가능합니다.



세라믹 균질기는 추출 소요 시간을 70% 가량 줄여주며, QuEChERS 키트와 함께 구매 및 별도 구매가 가능합니다.

QuEChERS 추출 키트

분석법	완충 처리됨	내용물	세라믹 균질기	50mL 튜브 포함 50 / pk	패킷만 포함	
					50 / pk	200 / pk
AOAC 2007.01	Yes	6 g $MgSO_4$; 1.5 g NaAcetate	Yes	5982-5755CH		
			No	5982-5755	5982-6755	5982-7755
기존 분석법(10g 시료)	No	4 g $MgSO_4$; 1 g NaCl	Yes	5982-5550CH		
			No	5982-5550	5982-6550	5982-7550
기존 분석법(15g 시료)	No	6 g $MgSO_4$; 1.5 g NaCl	Yes	5982-5555CH		
			No	5982-5555	5982-6555	5982-7555
EN 15662	Yes	4 g $MgSO_4$; 1 g NaCl; 1 g NaCitate; 0.5 g disodium citrate sesquihydrate	Yes	5982-5650CH		
			No	5982-5650	5982-6650	5982-7650
Acrylamides*	No	4 g $MgSO_4$; 0.5 g NaCl	No	5982-5850		
동물용 의약품	No	4g Na_2SO_4 , 1 g NaCl	No	5982-0032		

* 절차 출처: K. Mastovska, S. J. Lehotay, J. Agric. Food Chem. 2006, 54, 7001-7008.

QuEChERS dispersive 키트

2단계: dispersive SPE cleanup

분석 대상 식품의 유형과 선택한 분석법에 적합한 dispersive SPE 키트를 선택하십시오. 이 단계에서는 1단계에서 추출한 분주(aliquot) 시료를 소량의 SPE 흡착제 및 MgSO₄가 담긴 2mL 또는 15mL의 원심분리기용 튜브에 첨가합니다. 흡착제는 시료의 간섭물질을 제거하고 MgSO₄는 수분을 제거해 분석물의 분리를 돕습니다. 이제 키트에 세라믹 균질기(튜브당 2개)를 함께 포함시킬 수 있으며 이를 포함한 제품의 부품 번호에는 CH가 붙습니다.



QuEChERS dispersive 키트, 과일 및 채소

키트	용량	단위	AOAC 분석법 2007.01	유럽 분석법 EN 15662
			키트 내용물 부품 번호	키트 내용물 부품 번호
일반 과일 및 채소: 극성 유기산, 일부 당류 및 지질 제거	2 mL	100/pk	50 mg PSA 150 mg MgSO ₄ 5982-5022 5982-5022CH	25 mg PSA 150 mg MgSO ₄ 5982-5021 5982-5021CH
	15 mL	50/pk	400 mg PSA 1200 mg MgSO ₄ 5982-5058 5982-5058CH	150 mg PSA 900 mg MgSO ₄ 5982-5056 5982-5056CH
지방 및 왁스가 함유된 과일 및 채소: 극성 유기산, 일부 당류, 다수의 지질 및 스테롤 제거	2 mL	100/pk	50 mg PSA 50 mg C18EC 150 mg MgSO ₄ 5982-5122 5982-5122CH	25 mg PSA 25 mg C18EC 150 mg MgSO ₄ 5982-5121 5982-5121CH
	15 mL	50/pk	400 mg PSA 400 mg C18EC 1200 mg MgSO ₄ 5982-5158 5982-5158CH	150 mg PSA 150 mg C18EC 900 mg MgSO ₄ 5982-5156 5982-5156CH

부품 번호가 CH로 끝나는 제품은 세라믹 균질기가 포함된 튜브라는 뜻입니다.

(계속)



QuEChERS dispersive 키트, 과일 및 채소

키트	용량	단위	AOAC 분석법 2007.01	유럽 분석법 EN 15662
			키트 내용물 부품 번호	키트 내용물 부품 번호
색소가 함유된 과일 및 채소: 극성 유기산, 일부 당류, 지질, 카로티노이드, 클로로필 제거; 평면 구조의 농약 검출에는 사용 불가	2 mL	100/pk	50 mg PSA 50 mg GCB 150 mg MgSO ₄ 5982-5222 5982-5222CH	25 mg PSA 2.5 mg GCB 150 mg MgSO ₄ 5982-5221 5982-5221CH
	15 mL	50/pk	400 mg PSA 400 mg GCB 1200 mg MgSO ₄ 5982-5258 5982-5258CH	150 mg PSA 15 mg GCB 885 mg MgSO ₄ 5982-5256 5982-5256CH
색소가 다량 함유된 과일 및 채소: 극성 유기산, 일부 당류 및 지질, 다량의 카로티노이드 및 클로로필 제거, 평면 구조의 농약 검출에는 사용 불가	2 mL	100/pk		25 mg PSA 7.5 mg GCB 150 mg MgSO ₄ 5982-5321 5982-5321CH
	15 mL	50/pk		150 mg PSA 45 mg GCB 855 mg MgSO ₄ 5982-5356 5982-5356CH
색소 및 지방이 함유된 과일 및 채소: 극성 유기산, 일부 당류 및 지질, 카로티노이드 및 클로로필 제거, 평면 구조의 농약 검출에는 사용 불가	2 mL	100/pk	50 mg PSA 50 mg GCB 150 mg MgSO ₄ 50 mg C18EC 5982-5421 5982-5421CH	
	15 mL	50/pk	400 mg PSA 400 mg GCB 1200 mg MgSO ₄ 400 mg C18EC 5982-5456 5982-5456CH	

부품 번호가 CH로 끝나는 제품은 세라믹 균질기가 포함된 튜브라는 뜻입니다.

QuEChERS dispersive 키트: 기타 식품 분석법

키트	용량	단위	AOAC 분석법 007.01	유럽 분석법 EN 15662
			키트 내용물 부품 번호	키트 내용물 부품 번호
기타 식품 분석법: 소수성 물질(지방, 지질)과 단백질을 비롯한 생물학적 매트릭스 간섭 제거	2 mL	100/pk	25 mg C18 150 mg MgSO ₄ 5982-4921 5982-4921CH	
	15 mL	50/pk	150 mg C18 900 mg MgSO ₄ 5982-4956 5982-4956CH	
모든 식품 유형: 극성 유기산, 지질, 당류, 단백질, 카로티노이드, 클로로필 등 모든 매트릭스 간섭물 제거	2 mL	100/pk	50 mg PSA 50 mg C18 7.5 mg GCB 150 mg MgSO ₄ 5982-0028 5982-0028CH	
	15 mL	50/pk	400 mg PSA 400 mg C18 45 mg GCB 1200 MgSO ₄ 5982-0029 5982-0029CH	
동물성 식품: 극성 유기염, 당류, 지질, 단백질과 같은 매트릭스 간섭 제거	15 mL	50/pk	50 mg PSA 150 mg C18EC 900 mg Na ₂ SO ₄ 5982-4950	

부품 번호가 CH로 끝나는 제품은 세라믹 균질기가 포함된 튜브라는 뜻입니다.



식품 유형 및 분석법별로 권장되는 Bond Elut QuEChERS dispersive 키트

상품 분류	상품	일반 과일 및 채소, EN 또는 AOAC	지방 및 왁스가 함유된 과일 및 채소, EN 또는 AOAC	색소가 함유된 과일 및 채소, EN 또는 AOAC	색소가 다량 함유된 과일 및 채소, EN	색소 및 지방이 함유된 과일 및 채소, AOAC만 해당
적용 범위		밝은 색상의 시료	1% 이상의 지방/지질이 포함된 시료	색소가 포함된 시료(클로로필, 카로티노이드), 평면 구조의 농약에는 사용 불가	짙은 색상의 시료(클로로필, 카로티노이드), 평면 구조의 농약에는 사용 불가	색소, 지방 또는 왁스가 포함된 시료
과일						
 감귤류 과일	감귤류 주스					
	자몽					
	레몬/라임					
	오렌지					
	오렌지 껍질					
	nectarin(승도 복숭아)					
	탄제린					
 이과류(Pome) 과일	사과					
	건조 사과					
	사과 주스					
	사과 소스					
	배					
 핵과류(Stone fruits)	마르멜로 (quince)					
	살구					
	건조 살구					
	살구즙					
	체리					
	미라벨					
	nectarin(승도 복숭아)					
	복숭아					
	건조 복숭아					
	자두					
 씨 없는 작은 과일류	건조 자두					
	블랙베리					
	블루베리					
	크랜베리					
	커런트					
	엘더베리					
	붉은 구스베리					
	청포도					
	붉은 포도					
	건포도					
	라즈베리					
딸기						
 기타 과일	아보카도					
	바나나					
	건조 무화과					
	키위					
	망고					
	멜론					
	올리브					
	파파야					
	파인애플					

(계속)

식품 유형 및 분석법별로 권장되는 Bond Elut QuEChERS dispersive 키트

상품 분류	상품	일반 과일 및 채소, EN 또는 AOAC	지방 및 왁스가 함유된 과일 및 채소, EN 또는 AOAC	색소가 함유된 과일 및 채소, EN 또는 AOAC	색소가 다량 함유된 과일 및 채소, EN	색소 및 지방이 함유된 과일 및 채소, AOAC만 해당
적용 범위		밝은 색상의 시료	1% 이상의 지방/지질이 포함된 시료	색소가 포함된 시료 (클로로필, 카로티노이드), 평면 구조의 농약에는 사용 불가	짙은 색상의 시료(클로로필, 카로티노이드), 평면 구조의 농약에는 사용 불가	색소, 지방 또는 왁스가 포함된 시료
채소						
 덩이뿌리류	사탕무					
	블랙 샬시파이(black salsify)					
	당근					
	셀러리액(celeriac)					
	고추냉이					
	파슬리 뿌리					
	감자					
 부추류	무					
	콜파(chive)					
	마늘					
	부추					
	양파					
 과채류	봄양파					
	샬롯(쪽파)					
	가지					
	오이					
	고추(단맛, 녹색)					
	고추(단맛, 적색)					
	단호박					
 브로콜리류	토마토					
	애호박					
	브로콜리					
	방울 양배추					
	중국 양배추					
	빨간 양배추					
	사보이 양배추					
	백색 양배추					
 옆채류 및 허브	콜리플라워					
	케일					
	콜라비					
	아르굴라(arugular), 루콜라					
	바질(basil)					
	고수풀					
	갓					
	꽃상추					
	마타리 상추					
	양상추류					
 줄기류 채소	파슬리					
	시금치					
	아티초크(artichokes)					
	아스파라거스					
 콩류	셀러리					
	부추					
	루바브(대황, rhubarb)					
콩류	콩, 렌틸 콩, 완두콩 (건조)					
	콩, 렌틸 콩, 완두콩 (날것)					

(계속)

식품 유형 및 분석법별로 권장되는 Bond Elut QuEChERS dispersive 키트

상품 분류	상품	일반 과일 및 채소, EN 또는 AOAC	지방 및 왁스가 함유된 과일 및 채소, EN 또는 AOAC	색소가 함유된 과일 및 채소, EN 또는 AOAC	색소가 다량 함유된 과일 및 채소, EN	색소 및 지방이 함유된 과일 및 채소, AOAC만 해당
적용 범위		밝은 색상의 시료	1% 이상의 지방 / 지질이 포함된 시료	색소가 포함된 시료 (클로로필, 카로티노이드), 평면 구조의 농약에는 사용 불가	짙은 색상의 시료(클로로필, 카로티노이드), 평면 구조의 농약에는 사용 불가	색소, 지방 또는 왁스가 포함된 시료
동물성 식품						
 육류	쇠고기, 닭고기, 돼지고기, 송아지 고기					
	신장, 간					
 해산물	쌍각류 조개, 갑각류					
	어류					
 유제품류	유제품					
기타 식품						
 곡류	옥수수, 쌀, 밀					
	밀가루, 곡물 등					
 차/커피	커피 원두					
	차잎					
 건조식품	커리, 고춧가루					
	부추류					
	후추씨					
 오일	카놀라유, 올리브유					
	감귤류					
 이유식류	이유식					
기타						
 농산물 제품	코코아 파우더					
	목화, 삼(대마)					
	담배					
 토양류	토양					
 전혈	전혈					

QuEChERS 세라믹 균질기

세라믹 균질기는 전체적인 실험실 생산성을 높이고 더 정확한 결과를 약속합니다. 다음과 같은 이점을 통해 한층 쉽게 분석물질을 추출하십시오.

- 추출 소요 시간을 60초에서 20초로 단축 - 시료당 약 70%의 시간 절약
- 기존에 비해 1/3의 시간으로 재현성 있는 고품질의 추출 가능
- 작업자가 바뀌어도 변동성 최소화
- salting-out을 방지하고 시료를 균일하게 분산시킴

QuEChERS 키트에 포함된 것과 동일한 세라믹 균질기를 대량 구매하실 수 있으며, 이 역시 놀라운 시료 분쇄 능력을 자랑합니다.

QuEChERS 세라믹 균질기

설명	단위	부품 번호
Ceramic homogenizer for 50 mL tubes	100/pk	5982-9313
Ceramic homogenizer for 15 mL tubes	100/pk	5982-9312
Ceramic homogenizer for 2 mL tubes	200/pk	5982-9311



QuEChERS 표준품

애질런트는 업계 선도적인 QuEChERS 키트 뿐 아니라 가장 광범위하게 사용되는 AOAC와 EN의 규제 대상 분석법에 부합하는 표준품을 제공함으로써, 귀하의 분석 작업을 쉽게 만들어드립니다.

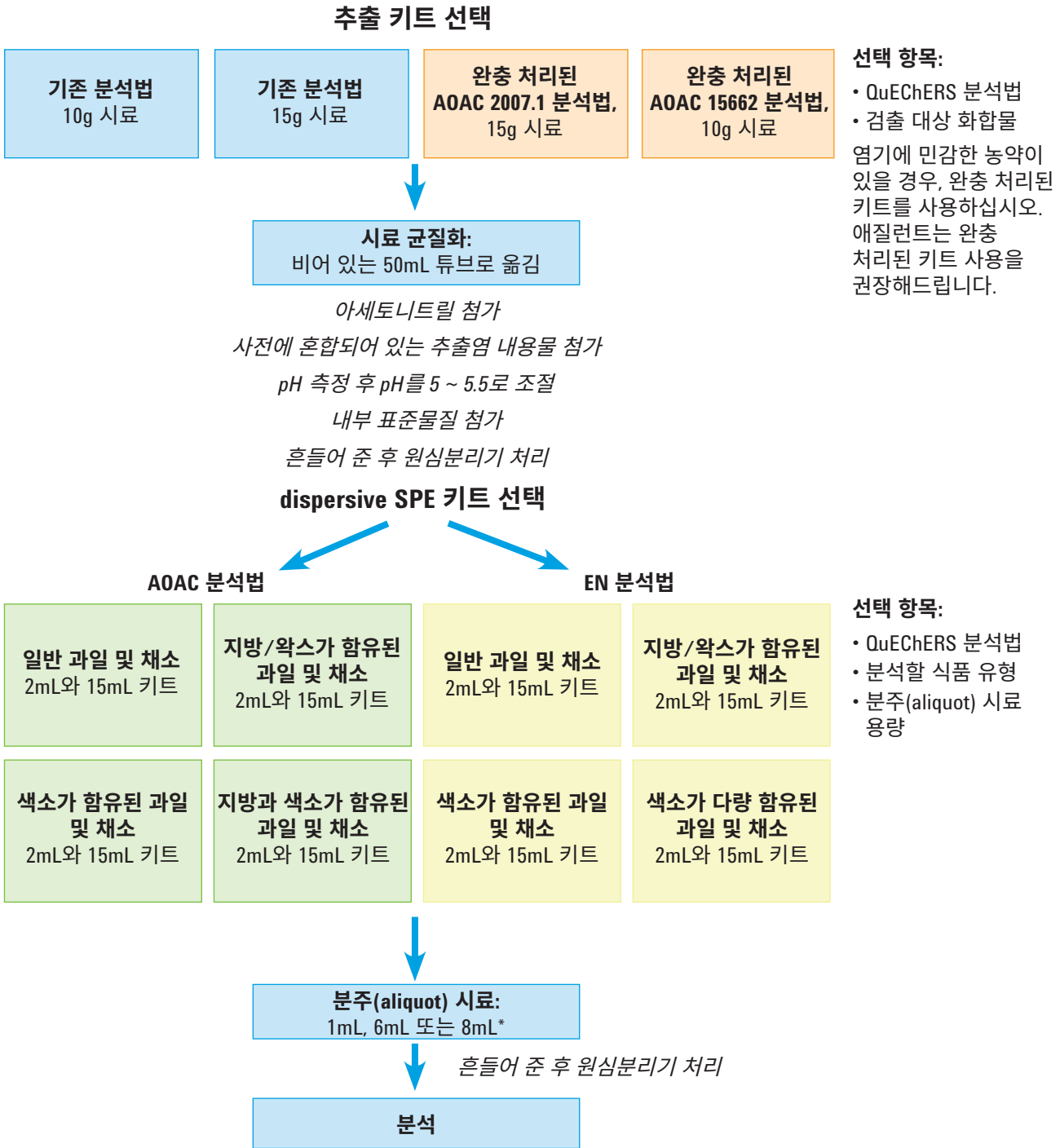
- 표준품 제작에 드는 시간 절약 및 번거로움 해소
- GC 및 LC 기기에 사용 가능
- 희석할 필요 없이 QuEChERS 추출에 즉시 사용 가능

QuEChERS 표준품

설명	농도	키트 내용물	부품 번호
HPLC and GC Internal Standard, AOAC Method	1,000 µg/mL	Parathion-d10 (diethyl-d10), alpha-BHC-d6 (alpha-HCH-d6)	5190-0502
QC Solution, AOAC Method	500 µg/mL	Triphenyl phosphate	5190-0503
HPLC Internal Standard, EN Method	100 µg/mL	Tris (1,3-dichloroisopropyl) phosphate, nicarbazin	5190-0500
GC Internal Standard, EN Method	5,000 µg/mL	(2,2',5,5'-tetrachlorobiphenyl), triphenylmethane, tris (1,3-dichloroisopropyl) phosphate	5190-0501
QC Surrogate for GC Standard, EN Method	500 µg/mL 1,000 µg/mL	(2,2',3,4,4',5'-hexachlorobiphenyl) Anthracene-d10	5190-0499

권장되는 Agilent Bond Elut QuEChERS 표준 작업 절차서(SOP)

과일 또는 채소 시료의 QuEChERS 분석법을 진행하는 기본 단계는 다음과 같습니다. 단 몇 단계만으로 다중(multi-class) 다성분(multi-residue) 잔류 농약 분석 시료를 준비할 수 있습니다.



*분주(aliquot) 시료 용량은 분석법에 따라 달라지며, 이러한 특정량에 알맞는 키트가 준비되어 있습니다. 산성기(phenoxyalkanoic acid)가 포함된 농약은 이 단계에서 (dispersive SPE 단계 없이) 바로 LC/MS/MS 분석으로 진행됩니다. 이들 산성기는 dispersive SPE 단계의 일부인 PSA와 반응하게 됩니다.

기존 QuEChERS 분석법

Agilent Bond Elut QuEChERS 키트로 시료 주입 전 정제 후 GC/MS를 이용한 사과 내 잔류 농약 성분 분석(발행물 5990-4468EN)

소개

이 응용에서는 QuEChERS를 이용하여 사과에서 15가지의 다중(multi-class) 농약 추출물을 검출하기 위한 효과적인 시료 전처리 방법을 설명합니다. 농약은 일반적인 과일 시료에서 발견되는 전형적인 휘발성/준휘발성 농약들로 선정되었으며, 농도도 이러한 시료에 일반적으로 존재하는 수준으로 선택되었습니다. 완충 처리를 거치지 않은 QuEChERS 추출법의 원본 내용 발행 시기는 2003년입니다. 이 분석에서는 농약을 10ng/g 수준까지 검출해내기 위해 GC/MS의 SIM(Selected Ion Monitoring) 모드를 사용했습니다.



기기 조건

GC/MS 조건

컬럼:	Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert, 30 m x 0.25 mm, 0.25 μ m (부품 번호 190915-433UI)
주입 소스:	수동 주입
Inlet:	Splitless
운반 가스:	헬륨, 일정 유속 모드
오븐 온도 프로그램:	70 °C (2 min), 25 °C/min to 150 °C (0 min), 3 °C/min to 200 °C (0 min), 8 °C/min to 280 °C (7 min)
주입량:	1 μ L

MS 조건

Tune file:	Atune.u
모드:	SIM
Source, quad, transfer line 온도:	각각 230 °C, 150 °C, 280 °C
용매 지연 시간:	4 min
Multiplier 전압:	Autotune 전압

QuEChERS 절차

QuEChERS 추출 절차(1단계)



QuEChERS dispersive SPE(2단계) 및 분석

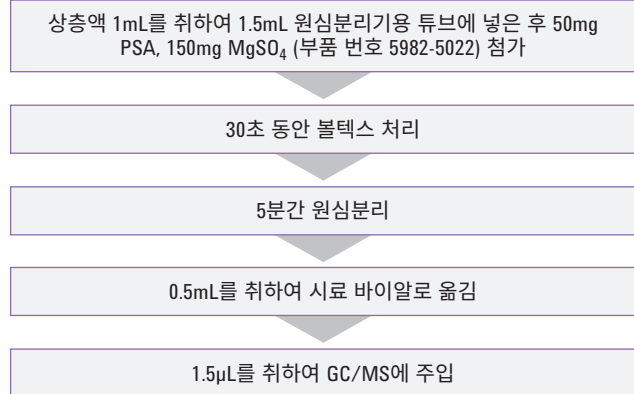


그림 1. 일반 과일 및 채소를 위한 QuEChERS 추출 절차

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS Non-Buffered Extraction Kit (부품 번호 5982-5550)

Agilent Bond Elut QuEChERS Dispersive Kit for General Fruits and Vegetables, 2 mL (부품 번호 5982-5022)

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC Dispersive SPE Kit for General Fruits and Vegetables, 15 mL (부품 번호 5982-5058)

Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert GC Capillary Column, 30 m x 0.25 mm, 0.25 μ m (부품 번호 190915-433UI)

결과

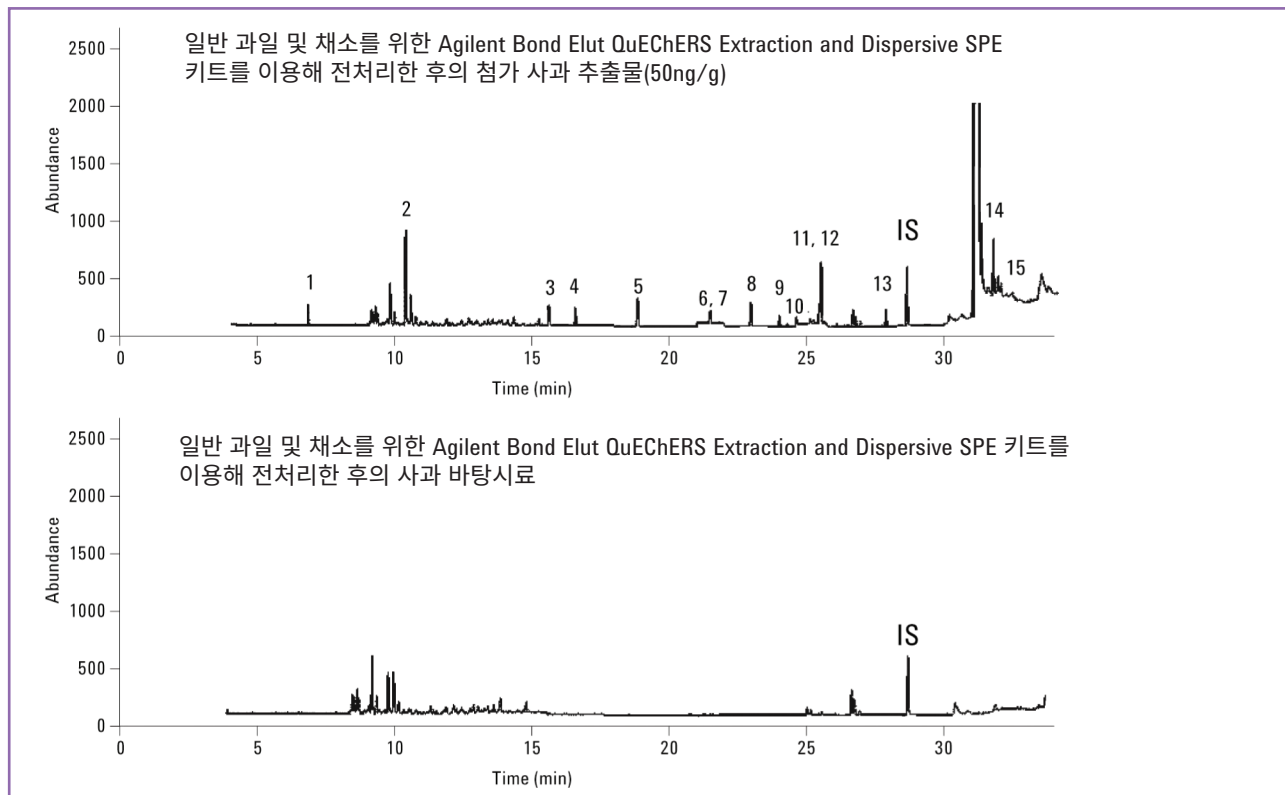


그림 2. 첨가 사과 추출물과 사과 바탕시료의 비교 크로마토그램

표 1. 기존 QuEChERS 분석법을 이용한 사과 내 농약 분석의 회수율 및 재현성(n=4)

농약	Low-QC 10 ng/g		Mid-QC 50 ng/g		High-QC 200 ng/g	
	회수율	RSD	회수율	RSD	회수율	RSD
Dichlorvos	102.8	5.0	96.7	10.8	99.4	2.8
o-Phenylphenol	92.0	6.1	79.6	6.8	89.5	6.3
Lindane	97.9	2.0	88.5	9.7	92.6	4.2
Diazinone	90.5	9.1	98.8	5.5	102.1	4.4
Methyl-chlorpyrifos	88.7	7.1	90.0	4.3	98.5	3.1
Chlorpyrifos	93.5	6.5	95.6	4.0	100.2	1.2
Dichlorobenzophenone	90.3	5.0	89.1	6.4	99.4	0.6
Heptachlor-epoxide	87.0	3.2	85.6	5.4	95.4	3.9
γ -Chlordane	92.3	3.5	90.0	6.8	95.9	2.0
α -Chlordane	95.5	4.7	85.8	6.9	93.5	2.6
Dieldrin	99.4	4.2	93.6	5.3	99.9	1.8
DDE	94.5	4.2	87.1	5.7	92.7	1.9
Endosulfan sulfate	97.8	2.3	90.8	2.8	99.5	2.3
Permethrin	100.7	4.8	93.0	3.4	97.6	2.1
Coumaphos	72.5	4.5	79.6	3.5	96.6	3.0

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-4468EN을 검색하십시오.

EN 분석법

Agilent Bond Elut QuEChERS European Standard EN 키트를 사용한 LC/MS/MS 검출로 사과 내 잔류 농약 성분 분석(발행물 5990-3938EN)

소개

이 응용에서는 European Committee Standard(EN)에 기술된, 사과시료 내 16가지 다중(multi-class) 잔류 농약 성분을 추출 및 cleanup하기 위한 효과적인 QuEChERS 시료 전처리 방법을 설명합니다. 사과 추출물의 분석 대상 농약은 시료 전처리 절차 후 액체 크로마토그래피와 전자분무 이온화 Tandem 질량 분석법(LC-ESI-MS/MS)의 positive ion multiple reaction monitoring(MRM) 모드를 통해 측정됩니다.



기기 조건

HPLC 조건

컬럼: Agilent ZORBAX Solvent Saver Plus Eclipse Plus Phenyl-Hexyl, 3.0 x 150 mm, 3.5 μm (부품 번호 959963-312)

유속: 0.3 또는 0.5 mL/min

컬럼 온도: 30 °C

주입량: 10 μL

이동상: A: 5 mM Ammonium acetate, pH 5.0 in 20:80 MeOH/H₂O
B: 5 mM Ammonium acetate, pH 5.0 in ACN

니들 세척: 1:1:1 ACN:MeOH:IPA:H₂O (0.2% FA.)

이동상 변화도:

시간(min)	% B	유속 (mL/min)
0	20	0.3
0.5	20	0.3
8.0	100	0.3
10.0	100	0.3
10.01	20	0.5
12.0	100	0.5
13.0	STOP	

Post run: 4 min
총 주기 시간: 17 min

MS 조건 양이온 모드

가스 온도: 350 °C

가스 유속: 10 L/min

Nebulizer: 40 psi

Capillary: 4,000 V

QuEChERS 절차

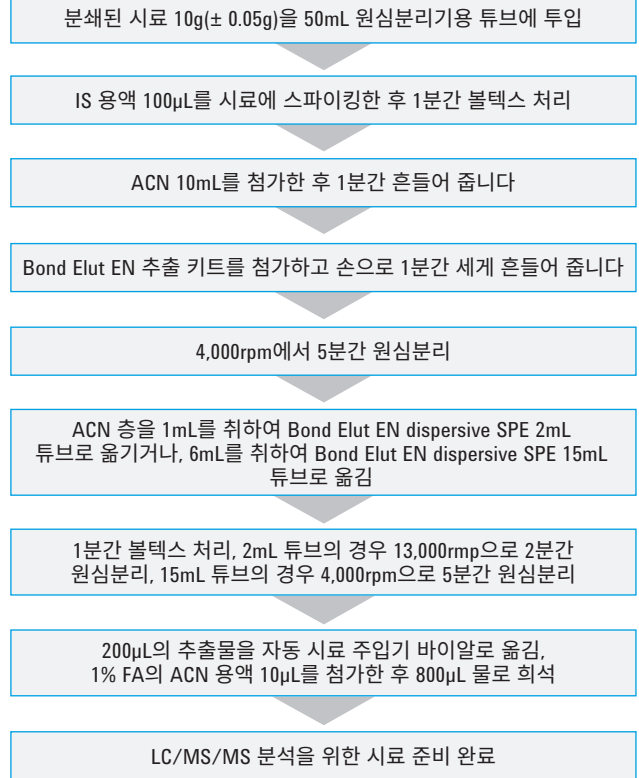


그림 1. 사과 내 농약 분석을 위한 QuEChERS EN 시료 전처리 절차

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS EN Method Extraction Kit (부품 번호 5982-5650)

Agilent Bond Elut QuEChERS EN Dispersive SPE Kit for General Fruits and Vegetables (2mL, 부품 번호 5982-5021)
또는 (15mL, 부품 번호 5982-5056)

Agilent ZORBAX Solvent Saver Plus Eclipse Plus Phenyl-Hexyl LC Column, 3.0 x 150 mm, 3.5 μm
(부품 번호 959963-312)

결과

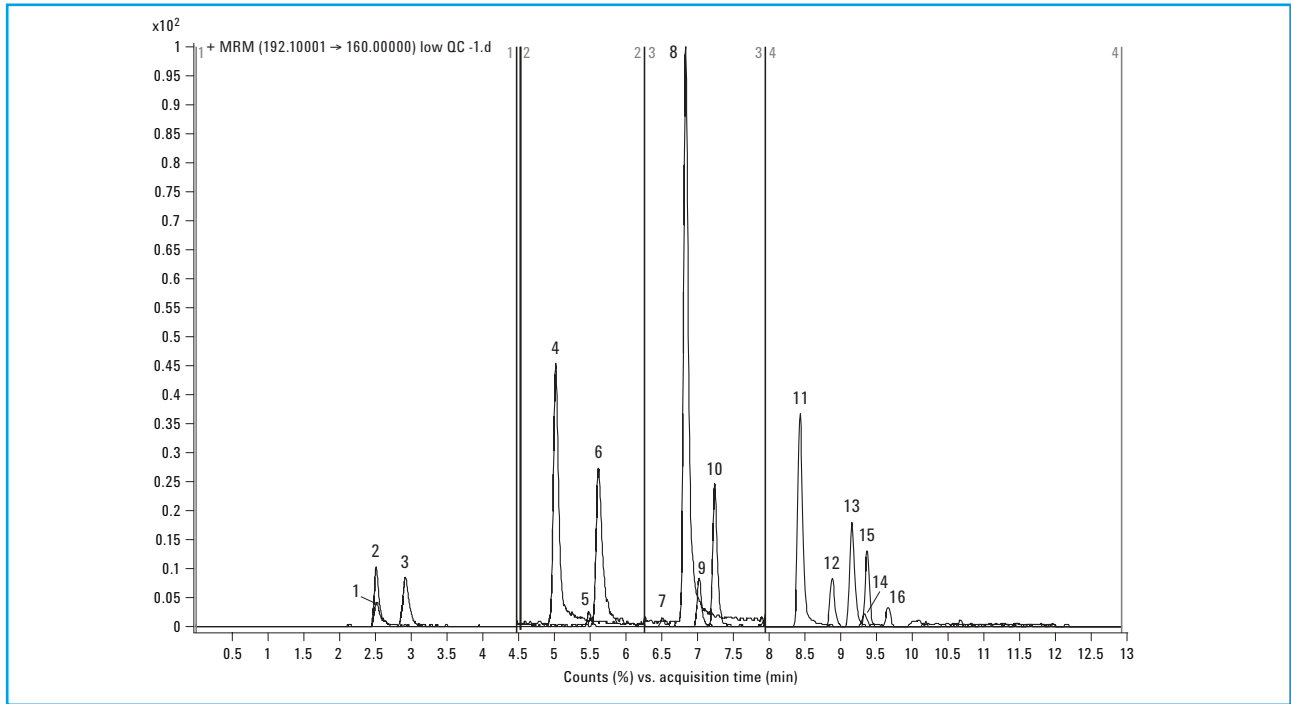


그림 2. 10ng/g 첨가 사과 추출물의 크로마토그램. 피크 ID: 1. Methamidophos, 2. Acephate, 3. Pymetrozine, 4. Carbendazim, 5. Imidacloprid, 6. Thiabendazole, 7. Dichlorvos, 8. Propoxur, 9. Thiophanate methyl, 10. Carbaryl, 11. Ethoprophos, 12. Penconazole, 13. Cyprodinil, 14. Dichlofluanid, 15. Kresoxim methyl, 16. Tolyfluanid.

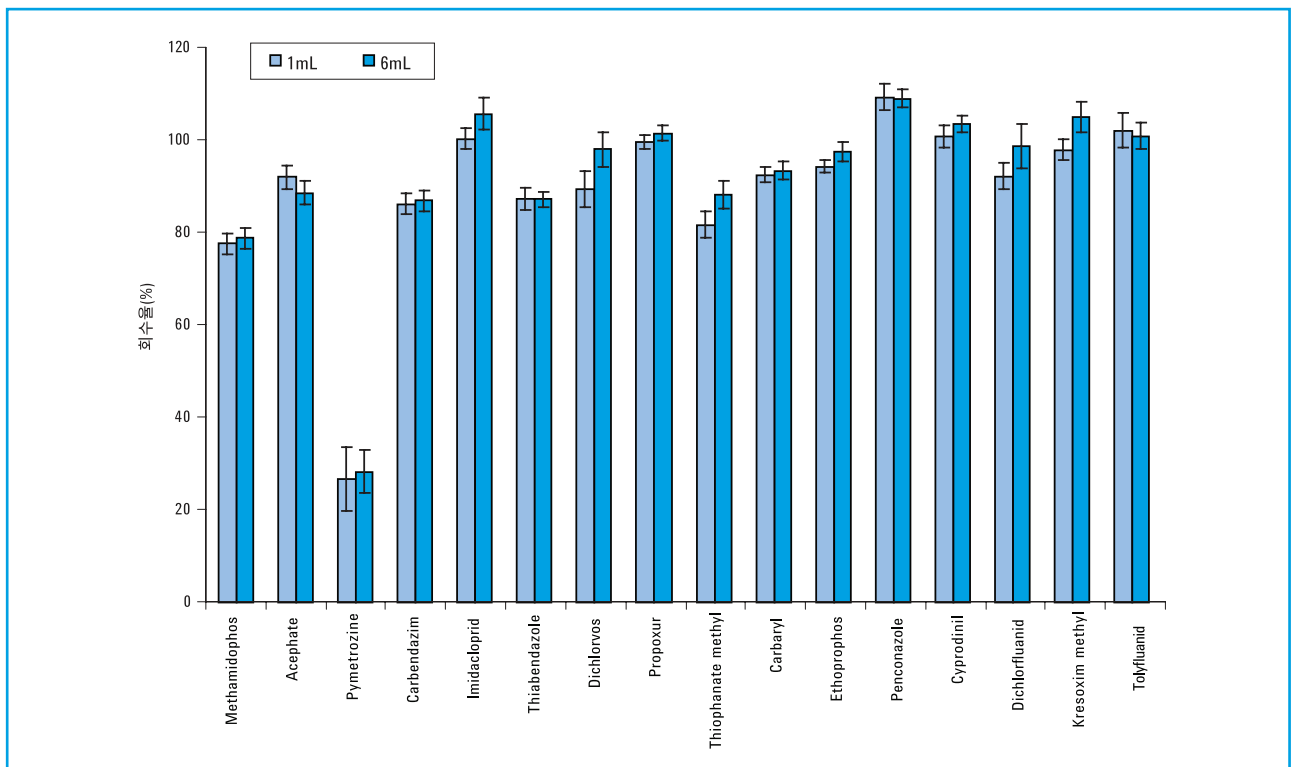


그림 3. 1mL dispersive SPE와 6mL dispersive SPE의 결과 비교

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-3938EN을 검색하십시오.

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 키트를 사용한 GC/MS 검출로 사과 내 잔류 농약 성분 분석(발행물 5990-4073EN)

소개

이 응용에서는 European Committee(EN)에 기술된, 사과 내 17가지 GC 처리 가능한 다중(multi-class)의 잔류 농약 성분을 추출 및 cleanup하기 위한 효과적인 QuEChERS 시료 전처리 방법을 설명합니다. 이 분석법에는 수용액/아세트니트릴 시스템을 이용한 초기 추출 단계, 염 추가 후 추출/분할 단계, 분산 고체상 추출(dispersive SPE)을 이용한 cleanup 단계가 포함됩니다. 사과 추출물 내 분석 대상 농약 성분은 시료 전처리 절차 후 가스 크로마토그래피/질량 분석법(GC/MS)의 selective ion monitoring(SIM) 모드로 분석됩니다.

기기 조건

GC 조건

컬럼:	Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert 15 m x 0.25 mm, 0.25 μm (부품 번호 19091S-431UI)
Inlet:	Splitless
Inlet liner:	Helix double-taper, deactivated (부품 번호 5188-5398)
운반 가스:	헬륨
Inlet 압력:	작동 중에는 20.18 psi (일정 압력 모드), 백플러시 중에는 1.0 psi
Inlet 온도:	250 °C
주입량:	1.0 μL
Split 배출구 퍼지 유속:	30 mL/min at 0.75 min
오븐 온도 프로그램:	70 °C (1 min), 50 °C/min to 150 °C (0 min), 6 °C/min to 200 °C (0 min), 16 °C/min to 280 °C (6 min)
Post run:	3 min
Capillary flow technology:	Purged Ultimate Union (부품 번호 G3186B) – 분석용 컬럼 및 inlet 백플러시에 사용
Aux EPC 가스:	헬륨 가스가 Purged Ultimate Union 통과
Aux EPC 압력:	작동 중에는 4.0 psi, 백플러시 중에는 80.0 psi
연결:	Between inlet and Purged Ultimate Union (부품 번호 G3186B)
Restrictor:	65 cm x 0.15 mm x 0.15 μm DB-5ms Ultra Inert
연결:	Purged Ultimate Union과 MSD 사이의 연결

MS 조건

Tune file:	Atune.u
모드:	SIM(세부 설정은 표 2 참조)
Source, quad, transfer line 온도:	각각 230 °C, 150 °C, 280 °C
용매 지연 시간:	2.30 min
Multiplier 전압:	Autotune 전압

QuEChERS 절차

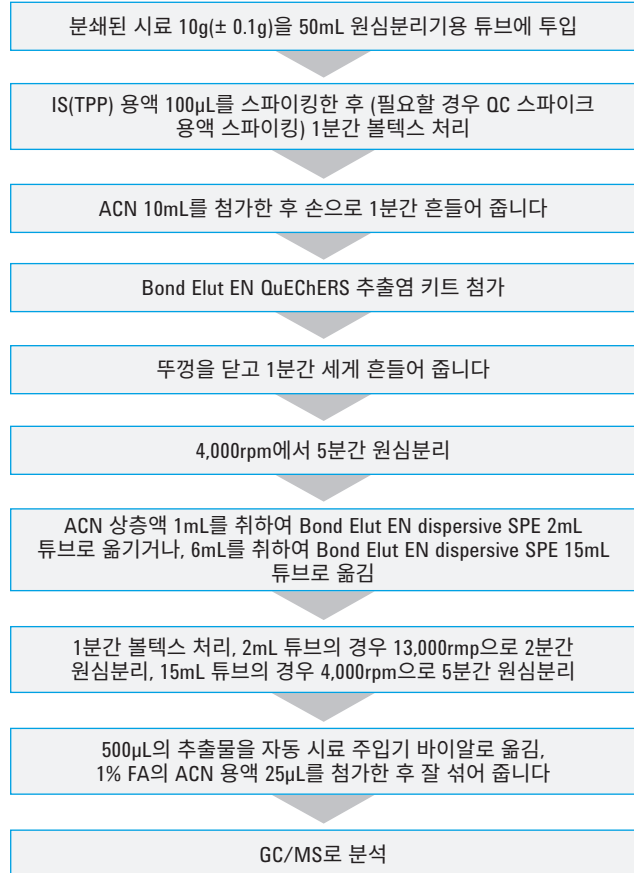


그림 1. 사과 내 잔류 농약 성분 분석을 위한 Agilent Bond Elut QuEChERS EN 추출 절차

결과

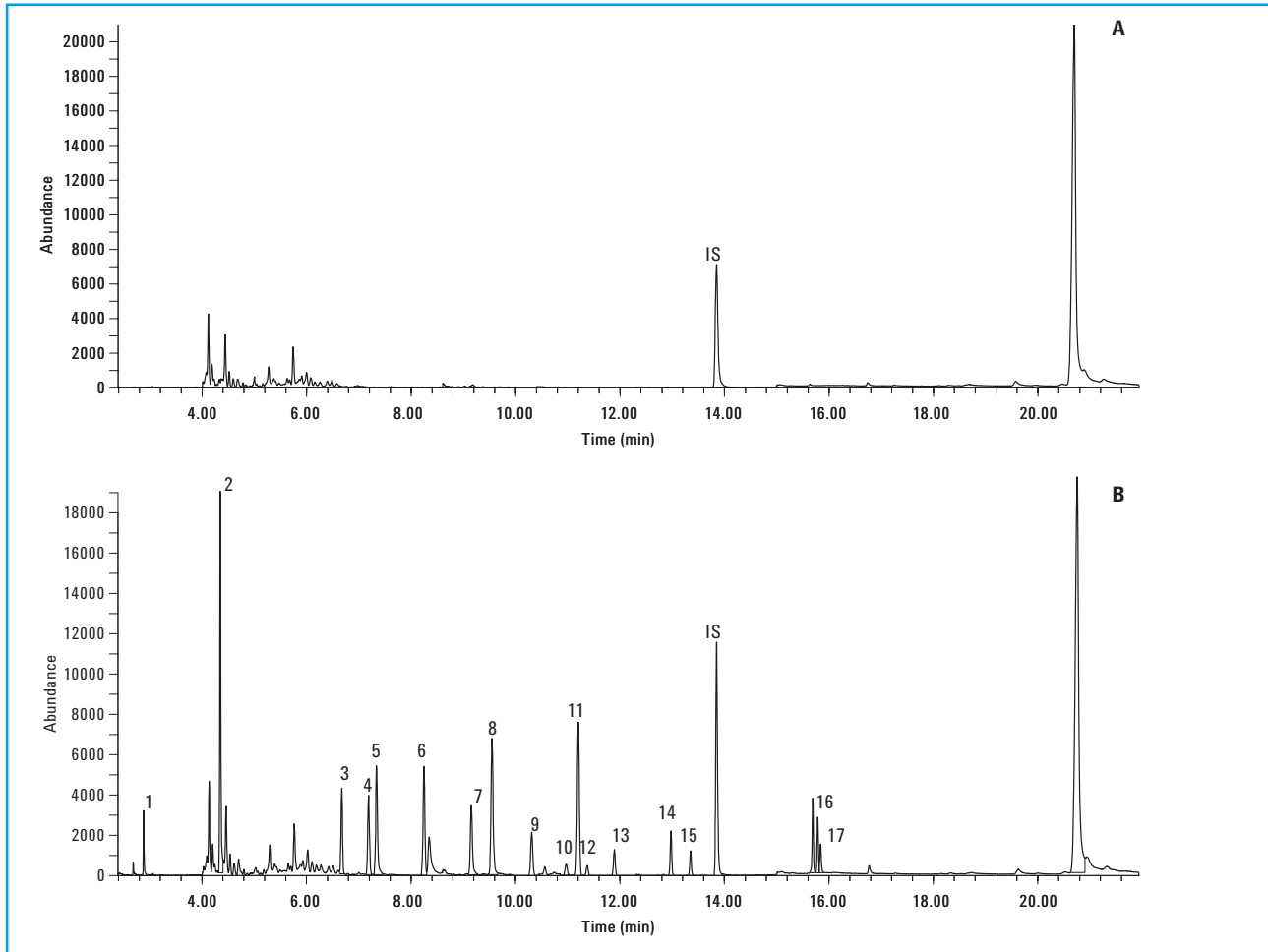


그림 2. 사과 추출물의 GC/MS 크로마토그램. (A) 사과 추출물 바탕시료, (B) 50ng/g 첨가 사과 추출물. 피크 ID: 1. Dichlorvos, 2. *o*-Phenylphenol, 3. Lindane, 4. Diazinon, 5. Chlorothalonil, 6. Chlorpyrifos-methyl, 7. Dichlofluanid, 8. Dichlorobenzophenone, 9. Heptachlor epoxide, 10. γ -Chlordane, 11. DDE, 12. α -Chlordane, 13. Dieldrin, 14. Ethion, 15. Endosulfan sulfate, 16. Permethrin, 17. Coumaphos. IS: Triphenyl phosphate (TPP).

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS EN Method Extraction Kit (부품 번호 5982-5650)

Agilent Bond Elut QuEChERS EN Method Dispersive SPE Kit for General Fruits and Vegetables
(2mL, 부품 번호 5982-5021) 또는 (15mL, 부품 번호 5982-5056)

Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert GC Column, 15 m x 0.25 mm, 0.25 μ m (부품 번호 19091S-431UI)

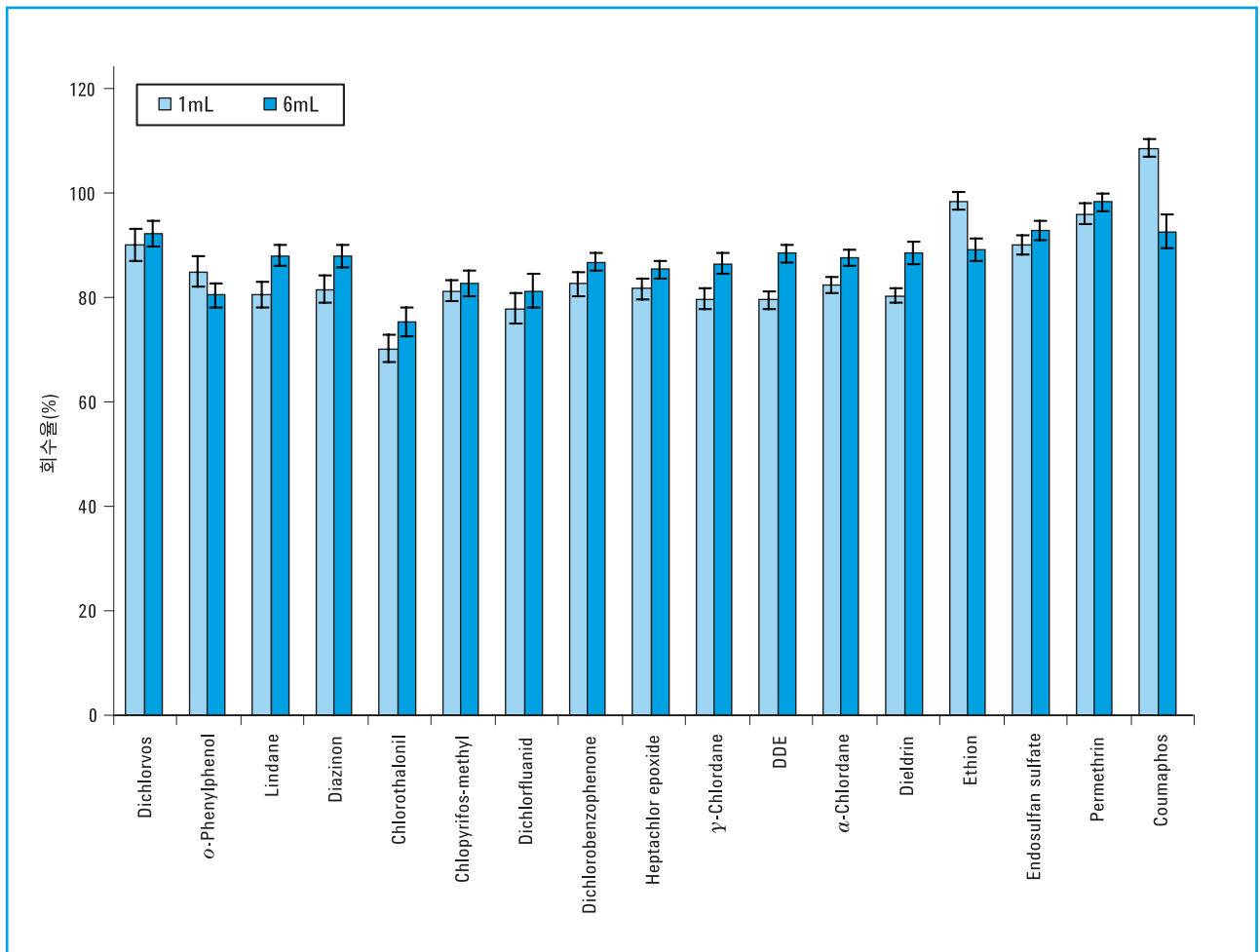


그림 3. Agilent Bond Elut Dispersive SPE 2mL 키트와 15mL 키트로 각각 1mL, 6mL 시료를 분석한 회수율 및 정밀도 결과

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-4073EN을 검색하십시오.

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 키트를 사용한 LC/MS/MS 검출로 시금치 내 잔류 농약 성분 분석(발행물 5990-4395EN)

소개

이 응용에서는 시금치 내 13가지 다종의(Various classes) 잔류 농약 성분을 추출 및 cleanup하기 위한 효과적인 QuEChERS EN 시료 전처리 방법을 설명합니다. 시금치는 색소가 다양으로 포함되었기 때문에, 색소가 다양 함유된 과일 및 채소를 위한 EN dispersive SPE 키트를 사용해야 합니다. 7.5mg/mL의 ACN 추출 키트에는 Graphitized carbon black (GCB)이 포함되어 있습니다. 시금치 추출물의 분석 대상 농약은 시료 전처리 절차 후 액체 크로마토그래피와 전자분무 이온화 Tandem 질량 분석법(LC-ESI-MS/MS)의 positive ion multiple reaction monitoring(MRM) 모드를 통해 측정됩니다.

기기 조건

HPLC 조건

컬럼:	Agilent ZORBAX Solvent Saver Plus Eclipse Plus Phenyl-Hexyl, 3.0 x 150 mm, 3.5 μm (부품 번호 959963-312)		
유속:	0.3 mL/min		
컬럼 온도:	30 °C		
주입량:	10 μL		
이동상:	A: 5 mM Ammonium acetate, pH 5.0 in 20:80 MeOH:H ₂ O B: 5 mM Ammonium acetate, pH 5.0 in ACN		
니들 세척:	1:1:1:1 ACN:MeOH:IPA:H ₂ O w/0.2% FA		
이동상 변화도:	시간(min)	% Acetonitrile	유속 (mL/min)
	0	20	0.3
	0.5	20	0.3
	8.0	100	0.3
	10.0	100	0.3
	13.0	STOP	
Post run:	4 min		
총 주기 시간:	17 min		

MS 조건 양이온 모드

가스 온도:	350 °C
가스 유속:	10 L/min
Nebulizer:	40 psi
Capillary:	4,000 V

QuEChERS 절차

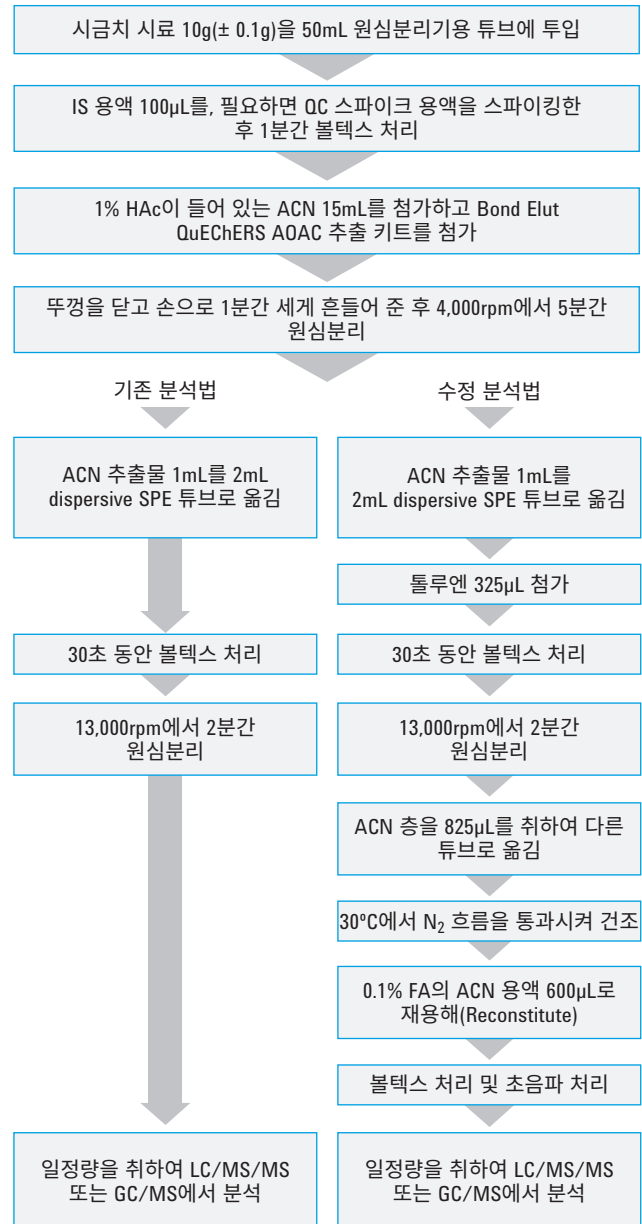


그림 1. 시금치 내 잔류 농약 성분 검사를 위한 QuEChERS EN 절차(기존 및 수정 dispersive SPE, 2mL)

결과

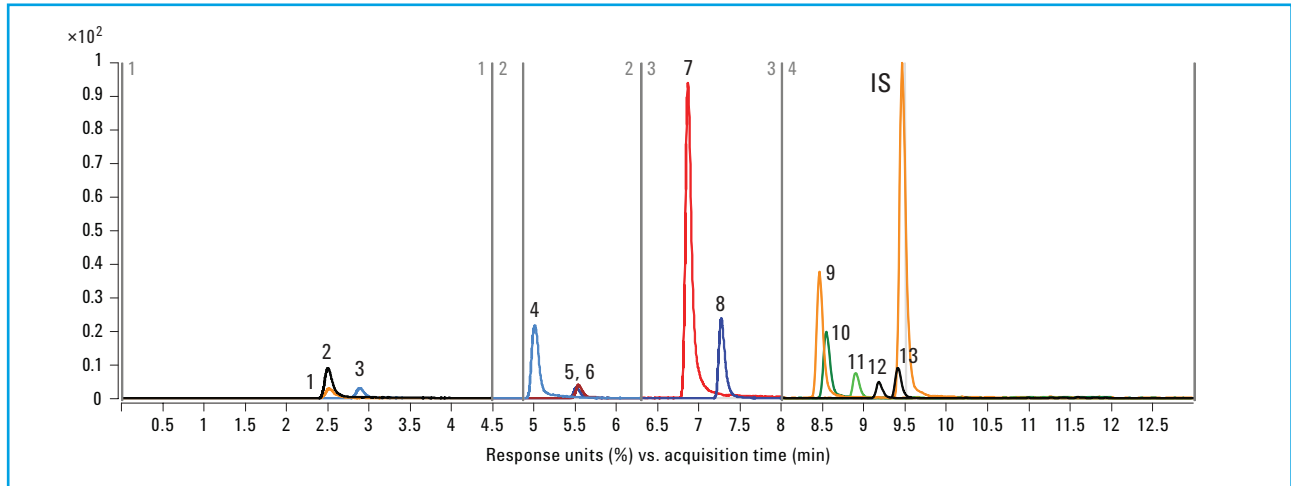


그림 2. EN 분석법으로 처리된 50ng/g 첨가 시금치 시료의 MRM 크로마토그램. 피크 ID: 1. Methamidophos, 2. Acephate, 3. Pymetrozine, 4. Carbendazim, 5. Imidacloprid, 6. Thiabendazole, 7. Propoxur, 8. Carbaryl, 9. Ethoprophos, 10. Imazalil, 11. Penconazole, 12. Cyprodinil, 13. Kresoxim methyl, IS: 내부 표준물질, TPP.

표 1. 6mL dispersive PSE 튜브 (부품 번호 5982-5356)의 첨가 시금치 시료 내 농약의 회수율 및 재현성

분석물	10 ng/g fortified OC		50 ng/g fortified OC		200 ng/g fortified OC	
	회수율	RSD (n=6)	회수율	RSD (n=6)	회수율	RSD (n=6)
Methamidophos	85.0	8.3	87.7	2.7	95.0	9.4
Acephate	88.6	5.1	84.6	3.1	94.6	9.3
Pymetrozine*	68.7	3.7	65.7	1.5	71.9	10.8
Carbendazim*	94.0	5.4	91.4	2.7	53.5	9.3
Imidacloprid	102.0	8.9	85.4	6.1	100.1	7.7
Thiabendazole*	77.2	4.4	77.6	2.4	79.2	9.7
Propoxur	98.2	5.7	96.3	1.8	93.9	7.2
Carbaryl	98.5	3.6	94.0	1.7	97.4	7.2
Ethoprophos	102.3	6.0	95.3	1.7	91.0	6.8
Imazalil	88.8	6.4	86.8	2.8	93.5	7.7
Penconazole	104.5	2.5	96.4	2.0	84.6	5.5
Cyprodinil*	101.5	4.2	92.2	2.4	86.8	7.6
Kresoxim methyl	99.7	6.1	97.4	1.6	95.3	6.9

*평균 구조의 농약

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS EN Extraction Kits (부품 번호 5982-5650)

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC Dispersive SPE Kits for Pigmented Fruits and Vegetables
(부품 번호 5982-5321 및 5982-5356)

Agilent ZORBAX Solvent Saver Plus Eclipse Plus Phenyl-Hexyl LC Column, 3.0 x 150 mm, 3.5 μm
(부품 번호 959963-312)

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-4395EN을 검색하십시오.

Agilent Bond Elut QuEChERS Acrylamide 키트 및 HPLC-DAD를 사용한 식용유 내 아크릴아미드 검출(발행물 5990-5988EN)

소개

이 응용에서는 methacrylamide를 내부 표준물질로 이용해 식용유 내 아크릴아미드를 분석하기 위한 QuEChERS 시료 전처리법을 설명합니다. 아크릴아미드는 조리 과정 및 열처리된 식품에서 흔히 발견되는 부산물입니다. 아크릴아미드의 회수율은 84 ~ 93.8%입니다.

이 분석은 binary 펌프와 다이오드 어레이 검출기(DAD)가 210nm으로 설정된 Agilent 1200 Infinity 시리즈 기기를 이용해 수행되었습니다.

기기 조건

HPLC 조건

컬럼:	Agilent ZORBAX HILIC Plus, 4.6 × 50 mm, 3.5 μm
유속:	0.2 mL/min
컬럼 온도:	30 °C
주입량:	5 μL
이동상:	등용매 용리: A: 3% 5 mM Acetic acid B: 97% Acetonitrile
분석 시간:	10 min
Post time:	3 min
검출:	DAD, 210 nm

QuEChERS 절차

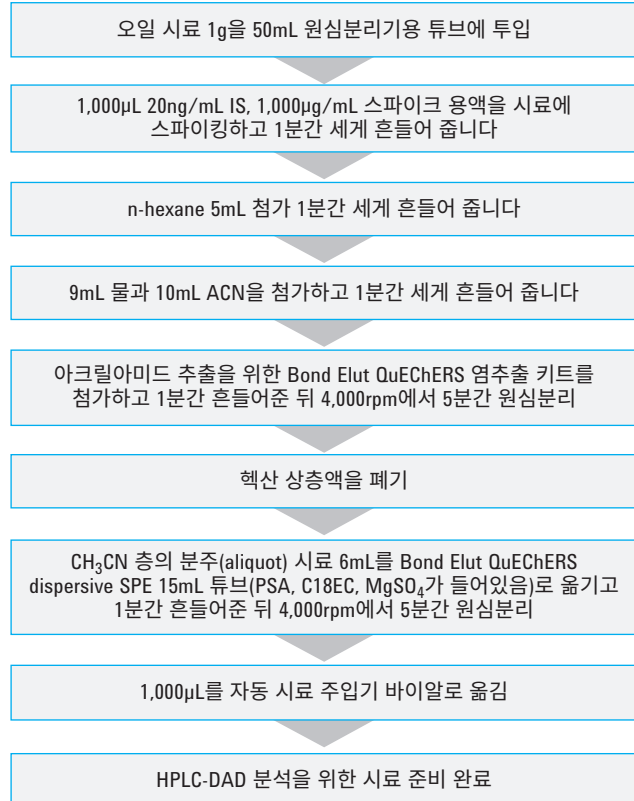


그림 1. 식용유 내 아크릴아미드 분석을 위한 QuEChERS 시료 전처리 절차



결과

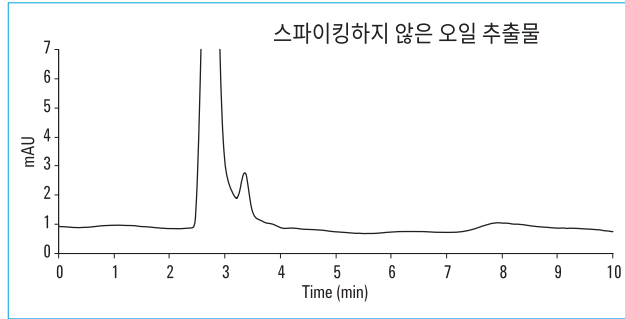


그림 2. 오일 추출물 바탕시료의 크로마토그램

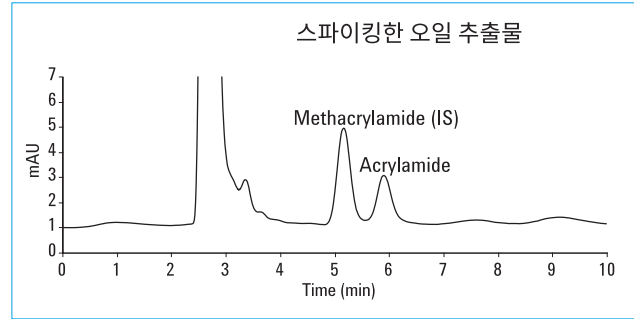


그림 3. 스파이킹한 오일 추출물의 크로마토그램

표 1. 오일 시료 내 아크릴아미드 분석의 회수율 및 RSD(n=6)

농도 (ng/mL)	%회수율 (n=6)	%RSD (n=6)
500	84.0	3.2
1,000	93.8	2.2
2,000	92.2	1.5

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS Extraction Kit for Acrylamides (부품 번호 5982-5850)

Agilent Bond Elut QuEChERS EN Dispersive SPE Kit (부품 번호 5982-5156)

Agilent ZORBAX HILIC Plus Column, 4.6 × 50 mm, 3.5 μm (부품 번호 959943-901)

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-5988EN을 검색하십시오.

Agilent Bond Elut QuEChERS 추출 키트 및 Agilent 5975T LTM GC/MSD를 사용한 Blind Study로 과채류(fruiting vegetables) 내 농약 분석(발행물 5990-6323EN)

소개

이 응용에서는 과채류 내 잔류 농약 성분을 식별하기 위한 QuEChERS EN 시료 전처리 방법을 설명합니다. 농약 검출의 시료로는 방울 토마토와 오이가 사용되었습니다. 이 분석은 Agilent 7693 Automatic Liquid Sampler가 설치된 Agilent 5975T LTM GC/MSD 시스템을 이용해 수행되었습니다. RTL 소프트웨어는 Agilent MSD ChemStation의 일부입니다.

기기 조건

기기

컬럼:	Agilent J&W HP-5ms LTM, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm
가드 컬럼:	분석용 컬럼과 동일한 상(phase)의 1m 컬럼, 주입기와 연결
GCMS 시스템:	5975T LTM
Inlet:	Split/splitless
Autosampler:	Agilent 7693

실험 조건:

Inlet 온도:	280 °C
주입량:	1 μL
주입 모드:	Splitless
운반 가스:	헬륨
헤드 압력:	26.878 psi, 일정 압력 모드
분석법:	RT locked to chlorpyrifos methyl at 16.593 min
LTM 오븐 온도:	70 °C (2 min), 25 °C/min, 150 °C (0 min), 3 °C/min, 200 °C (0 min), 8 °C/min, 280 °C (10 min)
Transfer line 온도:	270 °C
MSD 인터페이스:	270 °C
이온 소스:	230 °C
Quad 온도:	150 °C
이온화 모드:	EI
스캔 모드:	Full scan, 50–550 u
EMV 모드:	Gain factor
Gain factor :	5.00
최종 EM 전압:	1129 V
응매 지연 시간:	3 min

QuEChERS 절차

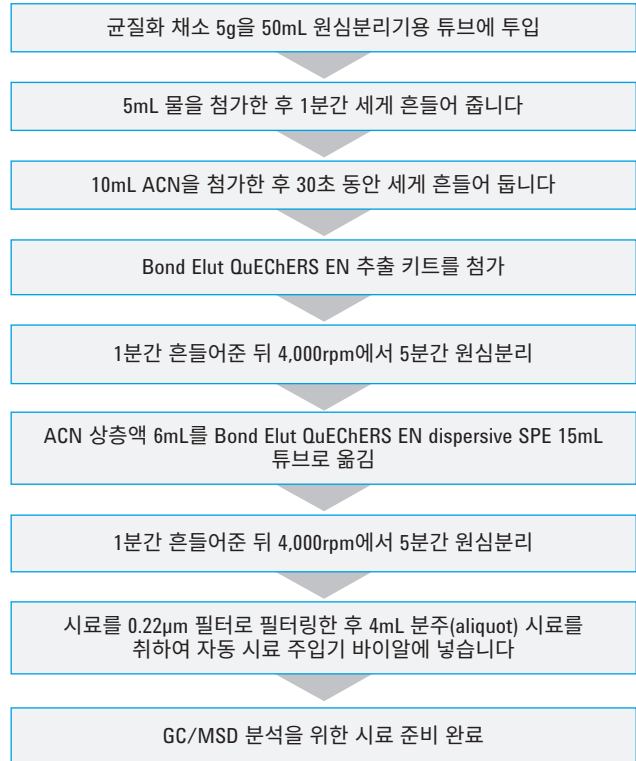


그림 1. 과채류 내 농약 분석을 위한 QuEChERS EN 절차

결과

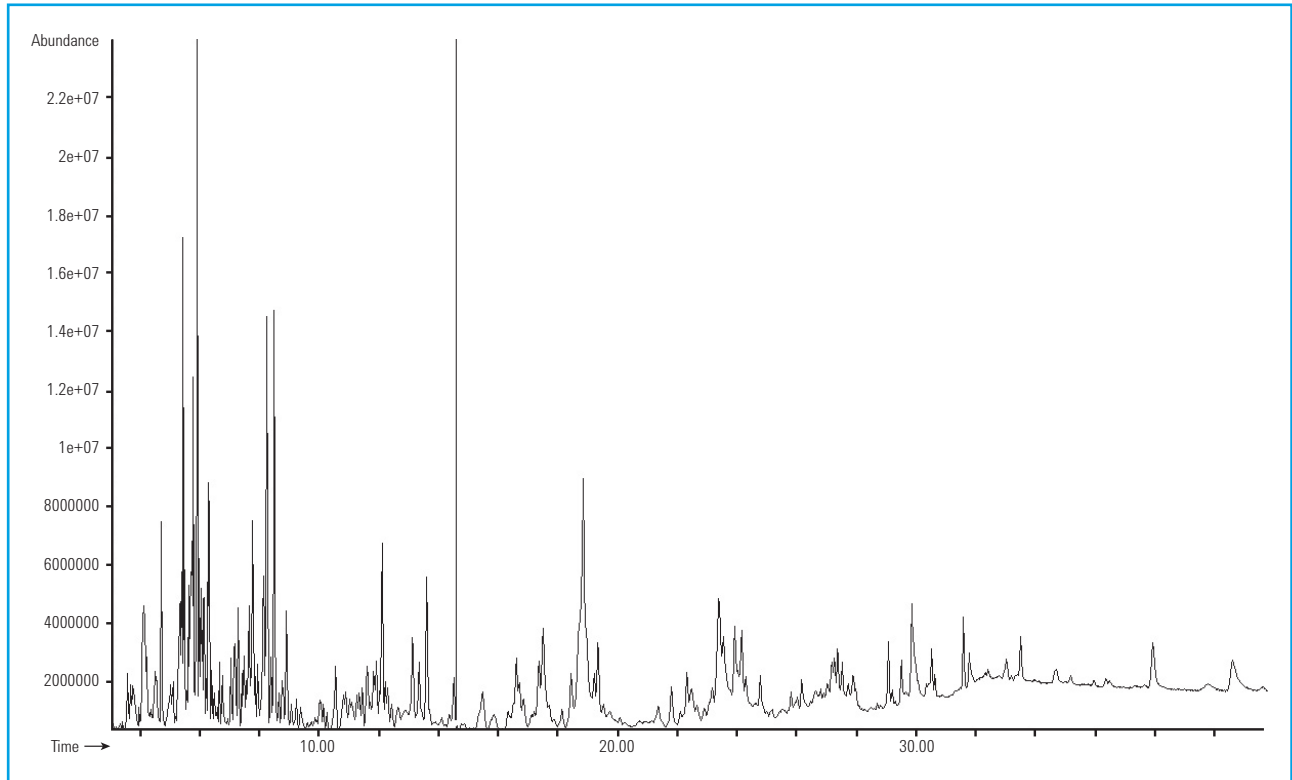


그림 2. 방울 토마토에 스파이킹된 농약의 양은 MA 0.2 ~ 1.0 μ g/g이며, 모든 분석 대상 성분은 2min 내에 DRS 소프트웨어에서 찾을 수 있습니다



위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS EN Extraction Kits (부품 번호 5982-5650)

Agilent Bond Elut QuEChERS EN Dispersive SPE Kit (부품 번호 5982-5156)

Agilent J&W HP-5ms LTM Column, 30 m x 0.25 mm, 0.25 μ m (부품 번호 29091S-433LTM)

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-6323EN을 검색하십시오.

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 키트를 이용한 LC/MS/MS 검출로 녹차 내 잔류 농약 성분 분석(발행물 5990-6400EN)

소개

이 응용에서는 녹차 내 12가지 다종의(Various classes) 잔류 농약 성분을 추출 및 cleanup하기 위한 효과적인 QuEChERS EN 시료 전처리 방법을 설명합니다. 녹차는 클로로필이 높은 수준으로 포함되어 있으므로 색소가 다량 함유된 시료로 간주됩니다. MRM 모드로 작동하는 전자분무 이온화 기능의 Agilent 6410 Triple Quadrupole MS 시스템과 Agilent 1200 Infinity 시리즈 액체 크로마토그래피를 통해 분석 대상 농약을 검출합니다. 평균 회수율은 87% ~ 108%(평균 93.5%)입니다.

기기 조건

HPLC 조건

컬럼:	Agilent Poroshell 120 EC-C18, 2.1 × 100 mm, 2.7 μm, (부품 번호 695775-902)	
유속:	0.4 mL/min	
컬럼 온도:	30 °C	
주입량:	10 μL	
이동상:	A: 5 mM FA in water B: 5 mM FA in ACN	
니들 세척:	1:1:1 ACN:MeOH:IPA:H ₂ O w/0.2% FA	
이동상 변화도:	시간(min)	% Acetonitrile
	0	5
	1	5
	3	50
	7	90
	8	90
	8.2	5
	9	5
Post run:	2 min	
총 주기 시간:	11 min	

MS 조건 양이온 모드

가스 온도:	350 °C
가스 유속:	10 L/min
Nebulizer:	40 psi
Capillary:	3,500 V

QuEChERS 절차

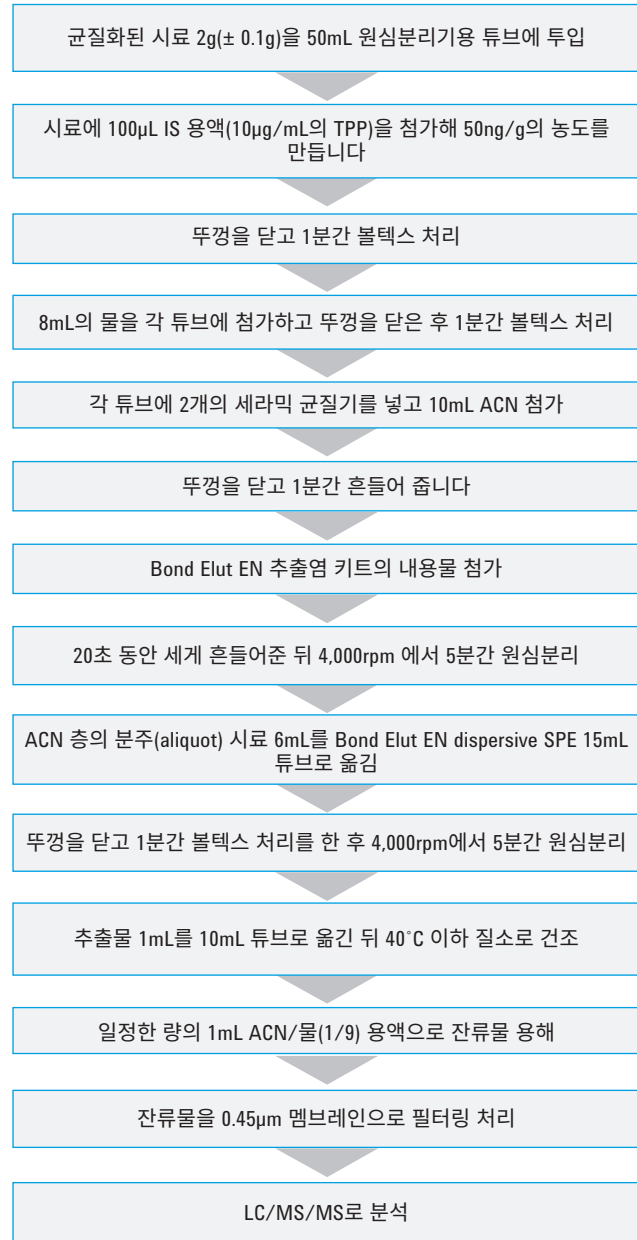


그림 1. 녹차 내 농약 분석을 위한 QuEChERS EN 절차

결과

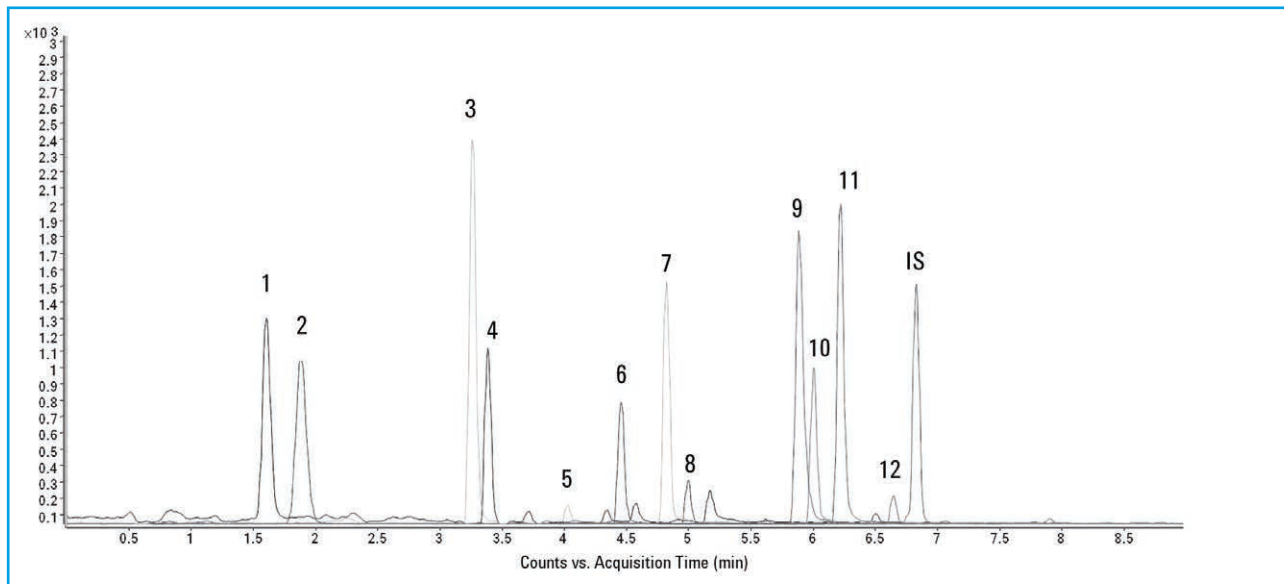


그림 2. EN 분석법으로 처리된 50ng/g 첨가 시료의 MRM 크로마토그램. 피크 ID: 1. Acephate, 2. Pymetrozine, 3. Carbendazim, 4. Thiabendazole, 5. Imidacloprid, 6. Imazalil, 7. Propoxur, 8. Carbaryl, 9. Cyprodinil, 10. Ethoprophos, 11. Penconazole, 12. Kresoxim-methyl, IS: TPP.

표 1. Agilent Bond Elut QuEChERS를 이용한 첨가 농차 시료 내 농약의 회수율 및 재현성

분석물	10 ng/g fortified OC		50 ng/g fortified OC		200 ng/g fortified OC	
	회수율	RSD (n=6)	회수율	RSD (n=6)	회수율	RSD (n=6)
Acephate	80.5%	5.4%	91.7%	2.9%	88.9%	8.2%
Pymetrozine	43.1%	3.0%	42.2%	3.4%	43.4%	9.8%
Carbendazim	114.6%	11.6%	97.6%	2.0%	105.0%	6.2%
Thiabendazole	98.1%	6.9%	90.4%	2.4%	81.7%	5.8%
Imidacloprid	104.3%	11.7%	108.6%	2.5%	93.9%	7.9%
Imazalil	97.5%	4.4%	87.8%	5.6%	92.4%	4.6%
Propoxur	98.1%	2.4%	110.2%	1.7%	107.8%	3.9%
Carbaryl	89.7%	11.4%	104.9%	3.3%	108.1%	5.2%
Cyprodinil	84.9%	2.1%	92.5%	3.7%	93.9%	5.5%
Ethoprophos	103.4%	3.1%	111.2%	3.2%	104.9%	5.7%
Penconazole	108.7%	2.9%	94.3%	4.5%	89.8%	3.3%
Kresoxim-methyl	105.7%	12.4%	96.4%	2.5%	99.2%	5.5%

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS EN Extraction Kits (부품 번호 5982-5650)

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC Dispersive SPE Kits for Pigmented Fruits and Vegetables (부품 번호 5982-5356)

Agilent Poroshell 120 EC-C18 Column, 2.1 x 100 mm, 2.7 μm (부품 번호 695775-902)

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-6400EN을 검색하십시오.

Agilent Poroshell 120 LC 컬럼을 사용한 Agilent 1290 Infinity LC와 Agilent Bond Elut QuEChERS 시료 전처리법으로 새우 내 호르몬 측정(발행물 5990-6589EN)

소개

이 응용에서는 새우 내 13가지 호르몬을 추출하기 위한 QuEChERS EN 시료 전처리 방법을 설명합니다. 새우 내의 호르몬 검출을 위한 분석법은 Agilent Poroshell 120 EC-C18 컬럼이 장착된 Agilent 1290 Infinity LC를 이용해 개발되었습니다. 이 분석법의 회수율은 91.6 ~ 107.2%입니다.

기기 조건

HPLC 조건

컬럼:	Agilent Poroshell 120 EC-C18, 3.0 x 100 mm, 2.7 μm (부품 번호 695975-302)		
기기:	DAD 검출기가 장착된 Agilent 1290 Infinity LC		
유속:	0.8 mL/min		
컬럼 온도:	30 °C		
주입량:	10 μL		
검출 파장:	230 nm		
이동상:	Water-acetonitrile gradient		
이동상 변화도:	시간(min)	% Water	% Acetonitrile
		0	80 20
	6	50	50
	8	10	90

QuEChERS 절차

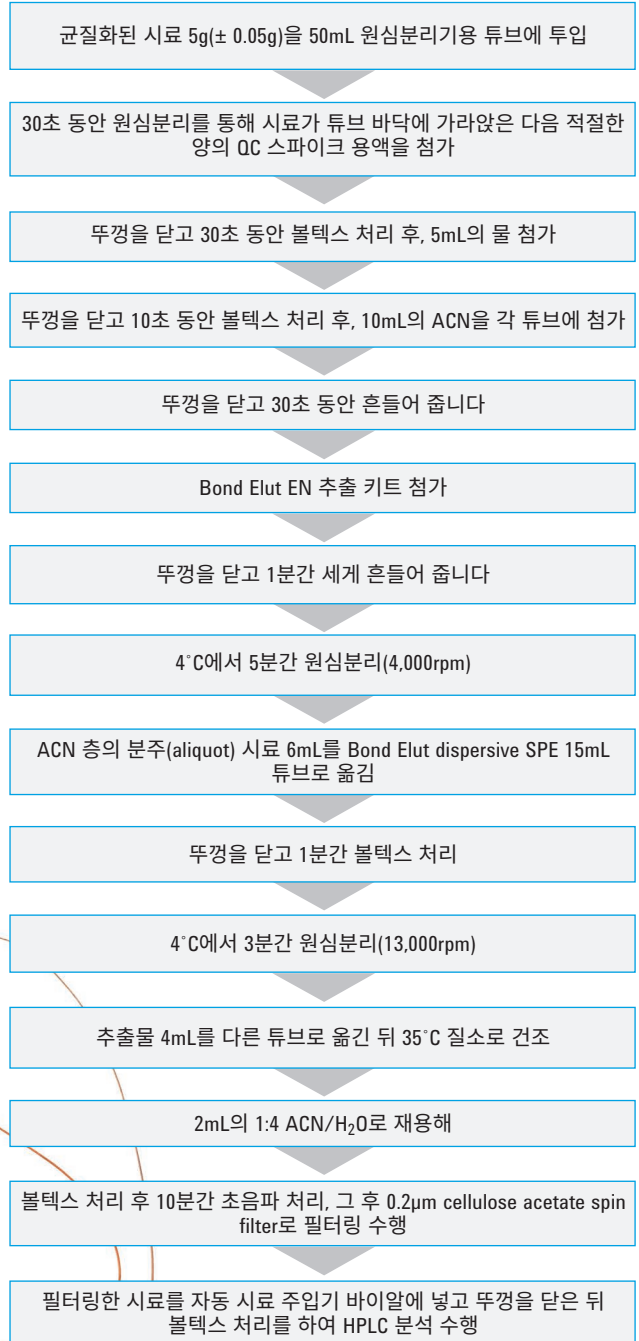


그림 1. 새우 내 호르몬 분석을 위한 QuEChERS EN 절차



결과

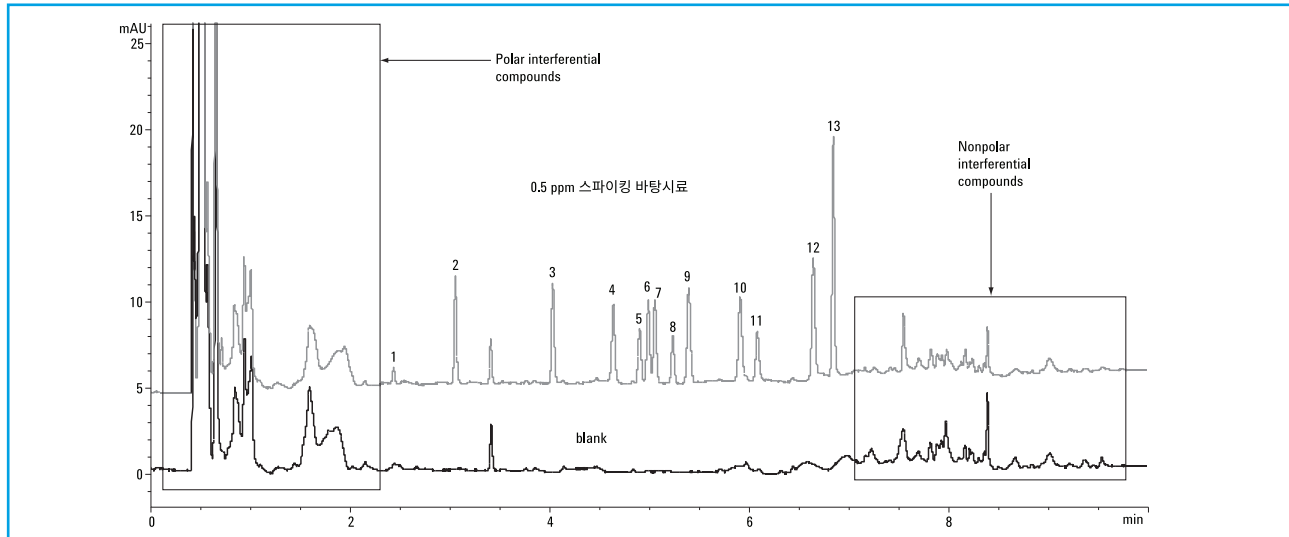


그림 2. 바탕시료 및 바탕시료에 0.5ppm의 표준품을 첨가했을 때의 크로마토그램

표 1. 새우 내 호르몬 검출을 위해 개발된 QuEChERS 분석법의 회수율 및 재현성

분석물	농도	회수율 (%)	%RSD (n=6)
Estriol	0.5	107.2	3.5
	10	98.2	0.98
Prednisone	0.5	97.6	2.3
	10	101.7	0.58
Dexamethasone	0.5	101.8	0.96
	10	96.1	1.2
Boldenone	0.5	98.9	1.5
	10	96.2	1.8
Hydrocortisone	0.5	103.5	1.5
	10	92.3	0.23
Fludrocortisone acetate	0.5	104.3	1.9
	10	91.8	0.17
Metandienone	0.5	100.0	1.4
	10	95.6	0.25
Estradiol	0.5	99.4	1.3
	10	97.8	0.54
Testosterone	0.5	98.0	0.85
	10	98.2	0.15
Methyltestosterone	0.5	97.1	0.99
	10	92.1	0.63
Estrone	0.5	103.4	1.2
	10	92.5	0.68
Diethylstilbestrol	0.5	100.9	1.9
	10	97.3	0.79
Hexestrol	0.5	98.5	1.6
	10	91.6	0.81

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS EN Extraction Kits (부품 번호 5982-5650)

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC Dispersive SPE Kits for Drug Residues in Meat, 15 mL (부품 번호 5982-4956)

Agilent Poroshell 120 EC-C18 Column, 3.0 x 100 mm, 2.7 μm (부품 번호 695975-302)

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-6589EN을 검색하십시오.

Bond Elut QuEChERS Extraction 키트 및 Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert GC 컬럼을 이용한 쌀 내 잔류 농약 성분 분석(발행물 5990-8108EN)

소개

이 응용에서는 쌀 내 57가지 다종의(Various classes) GC 분석 가능한 농약을 추출 및 cleanup하기 위한 효과적인 QuEChERS EN 시료 전처리 방법을 설명합니다. 애질런트는 962가지 농약, 대사 산물, 의심되는 내분비계 교란물질 등을 포함하는 GC와 GC/MS RTL 데이터베이스 (부품 번호 G1672AA)를 개발했습니다. 이 실험은 5975C inert MSD가 설치된 Agilent 7890 GC, Agilent 7683 Automatic Liquid Sampler(ALS)를 이용해 수행되었습니다. 화합물 분리는 Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert GC 컬럼에서 완수되었습니다. 대부분의 경우 회수율은 80 ~ 110%입니다.

기기 조건

GC 조건

컬럼:	Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm (부품 번호 19091S-433UI)
Inlet 온도:	250 °C
운반 가스:	헬륨, 일정 압력 모드
머무름 시간(RT) 고정:	Chropyrifos-methyl locked to 16.596 min
주입 모드:	Splitless, purge flow 50 mL/min at 0.75 min
주입량:	1 μL
오븐:	70 °C (2 min), 25 °C/min to 150 °C (0 min), 3 °C/min to 200 °C, 8 °C/min to 280 °C (10 min), post-run: 320 °C (5 min)

MS 조건

용매 지연 시간:	4 min
MS 온도:	230 °C (source); 150 °C (quad)
Transfer line:	280 °C
MS 라이브러리:	Agilent RTL Pesticide Library (G1672AA) 및 NIST08 Mass Spec Library
MS:	EI, SIM/Scan
스캔 모드:	질량 범위(50-550 amu)

QuEChERS 절차

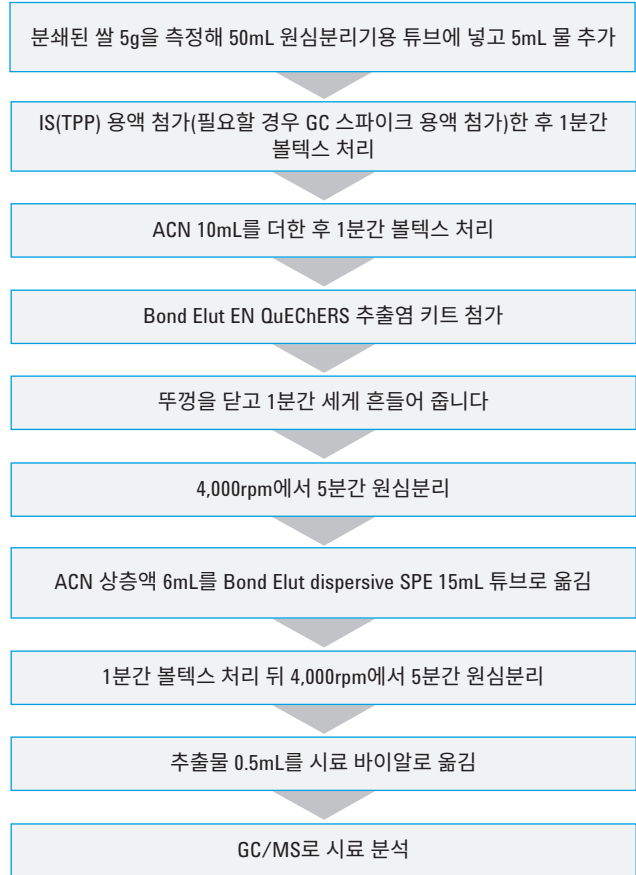


그림 1. 쌀내 잔류 농약 성분 분석을 위한 Agilent Bond Elut QuEChERS EN 추출 절차

결과

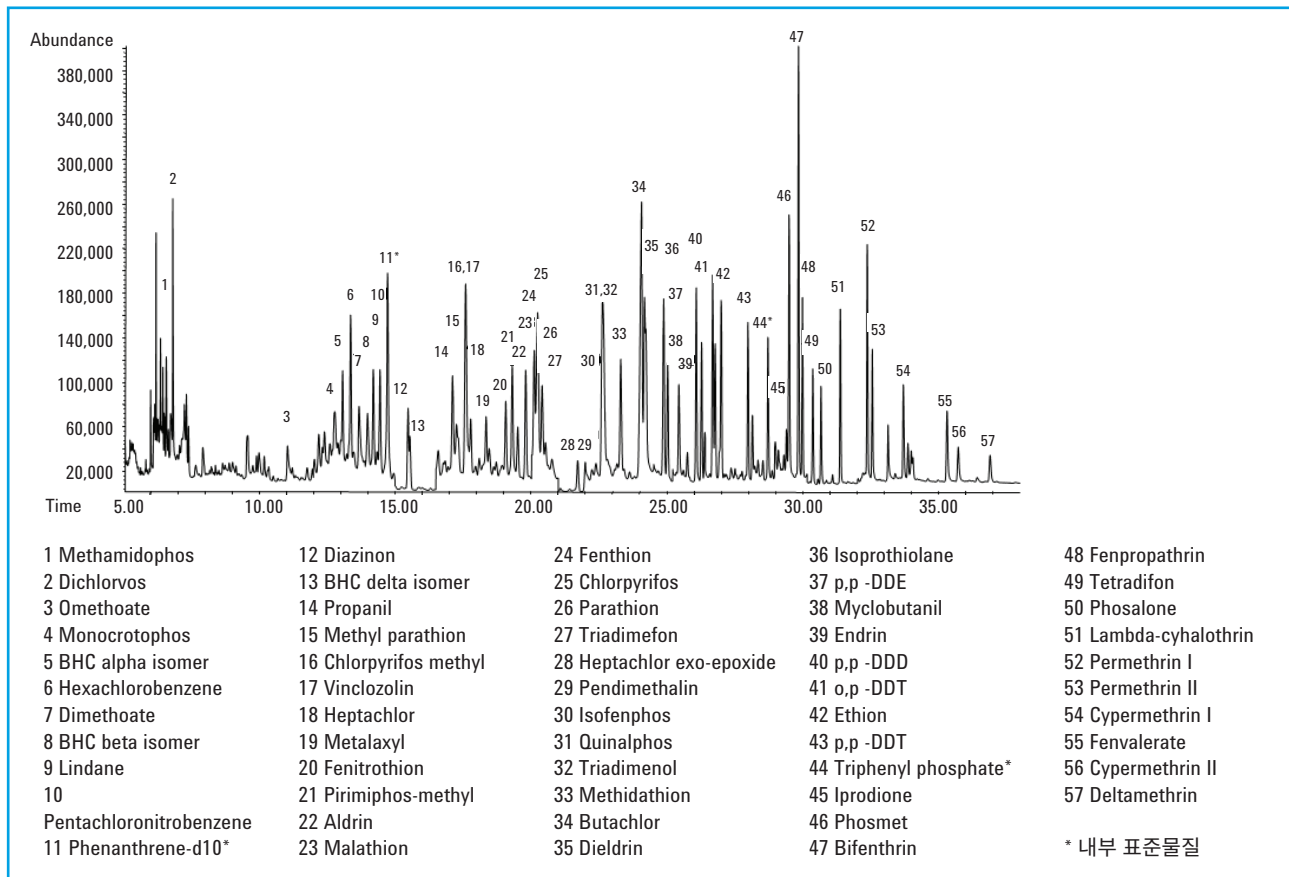


그림 2. 200ng/mL에서 쌀 내 농약의 총 이온 크로마토그램(TIC)



위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS EN Extraction Kits (부품 번호 5982-5650)

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC Dispersive SPE Kits (부품 번호 5982-5156)

Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert Column, 30 m x 0.25 mm, 0.25 μm (부품 번호 19091S-433UI)

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-8108EN을 검색하십시오.

AOAC 분석법

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 키트를 이용한 LC/MS/MS 검출로 사과 내 잔류 농약 성분 분석(발행물 5990-3937EN)

소개

이 응용에서는 사과 내 16가지 잔류 농약 성분의 추출 및 cleanup을 위한 QuEChERS(Association of Analytical Communities(AOAC)에서 편찬한 Official Method 2007.01 분석법) 시료 전처리법을 설명합니다.

본 응용법의 사과 내 농약의 정량 한계(LOQ)인 5ng/g는 농약잔류허용기준(MRL)보다 훨씬 낮습니다. 회수 실험의 스파이킹 농도는 10, 50, 200ng/g입니다. 평균 회수율 범위는 76 ~ 117%(평균 95.4%), RSD는 15% 이하(평균 4.3%)입니다.



기기 조건

HPLC 조건

컬럼: Agilent ZORBAX Solvent Saver Plus Eclipse Plus Phenyl-Hexyl, 3.0 x 150 mm, 3.5 μm (부품 번호 959963-312)

유속: 0.3 또는 0.5 mL/min

컬럼 온도: 30 °C

주입량: 10 μL

이동상: A: 5 mM NH₄OAc, pH 5.0 in 20:80 MeOH/H₂O
B: 5 mM NH₄OAc, pH 5.0 in ACN

니들 세척: 1:1:1 ACN:MeOH:IPA:H₂O (0.2% FA)

이동상 변화도:

시간(min)	% B	유속 (mL/min)
0	20	0.3
0.5	20	0.3
8.0	100	0.3
10.0	100	0.3
10.01	20	0.5
12.0	100	0.5
13.0	STOP	

Post run: 4 min

총 주기 시간: 17 min

MS 조건 양이온 모드

가스 온도: 350 °C

가스 유속: 10 L/min

Nebulizer: 40 psi

Capillary: 4,000 V

QuEChERS 절차

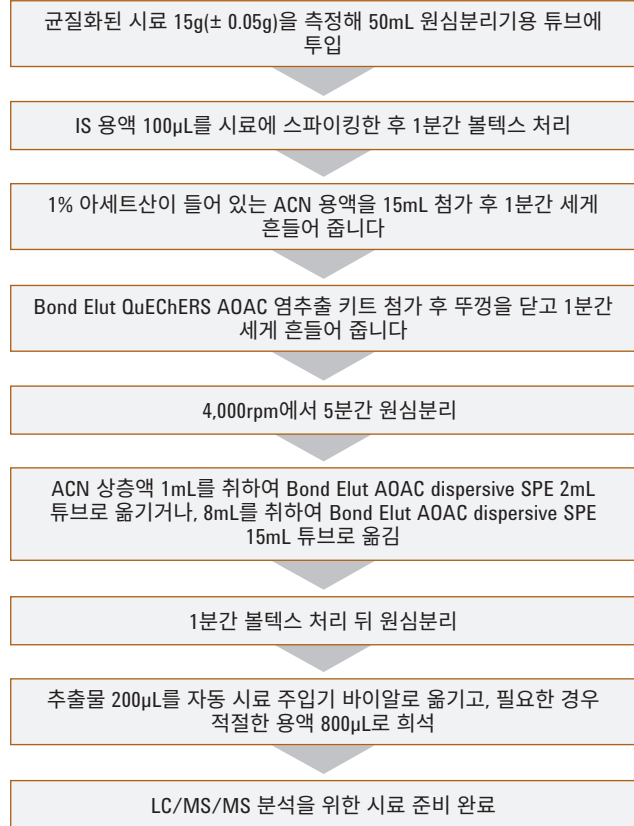


그림 1. 사과 내 농약 분석을 위한 QuEChERS AOAC 시료 전처리 절차

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS Buffered AOAC Extraction Kit (부품 번호 5982-5755)

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC Dispersive SPE Kit for General Fruits and Vegetables (2mL, 부품 번호 5982-5022) 또는 (15mL, 부품 번호 5982-5058)

Agilent ZORBAX Solvent Saver Plus Eclipse Plus Phenyl-Hexyl LC Column, 3.0 x 150 mm, 3.5 μm (부품 번호 959963-312)

결과

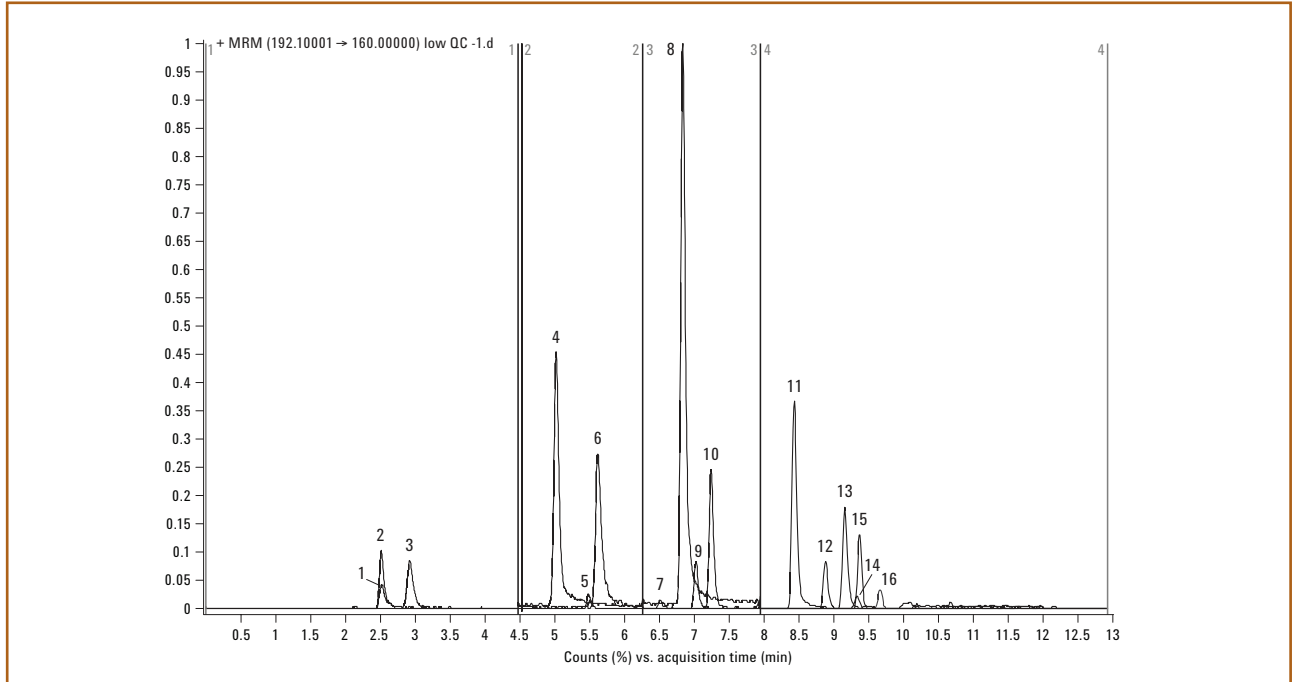


그림 2. 10ng/g 첨가 사과 추출물의 크로마토그램. 피크 ID: 1. Methamidophos, 2. Acephate, 3. Pymetrozine, 4. Carbendazim, 5. Imidacloprid, 6. Thiabendazole, 7. Dichlorvos, 8. Propoxur, 9. Thiophanate methyl, 10. Carbaryl, 11. Ethoprophos, 12. Penconazole, 13. Cyprodinil, 14. Dichlofluanid, 15. Kresoxim methyl, 16. Tolyfluanid.

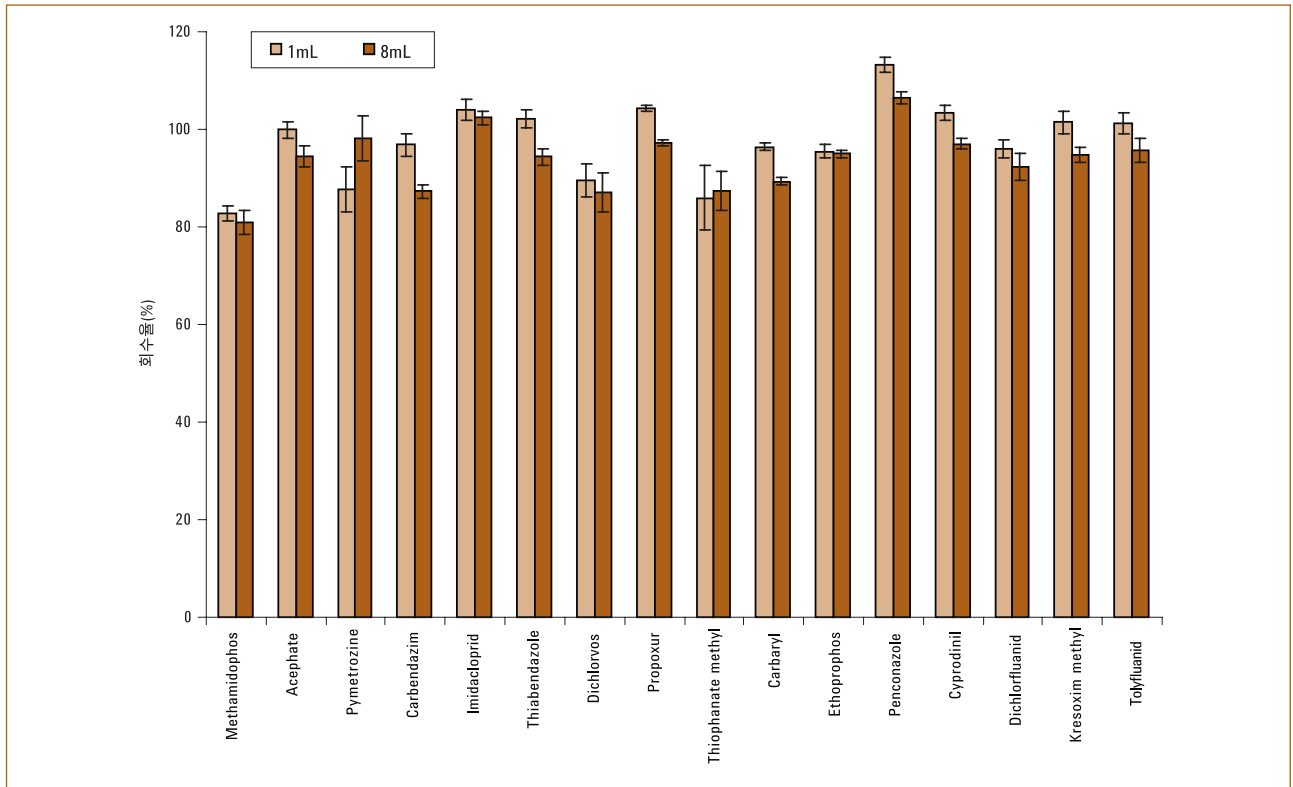


그림 3. 1mL와 8mL 시료량의 dispersive SPE 결과 비교

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-3937EN을 검색하십시오.

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 키트를 이용한 GC/MS 검출로 사과 내 잔류 농약 성분 분석(발행물 5990-4068EN)

소개

이 응용에서는 사과 내 17가지 GC 처리 가능한 다중 (multiple classes)의 잔류 농약 성분을 추출 및 cleanup 하기 위한 QuEChERS 시료 전처리법을 설명합니다. 사과 추출물 내 분석 대상 농약 성분은 시료 전처리 절차 후 가스 크로마토그래피/질량 분석법(GC/MS)의 selective ion monitoring(SIM) 모드로 분석됩니다.

기기 조건

GC 조건

컬럼:	Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert, 30 m x 0.25 mm, 0.25 μm (부품 번호 19091S-433UI)
Autosampler:	Agilent 7683 Automatic Liquid Sampler
Inlet:	Splitless
운반 가스:	헬륨, 일정 압력
머무름 시간(RT) 고정:	Chlorpyrifos-methyl locked to 16.596 min (nominal column head pressure = 22.0 psi)
오븐 온도 program:	70 °C (2 min), 25 °C/min to 150 °C (0 min), 3 °C/min to 200 °C (0 min), 8 °C/min to 280 °C (11.5 min)
주입량:	1.0 μL

MS 조건

Tune file:	Atune.u
모드:	SIM(세부 설정은 응용 자료의 표 2 참조)
Source, quad, transfer line 온도:	각각 230 °C, 150 °C, 280 °C
용매 지연 시간:	3 min
Multiplier 전압:	Autotune 전압

QuEChERS 절차

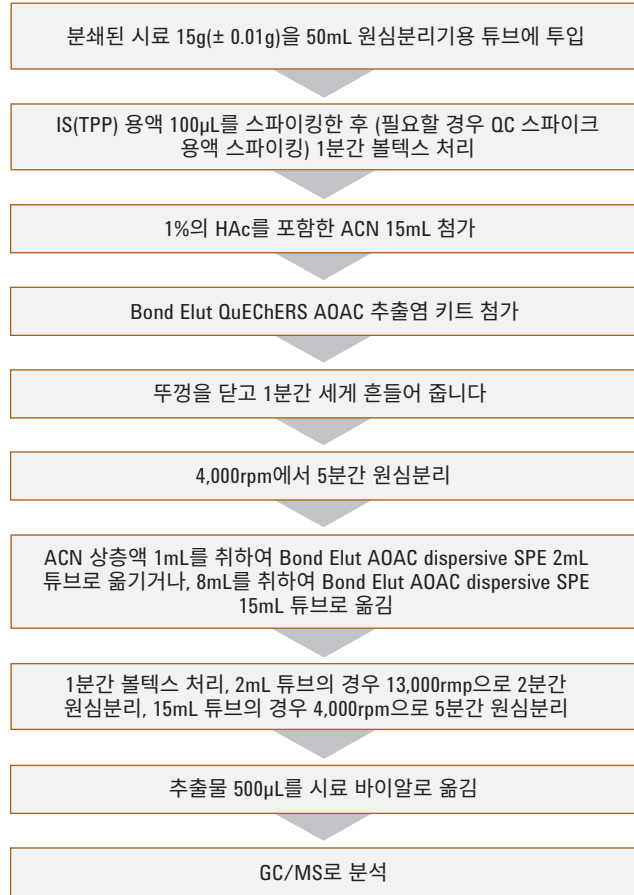


그림 1. 사과 내 잔류 농약 성분 분석을 위한 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 추출 절차

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS Buffered AOAC Extraction Kit (부품 번호 5982-5755)

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC Dispersive SPE Kit for General Fruits and Vegetables (2mL, 부품 번호 5982-5022)
또는 (15mL, 부품 번호 5982-5058)

Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert GC Column, 30 m x 0.25 mm, 0.25 μm (부품 번호 19091S-433UI)

결과

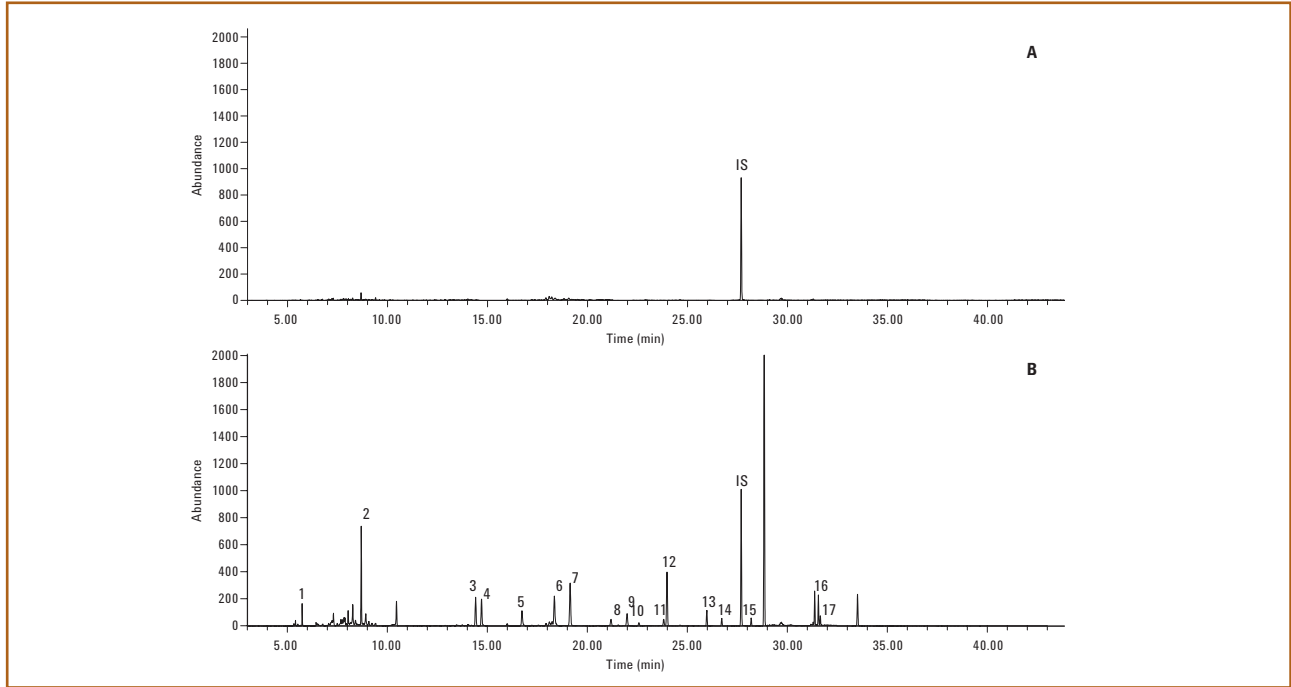


그림 2. 사과 추출물의 GC/MS 크로마토그램. (A) 사과 추출물 바탕시료, (B) 50ng/g 첨가 사과 추출물. 피크 ID: 1. Dichlorvos, 2. *o*-Phenylphenol, 3. Diazinon, 4. Chlorothalonil, 5. Carbaryl, 6. Dichlorfuanid, 7. Dichlorobenzophenone, 8. Folpet, 9. γ -Chlordane, 10. Endosulfan, 11. Dieldrin, 12. DDE, 13. Ethion, 14. Endosulfan sulfate, 15. Endrin ketone, 16. Permethrin, 17. Coumaphos. IS: Triphenyl phosphate (TPP).

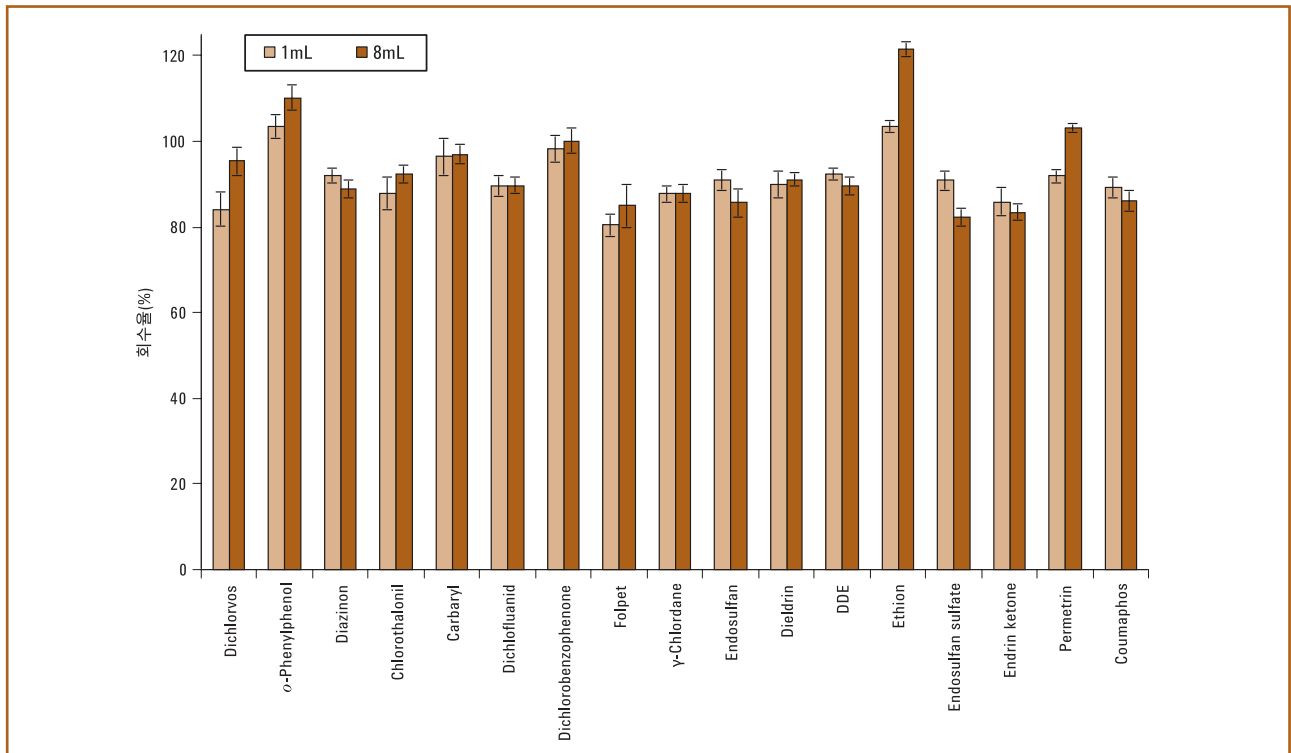


그림 3. Agilent Bond Elut dispersive SPE 2mL 키트와 15mL 키트로 각각 1mL, 8mL 시료를 분석한 회수율 및 정밀도 결과

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-4068EN을 검색하십시오.

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 키트를 이용한 GC/MS 검출로 시금치 내 잔류 농약 성분 분석(발행물 5990-4305EN)

소개

이 응용에서는 시금치 내 18가지 다중의(multiple classes) GC 분석 가능한 농약을 추출 및 cleanup하기 위한 효과적인 QuEChERS AOAC 시료 전처리 방법을 설명합니다. dispersive SPE 내 Graphitized carbon black (GCB)에 의한 평면 구조 농약의 상당량 손실을 해결하기 위해 평면 구조 농약에 톨루엔을 추가하는 수정 방법이 사용되었습니다. 시금치 추출물 내 분석 대상 농약 성분은 시료 전처리 절차 후 가스 크로마토그래피/질량 분석법(GC/MS)의 selective ion monitoring(SIM) 모드로 분석됩니다.

기기 조건

GC 조건

컬럼:	Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert, 15 m x 0.25 mm, 0.25 μ m (부품 번호 19091S-431UI)
Inlet:	Splitless
Inlet liner:	Helix double-taper, deactivated (부품 번호 5188-5398)
운반 가스:	헬륨
주입구 압력:	작동 중에는 19.6 psi(일정 압력 모드), 백플러시 중에는 1.0 psi
Inlet 온도:	250 $^{\circ}$ C
주입량:	1.0 μ L
Split 배출구 퍼지 유속:	30 mL/min at 0.75 min
오븐 온도 프로그램:	70 $^{\circ}$ C (1 min), 50 $^{\circ}$ C/min to 150 $^{\circ}$ C (0 min), 6 $^{\circ}$ C/min to 200 $^{\circ}$ C (0 min), 16 $^{\circ}$ C/min to 280 $^{\circ}$ C (6 min)
Post run:	3 min
Capillary Flow Technology:	Purged Ultimate Union (부품 번호 G3186B) – 분석용 컬럼 및 inlet 백플러시에 사용
Aux EPC 가스:	헬륨 가스가 Purged Ultimate Union 통과
Aux EPC 압력:	작동 중에는 4.0 psi, 백플러시 중에는 80.0 psi
연결:	Between inlet and Purged Ultimate Union (부품 번호 G3186B)
Restrictor:	65 cm x 0.15 mm, 0.15 μ m DB-5ms Ultra Inert
연결:	Purged Ultimate Union과 MSD 사이의 연결

MS 조건

Tune file	Atune.u
작업모드	SIM
Source, quad, transfer line 온도	각각 230 $^{\circ}$ C, 150 $^{\circ}$ C, 280 $^{\circ}$ C
용매 지연 시간	2.30min
Multiplier 전압	Autotune 전압

QuEChERS 절차

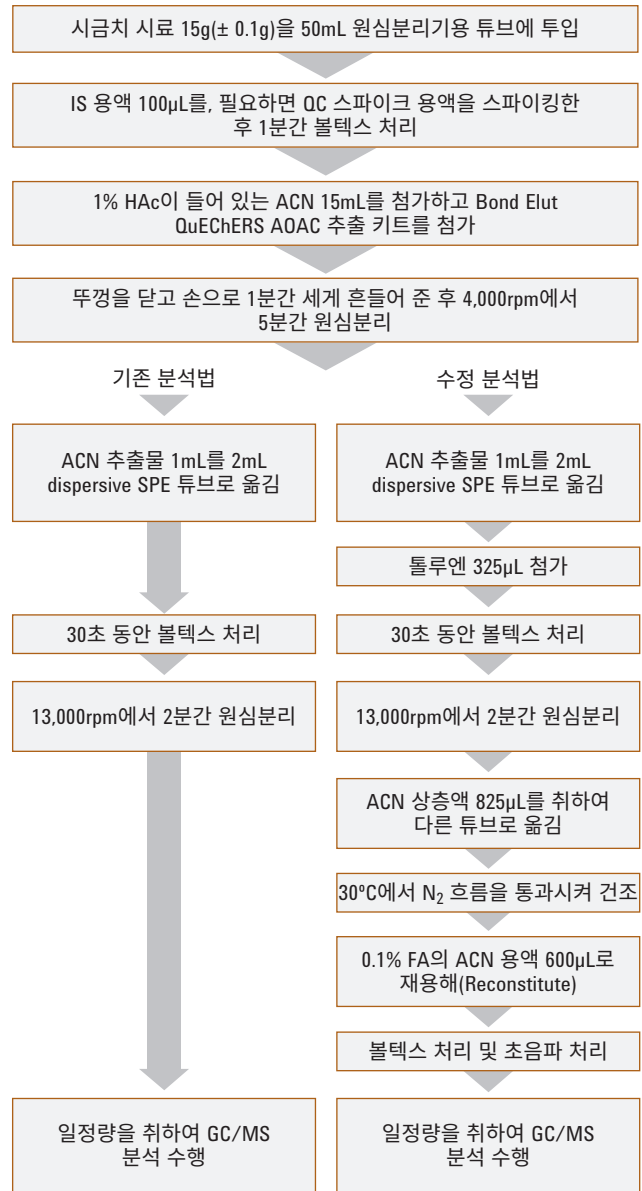


그림 1. 시금치 시료를 위한 QuEChERS AOAC 추출 절차(기존 및 수정 dispersive SPE, 2mL)

결과

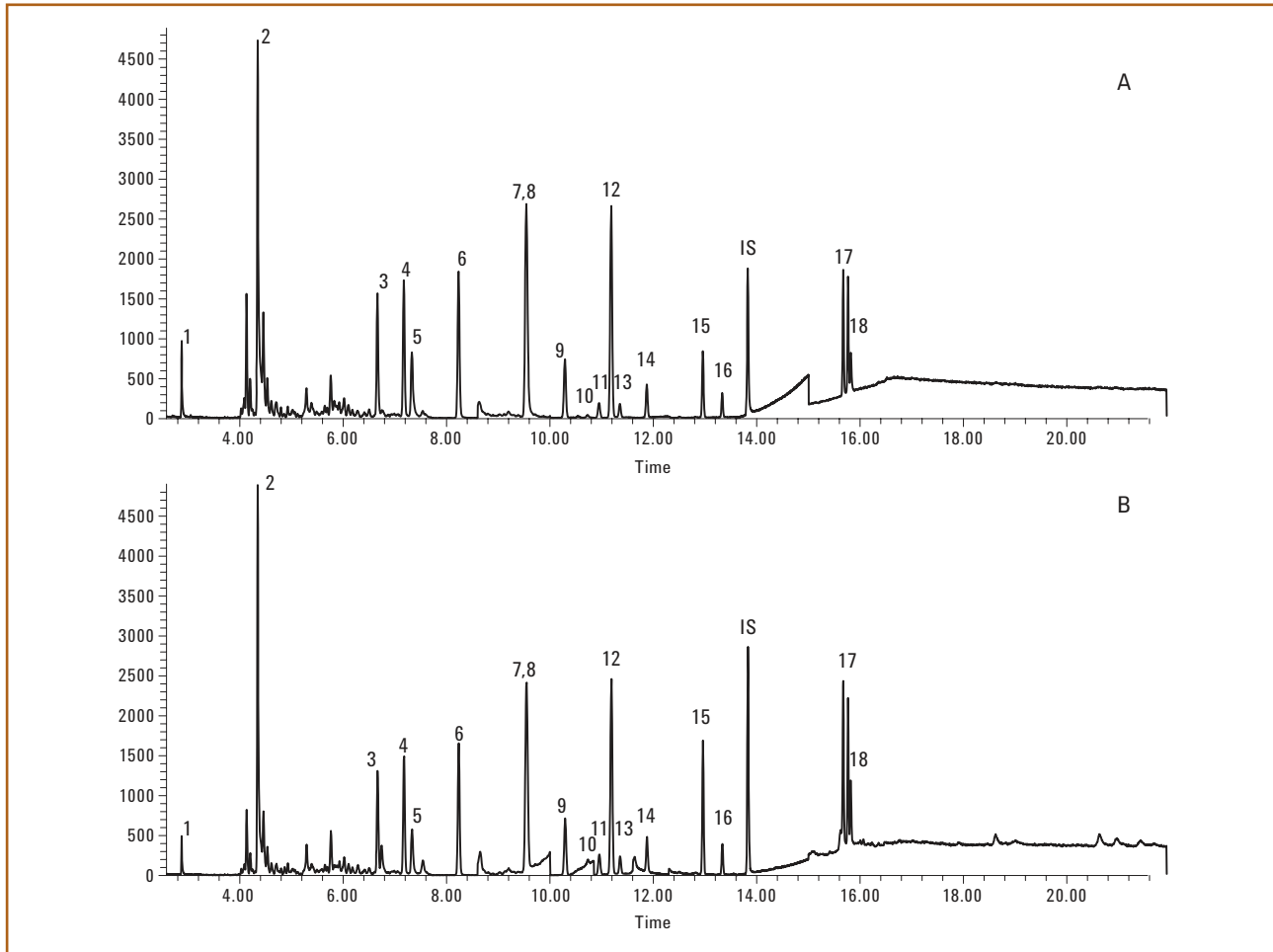


그림 2. dispersive SPE 기준 분석법(A) 및 dispersive SPE 수정 분석법(B)으로 진행된 50ng/g 첨가 시금치 시료 추출물의 GC/MS 크로마토그램. 피크 ID: 1. Dieldrin, 2. o-Phenylphenol, 3. Lindane, 4. Diazinon, 5. Chlorothalonil, 6. Chlorpyrifos methyl, 7. Dichlorobenzophenone, 8. Chlorpyrifos, 9. Heptachlor epoxide, 10. Folpet, 11. α -Chlordane, 12. DDE, 13. γ -Chlordane, 14. Dieldrin, 15. Ethion, 16. Endosulfan sulfate, 17. Permethrin, 18. Coumaphos. IS: 내부 표준물질, TPP.

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS Buffered AOAC Extraction Kit (부품 번호 5982-5755)

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC Dispersive SPE Kit for Pigmented Fruits and Vegetables
(2mL, 부품 번호 5982-5222) 또는 (15mL, 부품 번호 5982-5258)

Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert GC Column, 15 m x 0.25 mm, 0.25 μ m (부품 번호 19091S-431UI)

표 1. AOAC dispersive SPE를 사용한 시금치 LC/MS/MS 분석 결과(시료량 1mL, 2mL 튜브)

농약	Low QC (10 ng/g)		Mid QC (50 ng/g)		High QC (200 ng/g)	
	회수율	RSD	회수율	RSD	회수율	RSD
Dichlorvos	94.0	3.0	91.7	10.5	80.9	4.6
o-Phenylphenol	95.0	2.2	92.0	7.9	78.7	3.8
Lindane	83.7	3.1	93.9	12.2	91.8	3.3
Diazinon	97.3	4.3	95.6	9.9	91.8	3.3
Chlorothalonil*	47.5	6.8	44.9	6.6	49.4	4.3
Chlorpyrifos methyl	74.1	4.6	71.7	4.5	72.2	5.8
Dichlorobenzo phenone*	97.5	7.6	66.8	3.9	68.8	6.8
Chlorpyrifos	88.3	3.0	79.6	3.5	77.0	3.5
Heptachlor epoxide	74.9	1.9	81.6	11.7	78.2	3.9
Folpet*	NA	NA	98.8	6.0	77.7	6.7
γ-Chlordane	106.0	4.9	112.2	3.3	93.6	5.3
DDE	80.3	2.2	86.8	9.6	75.4	3.5
α-Chlordane	107.6	4.2	108.4	3.5	91.6	3.7
Dieldrin	99.7	2.6	93.7	9.6	78.9	3.4
Ethion	91.4	3.4	100.0	5.0	107.4	7.6
Endosulfan sulfate	93.7	4.8	97.3	8.8	89.8	4.3
Permethrin	84.7	5.7	74.8	9.9	84.6	6.0
Coumaphos*	98.4	5.5	84.2	9.5	81.2	3.2

*dispersive SPE 수정 분석법의 결과



이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-4305EN을 검색하십시오.

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 키트를 이용한 LC/MS/MS 검출로 시금치 내 잔류 농약 성분 분석(발행물 5990-4248EN)

소개

이 응용에서는 시금치 내 13가지 다양한 종(class)의 잔류 농약 성분을 추출 및 cleanup하기 위한 효과적인 QuEChERS AOAC 시료 전처리 방법을 설명합니다. dispersive SPE 내 Graphitized carbon black (GCB)에 의한 평면 구조 농약의 상당량 손실을 해결하기 위해 평면 구조 농약에 톨루엔을 추가하는 수정 방법이 사용되었습니다. 기존 및 수정 dispersive SPE의 조합은 모든 분석 대상 물질의 회수율 및 재현성 관점에서 증명되었습니다.

기기 조건

HPLC 조건

컬럼:	Agilent ZORBAX Solvent Saver Eclipse Plus Phenyl-Hexyl, 3.0 x 150 mm, 3.5 μ m (부품 번호 959963-312)		
유속:	0.3 또는 0.5 mL/min		
컬럼 온도:	30 °C		
주입량:	10 μ L		
이동상:	A: 5 mM NH ₄ OAc, pH 5.0 in 20:80 MeOH/H ₂ O B: 5 mM NH ₄ OAc, pH 5.0 in ACN		
니들 세척:	1:1:1 ACN:MeOH:Isopropyl alcohol (IPA):H ₂ O w/0.2% FA		
이동상 변화도:	시간 (min)	% B	유속 (mL/min)
	0	20	0.3
	0.5	20	0.3
	8.0	100	0.3
	10.0	100	0.3
	10.01	20	0.5
	13.0	STOP	
Post run:	4 min		
총 주기 시간:	17 min		

MS 조건 양이온 모드

가스 온도:	350 °C
가스 유속:	10 L/min
Nebulizer:	40 psi
Capillary:	4,000 V

QuEChERS 절차

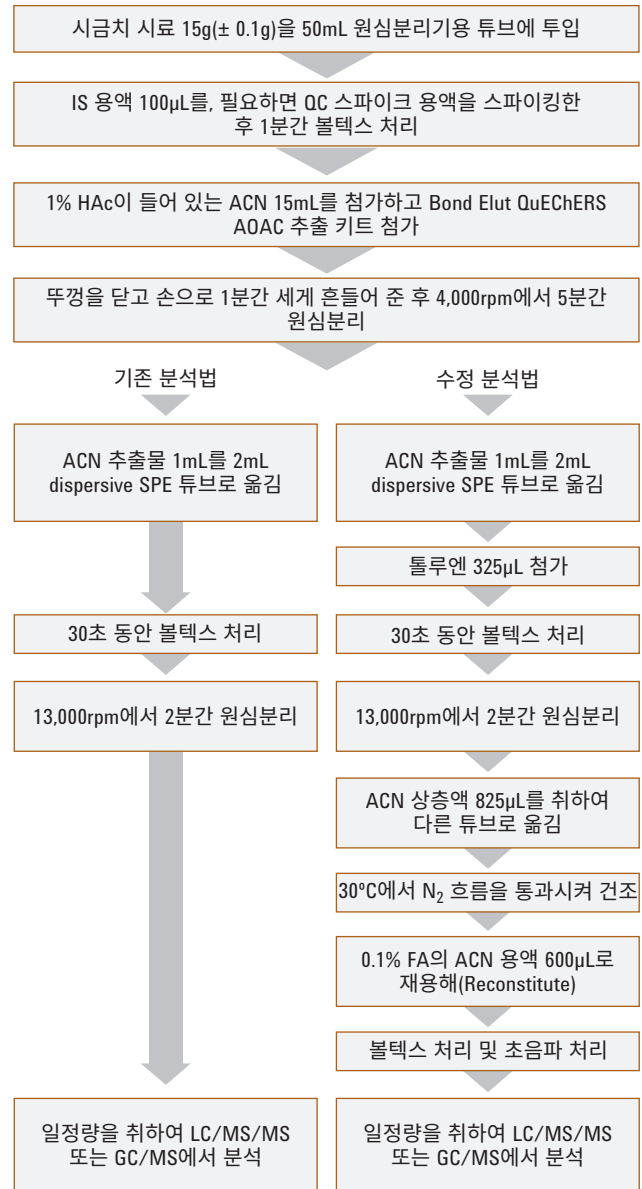


그림 1. 시금치 시료를 위한 QuEChERS AOAC 추출 절차(기존 및 수정 dispersive SPE, 2mL)

결과

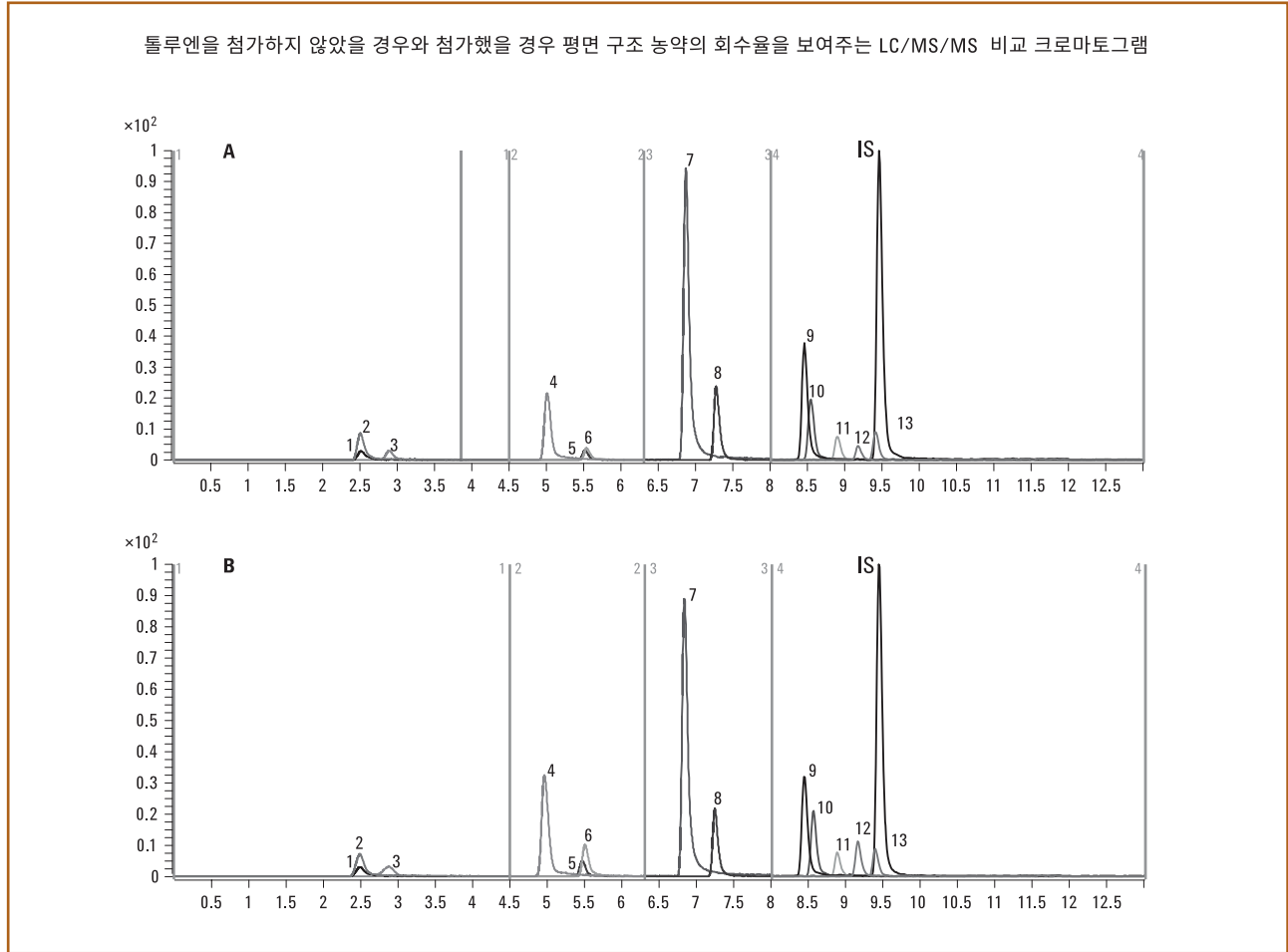


그림 2. dispersive SPE 기준 분석법(A) 및 dispersive SPE 수정 분석법(B)으로 진행된 50ng/g 첨가 시금치 시료 추출물의 LC/MS/MS 크로마토그램. 피크 ID: 1. Methamidophos, 2. Acephate, 3. Pymetrozine, 4. Carbenfendazim, 5. Imidacloprid, 6. Thiabendazole, 7. Propoxur, 8. Carbaryl, 9. Ethoprophos, 10. Imazalil, 11. Penconazole, 12. Cyprodinil, 13. Kresoxim methyl, IS: 내부 표준물질, TPP.

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS Buffered AOAC Extraction Kit (부품 번호 5982-5755)

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC Dispersive SPE Kit for Pigmented Fruits and Vegetables
(2mL, 부품 번호 5982-5222) 또는 (15mL, 부품 번호 5982-5258)

Agilent ZORBAX Solvent Saver Plus Eclipse Plus Phenyl-Hexyl LC Column, 3.0 x 150 mm, 3.5 μm
(부품 번호 959963-312)

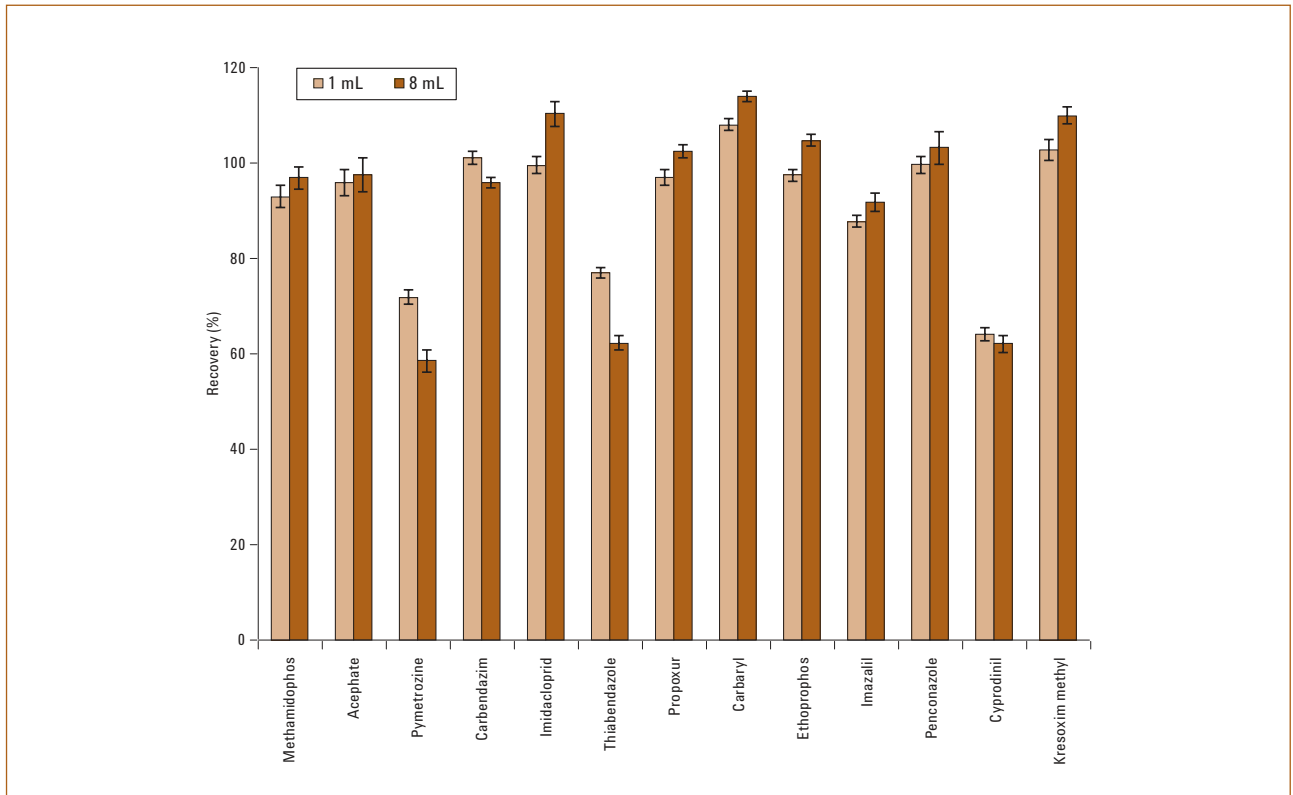


그림 3. 1mL의 dispersive SPE와 8mL dispersive SPE의 회수율 및 정밀성 결과 비교



이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-4248EN을 검색하십시오.

톨루엔과 Graphitized carbon이 들어 있는 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 키트를 이용한 시금치 중 평면구조 농약 회수율의 최적화(발행물 5990-4247EN)

소개

이 응용에서는 색소가 다량 함유된 과일 및 채소를 위한 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 키트를 이용해 시금치 내 농약을 분석할 때 분산 고체상 추출(SPE) 단계에서 톨루엔의 첨가가 어떤 영향을 미치는지를 설명하고 있습니다. AOAC 수정 분석법을 통해 8가지 문제 농약의 회수율에 뚜렷한 영향을 미쳤습니다(50%에서 300%로 상승, < 10% RSD). 이 분석법은 GC/MS 및 LC/MS/MS를 이용해 색소가 다량 함유된 식품의 까다로운 농약 성분을 밝히는 대안적인 추출 절차를 포함하고 있습니다.

QuEChERS 절차

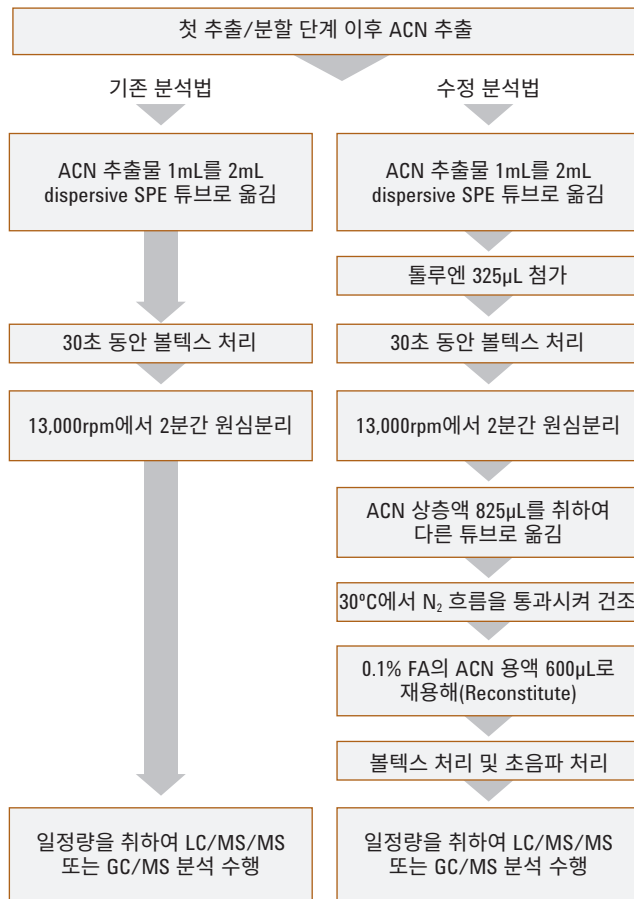


그림 1. dispersive SPE 절차의 기존 분석법(톨루엔 무첨가) 및 수정 분석법(톨루엔 첨가)

기기 조건

HPLC 조건

컬럼:	Agilent ZORBAX Solvent Saver Plus Eclipse Plus Phenyl-Hexyl, 3.0 x 150 mm, 3.5 µm (부품 번호 959963-312)		
유속:	0.3 또는 0.5 mL/min		
컬럼 온도:	30 °C		
주입량:	10 µL		
이동상:	A: 5 mM ammonium acetate, pH 5.0 in 20:80 MeOH/H ₂ O B: 5 mM ammonium acetate, pH 5.0 in ACN		
니들 세척:	1:1:1:1 ACN/MeOH/IPA/H ₂ O w/0.2% FA		
이동상 변화도:	시간(min)	% B	유속 (mL/min)
	0	20	0.3
	0.5	20	0.3
	8.0	100	0.3
	10.0	100	0.3
	10.01	20	0.5
	13.0	STOP	
Post run:	4 min		
총 주기 시간:	17 min		

GC 조건

컬럼:	Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert GC, 15 m x 0.25 mm, 0.25 µm (부품 번호 19091S-431UI)
Inlet:	Splitless
Inlet liner:	Helix double-taper, deactivated (부품 번호 5188-5398)
운반 가스:	헬륨
Inlet 압력:	작동 중에는 19.6 psi (일정 압력 모드), 백플러시 중에는 1.0 psi
Inlet 온도:	250 °C
주입량:	1.0 µL
Split 배출구 퍼지 유속:	30 mL/min at 0.75 min
오븐 온도 프로그램:	70 °C (1 min), 50 °C/min to 150 °C (0 min), 6 °C/min to 200 °C (0 min), 16 °C/min to 280 °C (6 min)
Post run:	3 min
Capillary Flow Technology:	Purged Ultimate Union (부품 번호 G3186B) – 분석용 컬럼 및 inlet 백플러시에 사용
Aux EPC 가스:	헬륨 가스가 Purged Ultimate Union 통과
Aux EPC 압력:	작동 중에는 4.0 psi, 백플러시 중에는 80.0 psi
연결:	Between inlet and Purged Ultimate Union (부품 번호 G3186B)
Restrictor:	65 cm x 0.15 mm, 0.15 µm DB-5ms Ultra Inert
연결:	Purged Ultimate Union과 MSD 사이의 연결

결과

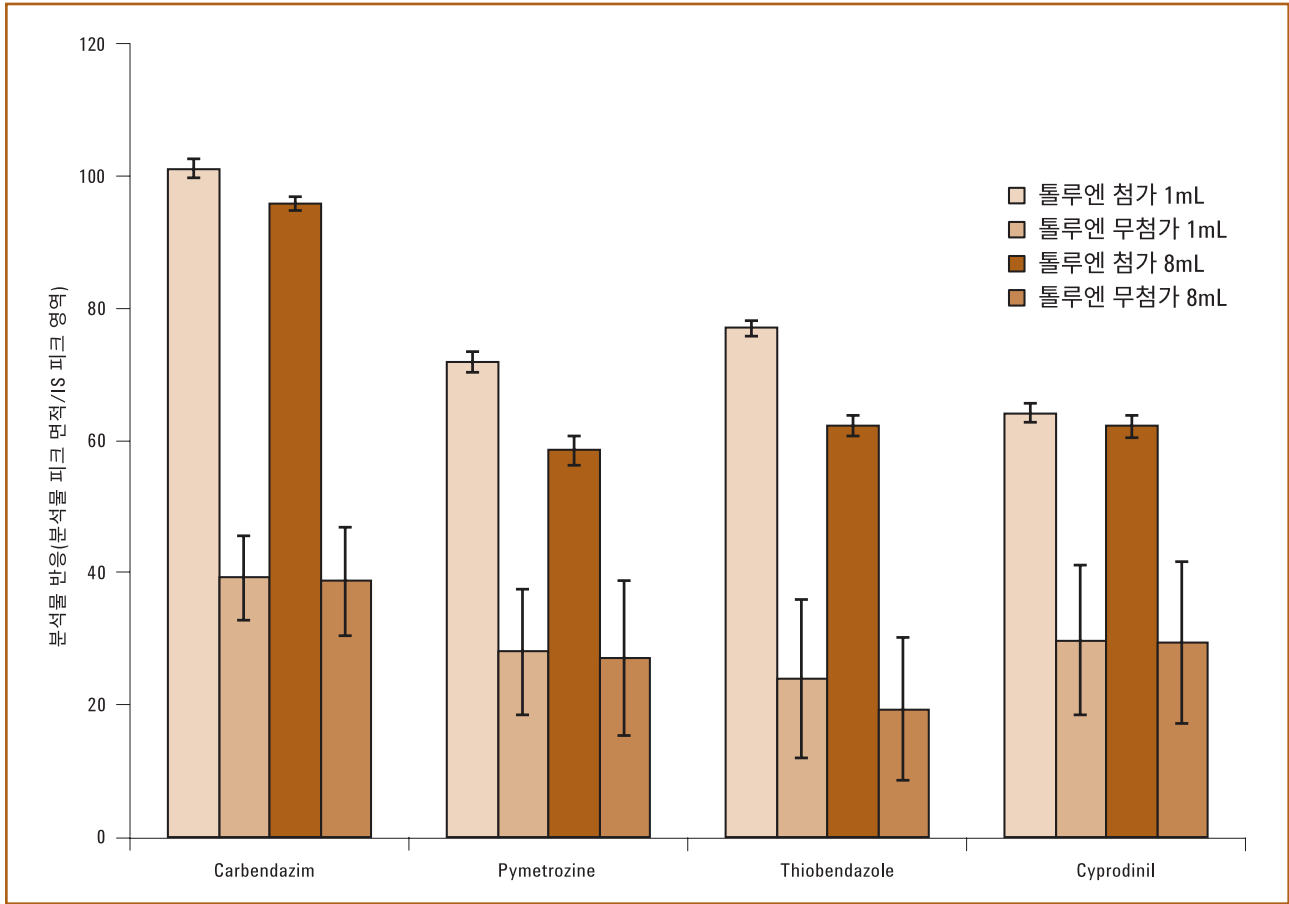


그림 2. dispersive SPE의 수정 분석법(톨루엔 첨가)과 기존 분석법(톨루엔 무첨가)에서 시료를 각각 1mL, 8mL 주입했을 때의 결과 비교

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS Buffered AOAC Extraction Kit (부품 번호 5982-5755)

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC Dispersive SPE Kit for Pigmented Fruits and Vegetables (2mL, 부품 번호 5982-5222)
또는 (15mL, 부품 번호 5982-5258)

Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert GC Column, 15 m x 0.25 mm x 0.25 μm (부품 번호 19091S-431UI)

Agilent ZORBAX Solvent Saver Plus Eclipse Plus Phenyl-Hexyl LC Column, 3.0 x 150 mm, 3.5 μm (부품 번호 959963-312)

표 1. 톨루엔을 첨가한 수정 dispersive SPE cleanup을 이용했을 때 일부 농약에 끼치는 영향

분석물	기존 분석법(톨루엔 무첨가)		수정 분석법(톨루엔 첨가)		수정 분석법의 영향	검출 방법
	회수율	RSD (n=6)	회수율	RSD (n=6)		
Carbendazim	38.9	14.6	98.5	2.5	Positive	LC/MS/MS
Thiabendazole	21.8	19.7	69.7	2.7	Positive	LC/MS/MS
Pymetrozine	27.6	21.2	65.2	3.7	Positive	LC/MS/MS
Cyprodinil	29.6	23.4	63.1	3.2	Positive	LC/MS/MS
Chlorthalonil	21.1	16.4	47.3	5.9	Positive	GC/MS
Coumaphos	30.1	24.0	87.9	6.1	Positive	GC/MS
Dichlorobenzophenone	53.7	4.5	77.7	6.1	Positive	GC/MS
Folpet	62.0	14.6	88.2	6.3	Positive	GC/MS
Dichlorvos	88.8	6.0	20.4	89.8	Greatly negative	GC/MS
o-Phenylphenol	88.6	4.6	73.7	7.4	Slightly negative	GC/MS
Diazinon	94.9	5.9	81.3	4.0	Slightly negative	GC/MS
Chlordane	103.9	4.5	101.3	4.5	None	GC/MS
Permethrin	81.4	7.2	83.3	5.1	None	GC/MS
Acephate	95.5	5.6	99.8	4.7	None	LC/MS/MS
Carbaryl	108.0	2.5	109.1	1.9	None	LC/MS/MS
Propoxur	97.0	3.19	6.7	2.5	None	LC/MS/MS



이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-4247EN을 검색하십시오.

Agilent 1290 Infinity LC와 Agilent 6460 Triple Quadrupole LC/MS를 이용한 UHPLC/MS/MS 검출로 이유식 내 농약 측정(발행물 5990-5028EN)

소개

이 응용에서는 EC Regulation 396/2005에서 규정한 농약잔류허용기준(MRL) 이하(과일 또는 채소에서 10µg/kg)로 존재하는 이유식 내 40가지 농약을 추출 및 cleanup하기 위한 QuEChERS 시료 전처리 방법을 설명합니다. UHPLC와 triple quadrupole MS를 이용한 이유식 시료 내 극미량 수준 농약에 대한 정성분석과 정량분석 방법에 대해 설명할 것입니다.

이 분석법 및 추출 작업은 재현성, 직선성, 감도 등의 관점에서 평가되었으며 dispersive SPE cleanup의 영향에 대한 연구도 추가로 진행되었습니다. 검출 한계는 500 ~ 10ng/kg(ppb)로, 이는 EU에서 규정한 MRL인 10µg/kg(ppb) 보다 훨씬 낮은 수치입니다.

기기 조건

분석법 파라미터

컬럼:	Agilent ZORBAX Eclipse Plus RRHD C18, 2.1 x 150 mm, 1.8 µm	
이동상:	A: 0.05% (w/v) Ammonium formate + 0.01% (v/v) Formic acid in water B: Methanol	
유속:	0.5 mL/min	
이동상 변화도:	시간 (min)	% B
	0 to 5	10 to 65
	5 to 6.5	65 to 95
	6.5 to 8.5	95
	8.5 to 10	10
온도:	45 °C	
주입:	2 µL, 니들 세척 (flushport, 5 s, water/methanol 1/1)	
검출:	MS/MS	
이온화:	전자스프레이, 양이온화	

Jet Stream Proteomics

건조 가스 온도:	250 °C
건조 가스 유속:	10 L/min
Nebulizer 압력:	30 psig
Sheath 가스 온도:	340 °C
Sheath 가스 유속:	11 L/min
캐필러리 전압:	4500 V
노즐 전압:	500 V

수집

Dynamic MRM	응용 자료의 표 1 참조
Delta EMV:	50
주기 시간:	200 ms

QuEChERS 절차

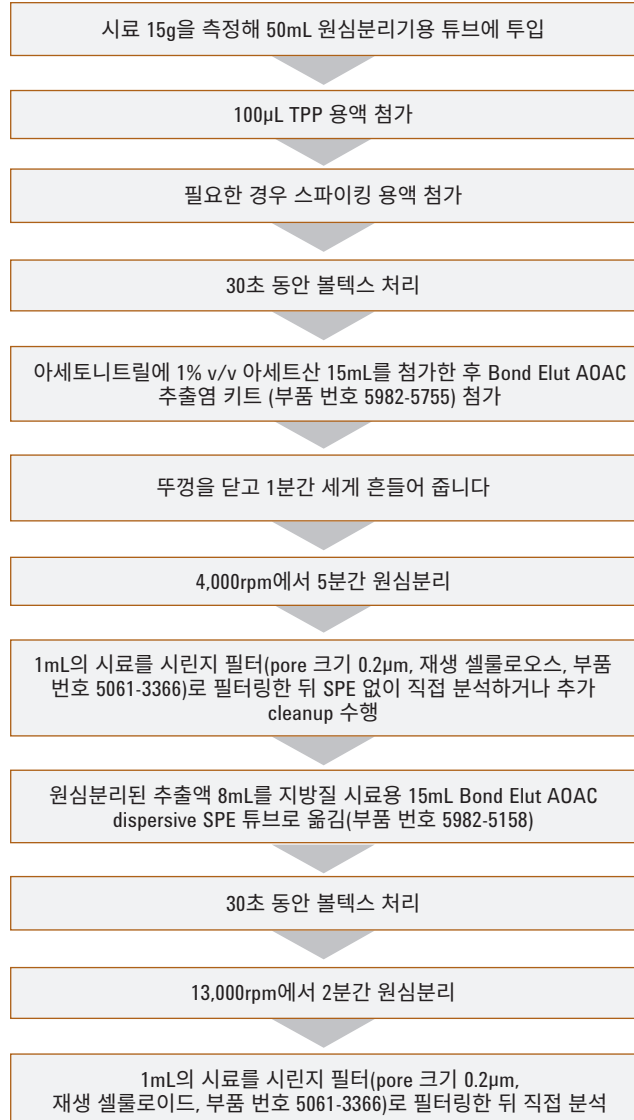


그림 1. 이유식 내 잔류 농약 성분 분석을 위한 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 추출 절차

결과

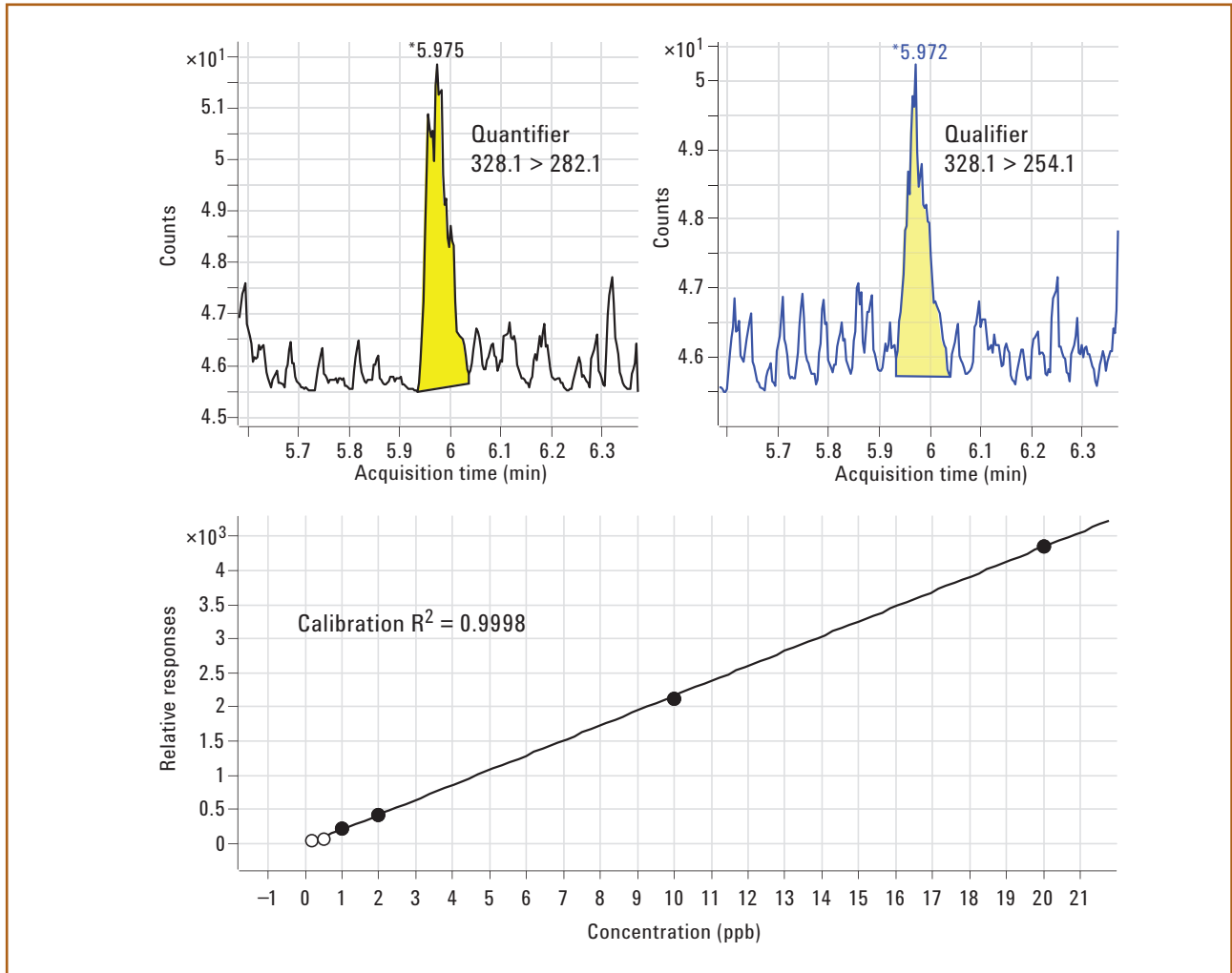


그림 2. LOD(0.5ppb 표준 용액)에서 2회 transition의 이온 유동을 나타내는 크로마토그램 및 이유식 내 fluazifop에 대한 검량선



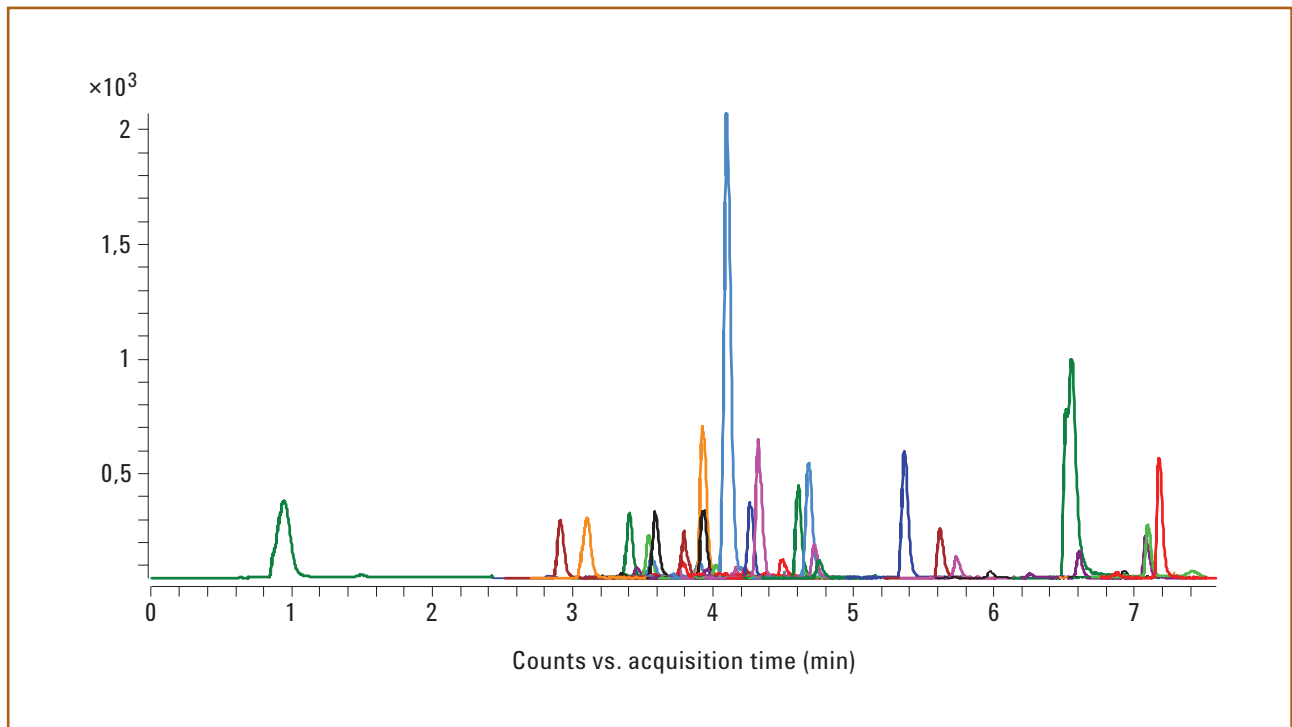


그림 3. 1Ppb 농도로 스파이킹된 이유식 시료 2 추출물의 MRM 결과(quantifier transition만 표시됨). 시료에 dispersive SPE 처리를 수행하지 않으며 내부 표준물질의 transition은 여기에 표시되지 않습니다.

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS Buffered AOAC Extraction Kit (부품 번호 5982-5755)

Agilent Bond Elut AOAC Dispersive SPE Tube for Fatty Samples (부품 번호 5982-5158)

Agilent ZORBAX Eclipse Plus RRHD C18 Column, 2.1 x 150 mm, 1.8 μm (부품 번호 959759-902)

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-5028EN을 검색하십시오.

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 키트 및 HPLC-FLD를 이용한 닭 근육 내 설폰아미드 잔여물 측정(발행물 5990-5395EN)

소개

이 응용에서는 fluorescamine을 이용한 컬럼 전 유도체화 후 HPLC-FLD로 닭 근육 내의 설폰아미드 약물을 검출하기 위한 QuEChERS 시료 전처리법을 설명합니다. 회수율은 76.8 ~ 95.2%이며, HPLC-Fluorescence detection(FLD) 분석법은 9종의 설폰아미드 검출을 위한 방법으로 개발 및 인증되었습니다.

이 분석은 binary 펌프가 설치되고 형광 검출기(FLD)가 $\lambda_{ex} = 405\text{nm}$, $\lambda_{em} = 495\text{nm}$ 로 설정된 Agilent 1200 Infinity 시리즈 기기를 이용해 수행되었습니다. 화합물 분리는 Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 컬럼에서 완수되었으며 데이터 처리는 HPLC 2D ChemStation Software에서 진행되었습니다.

기기 조건

HPLC 조건

컬럼:	Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18, 4.6 × 75 mm, 3.5 μm	
유속:	1 mL/min	
컬럼 온도:	25 °C	
주입량:	5 μL	
이동상:	A: 0.05 M Sodium acetate pH 4.5 B: MeOH	
이동상 변화도:	시간(min)	% B
	0	35
	35	41
	50	55
검출:	Ex = 405 nm Em = 495 nm	

QuEChERS 절차

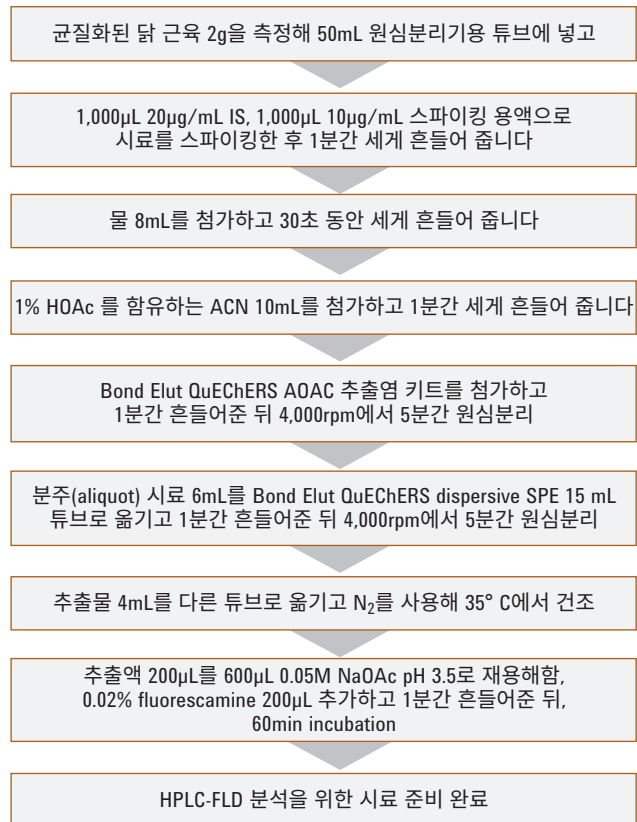


그림 1. 닭 근육 내 설폰아미드 분석을 위한 QuEChERS AOAC 시료 전처리 절차

결과

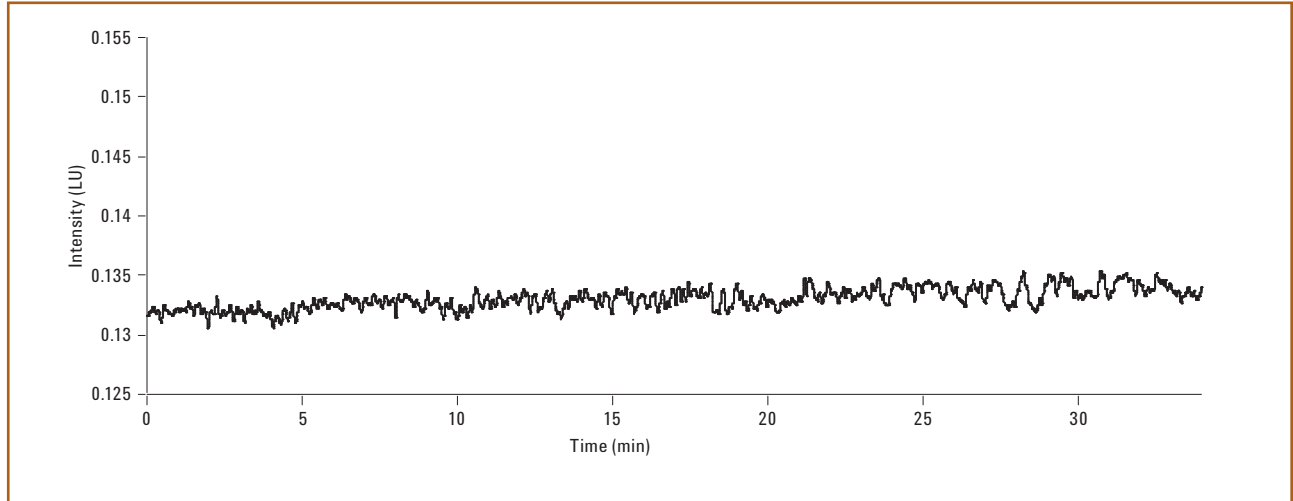


그림 2. 닭 근육 추출물 바탕시료의 크로마토그램

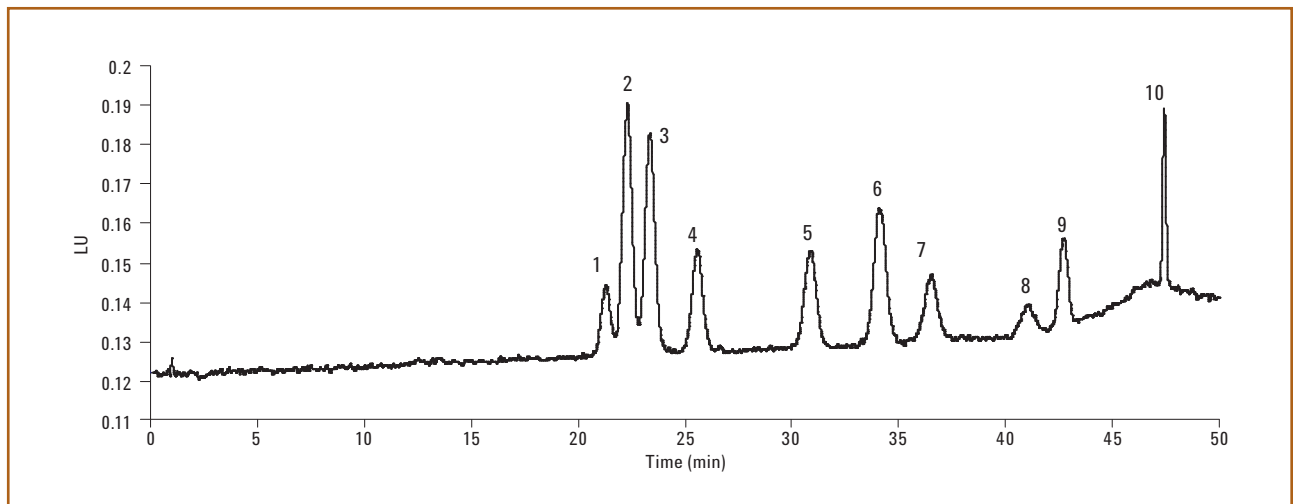


그림 3. 50ng/g 농도로 스파이킹된 닭 근육 추출물 크로마토그램: 1. Sulfadiazine ; 2. Sulfathiazole; 3. Sulfapyridine (IS); 4. Sulfamerazine; 5. Sulfamethazine; 6. Sulfamethizole; 7. Sulfamethoxyipyridazine; 8. Sulfachloropyridazine; 9. Sulfamethoxazole; 10. Sulfadimethoxine.

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS Buffered AOAC Extraction Kit (부품 번호 5982-5755)

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC Dispersive SPE Kit (부품 번호 5982-5158)

Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 Column, 4.6 x 75 mm, 3.5 μ m (부품 번호 959933-902)

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-5395EN을 검색하십시오.

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 키트와 HPLC-FLD를 이용한 어류 내 다환방향족탄화수소 분석(발행물 5990-5441EN)

소개

이 응용에서는 생선살에 함유된 16가지 다환방향족탄화수소(PAH)의 검출을 위한 QuEChERS AOAC 시료 전처리법을 설명합니다. 3개 첨가 농도에서의 분석물 회수율 범위는 83.4 ~ 101%, 상대 표준 편차의 범위는 0.6 ~ 1.9%입니다.

이 분석은 binary 펌프와 형광 검출기(FLD)가 설치된 Agilent 1200 Infinity 시리즈 기기를 이용해 수행되었으며, 데이터는 HPLC 2D ChemStation 소프트웨어에서 처리되었습니다. 이 분석법은 탁월한 정밀성과 높은 회수율을 달성하였으며, 실제 PAH 시료의 품질관리 테스트에 매우 적합합니다.

기기 조건

HPLC 조건

컬럼: Agilent ZORBAX Eclipse PAH C18, 4.6 × 50 mm, 1.8 μm

유속: 0.8 mL/min

컬럼 온도: 18 °C

주입량: 5 μL

이동상: A: Deionized H₂O
B: CH₃CN

이동상 변화도:	시간(min)	% B
	0	60
	1.5	60
	7	90
	13	100

검출: 230nm(Acy)의 UV, 변화하는 형광 들뜸(Ex) 파장 및 방출(Em) 파장

파장:

시간(min)	Ex/Em 파장(nm)	검출된 PAH
0 - 5(질은 푸른색)	260/352	Nap, Ace, Flu, Phe, Chr
0 - 14(적색)	260/420	Ant, Pyr, BeP, DahA, BghiP
0 - 14(열은 푸른색)	260/460	Flu, 1,2-BaA, BeA, BkF, InP

QuEChERS 절차

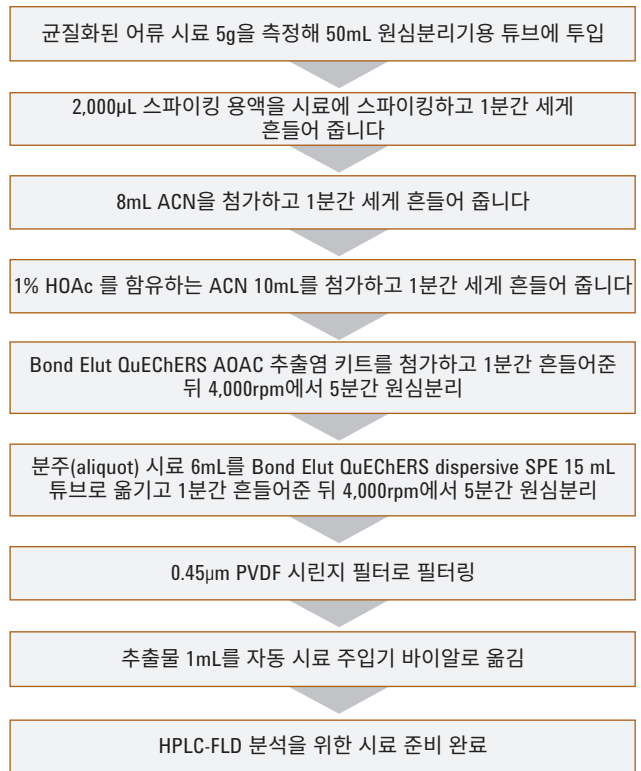


그림 1. 어류 내 PAH 분석을 위한 QuEChERS AOAC 시료 전처리 절차

결과

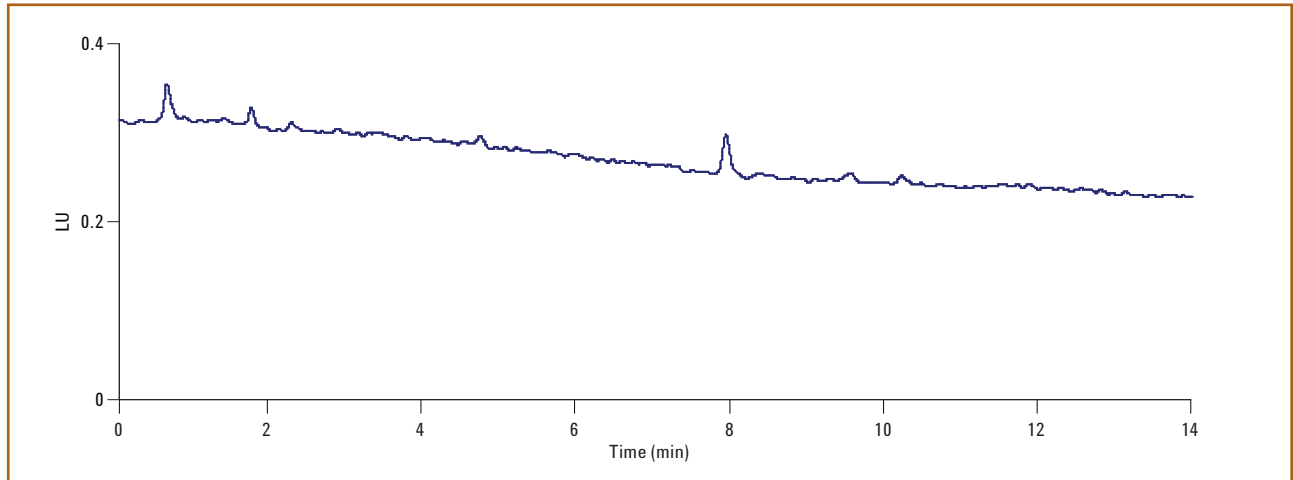


그림 2. 어류 추출물 바탕시료의 크로마토그램. 크로마토그래피 조건은 응용 자료의 표 1에서 확인 가능합니다. Baseline 크로마토그램의 들뜸/방출 파장은 260-nm/352-nm을 사용하였으며 기타 들뜸/방출 파장 조건에서는 간섭이 나타나지 않았습니다.

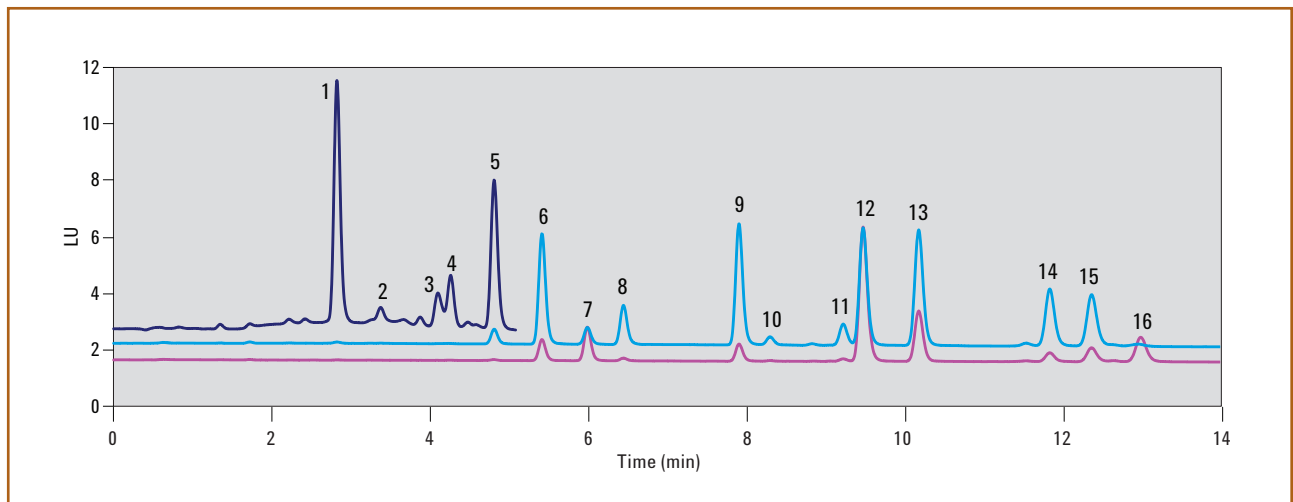


그림 3. 다음을 함유하는 스파이킹된 어류 시료의 중첩 HPLC - FLD 크로마토그램. 1. Nap; 2. Acy; 3. Ace; 4. Flu; 5. Phe; 6. Ant; 7. Fln; 8. Pyr; 9. BaA; 10. Chr; 11. BeP; 12. BeA; 13. BkF; 14. DahA; 15. BghiP; 16. InP. 이 시료의 스파이킹 농도는 레벨 1입니다(응용 자료의 표 3 참조). 크로마토그램의 푸른색 부분의 들뜸/방출 파장은 260-nm/352-nm; 붉은색 부분의 들뜸/방출 파장은 260-nm/420-nm; 옅은 푸른색 부분의 들뜸/방출 파장은 260-nm/440-nm입니다. Acenaphthylene의 경우, 230-nm의 자외선 검출이 사용됩니다.

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS Buffered AOAC Extraction Kit (부품 번호 5982-5755)

Agilent Bond Elut AOAC Fatty Dispersive SPE Kit (15mL) (부품 번호 5982-5158)

Agilent ZORBAX Eclipse PAH C18 Column, 4.6 × 50 mm, 1.8 μm (부품 번호 959941-918)

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-5441EN을 검색하십시오.

Agilent Bond Elut QuEChERS 및 LC/MS/MS를 이용한 감자 튀김 내 아크릴아미드 분석(발행물 5990-5940EN)

소개

이 응용에서는 검출 기법으로 LC/MS/MS를, 내부 표준물질로 $^{13}\text{C}_3$ -acrylamide를 이용해 감자 튀김 내 아크릴아미드를 분석하는 QuEChERS 아크릴아미드 추출 단계와 AOAC dSPE cleanup 시료 전처리법을 설명합니다. 아크릴아미드의 회수율은 97 ~ 116%입니다. 이 분석에는 Agilent 1200 Infinity LC 시리즈 기기와 Agilent 6460 Triple Quadrupole LC/MS 시스템이 사용되었습니다.

아크릴아미드 추출 및 cleanup을 위한 Agilent Bond Elut QuEChERS에 기반하여 개발한 빠르고 간편한 LC/MS/MS 분석법은 높은 추출률과 탁월한 정밀성을 제공합니다.

기기 조건

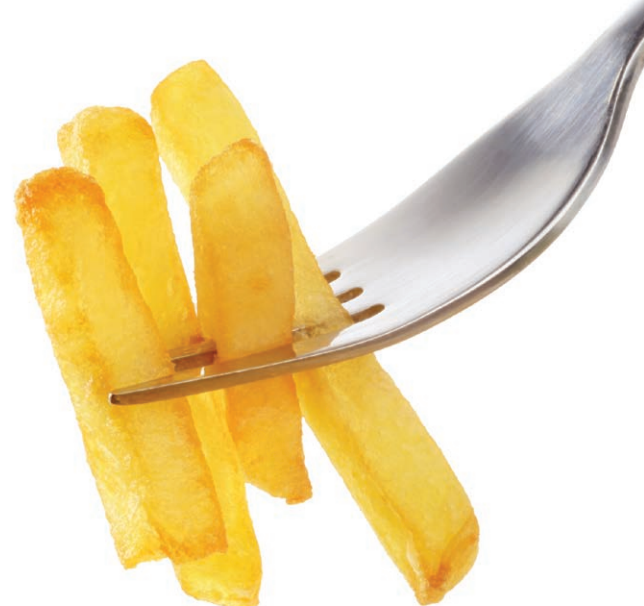
LC/MS/MS 조건

컬럼:	Reversed C18, 2.1 × 150 mm, 3 μm
컬럼 온도:	30 °C
등용매 모드(%B):	2.5% Methanol/97.5% of 0.1% Formic acid
유속:	0.2 mL/min
주입량:	10 μL
분석 시간:	7 min
Post run 시간:	3 min
질량 분석기:	Positive electrospray ionization mode with jet stream technology
캐필러리 전압:	4,000
노즐 전압:	500 V
Sheath 가스 온도:	325 °C at 5 L/min
건조 가스 온도:	350 °C at 11 L/min

QuEChERS 절차



그림 1. 감자 튀김 내 아크릴아미드 분석을 위한 QuEChERS 시료 전처리 절차



결과

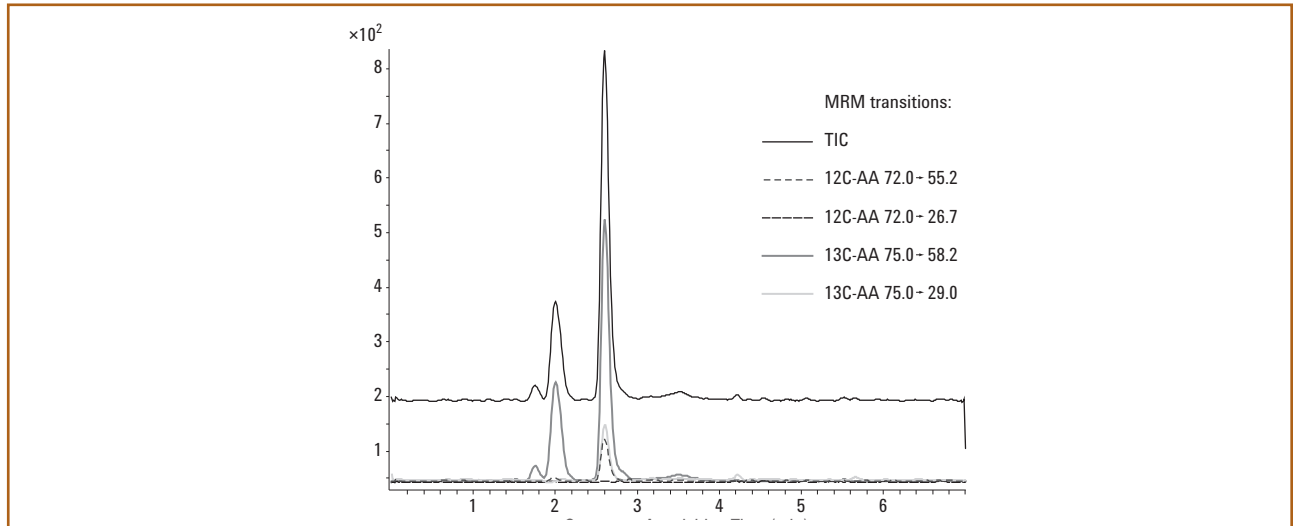


그림 2. 10ng/mL 아크릴아미드 표준품 및 500ng/mL 내부 표준물질 $^{13}\text{C}_3$ -acrylamide의 크로마토그램

표 1. 스파이킹된 감자 튀김 시료 내 아크릴아미드 및 1:1 물:아세트니트릴의 회수율 및 RSD(n=3)

매트릭스	아크릴아미드 스파이크 농도 (ng/mL)	%회수율 (n=3)	%RSD (n=3)
1:1 물:ACN	50	116.6	4.07
1:1 물:ACN	100	114.06	4.85
감자 튀김	100	97.14(blank로 보정 후)	5.04
감자 튀김	200	97.50(blank로 보정 후)	2.55

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS Extraction Kit for Acrylamides (부품 번호 5982-5850)

Agilent Bond Elut AOAC Dispersive SPE Kit, 2 mL (부품 번호 5982-5022)

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-5940EN을 검색하십시오.

Agilent J&W DB-35ms 및 DB-XLB GC 컬럼을 이용한 어류 조직 내 PCB의 GC/ μ ECD 분석 및 확인(발행물 5990-6236EN)

소개

이 응용에서는 어류 조직 내 19종 PCB(polychlorinated biphenyl)를 추출 및 cleanup하기 위한 QuEChERS 시료 전처리법을 설명합니다. 스파이크 회수율 범위는 72 ~ 116%입니다. dual μ ECD 검출기와 dual capillary GC 컬럼이 장착된 Agilent 7890A GC 시스템이 사용되었으므로, 한번의 주입으로 분석물을 동시에 식별 및 확인할 수 있습니다. 여기에 사용된 GC는 또한 unpurged two-way splitter capillary flow technology(CFT) 장비가 장착되어 있습니다.

QuEChERS 절차

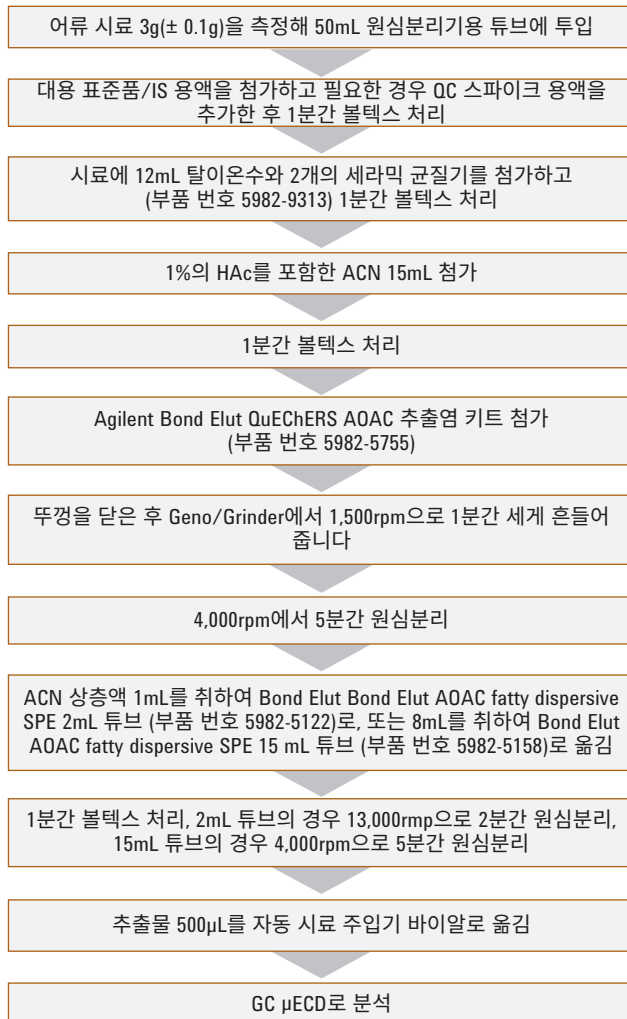


그림 1. 어류 분석을 위한 수정된 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 추출 절차

기기 조건

HPLC 조건

컬럼 1:	Agilent J&W DB-35 ms, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μ m (부품 번호 122-3832)
컬럼 2:	Agilent J&W DB-XLB, 30 m × 0.25 mm, 0.50 μ m (부품 번호 122-1236)
GC:	dual μ ECD 검출기가 장착된 Agilent 7890A
Sampler:	Agilent 7873B 5.0 μ L 시린지 (부품 번호 5181-1273)
CFT 장비:	2-way unpurged splitter capillary flow technology (부품 번호 G3181B)
운반 가스:	수소 85 cm/s, 일정 유속 모드 3.5 mL/min
주입:	1.0 μ L splitless; 250 °C, Purge flow 50 mL/min at 0.3 min, Gas saver 50 mL/min at 2 min
오븐:	110 °C (0.1 min), 25 °C/min to 200 °C (0.5 min), 10 °C/min to 240 °C (0.5 min), 30 °C/min to 325 °C (1.5 min)
주입:	1 μ L, 250 °C splitless, purge 50 mL/min at 0.3 min, gas saver 50 mL/min on at 2 min
Dual μ ECD:	350 °C, N ₂ makeup; constant column + makeup = 30 mL/min

유동 경로(Flow Path) 소모품

바이알:	Amber screw top glass vials (부품 번호 5183-2072)
바이알 캡:	Blue screw cap (부품 번호 5182-0717)
바이알 삽입튜브(Insert):	100 μ L glass/polymer feet (부품 번호 5181-8872)
시린지:	5 μ L (부품 번호 5181-1273)
Septum:	Advanced Green (부품 번호 5183-4759)
Inlet seal:	Gold plated inlet seal (부품 번호 5188-5367)
Inlet liners:	Deactivated dual-taper direct connect (부품 번호 G1544-80700)
Ferrules:	0.4 mm id short; 85/15 Vespel/graphite (부품 번호 5181-3323)
CFT 피팅:	Internal nut (부품 번호 G2855-20530)
CFT ferrules:	SiTite ferrules, 0.25 mm id (부품 번호 5188-5361)
20x Magnifier:	20x Magnifier loop (부품 번호 430-1020)

결과

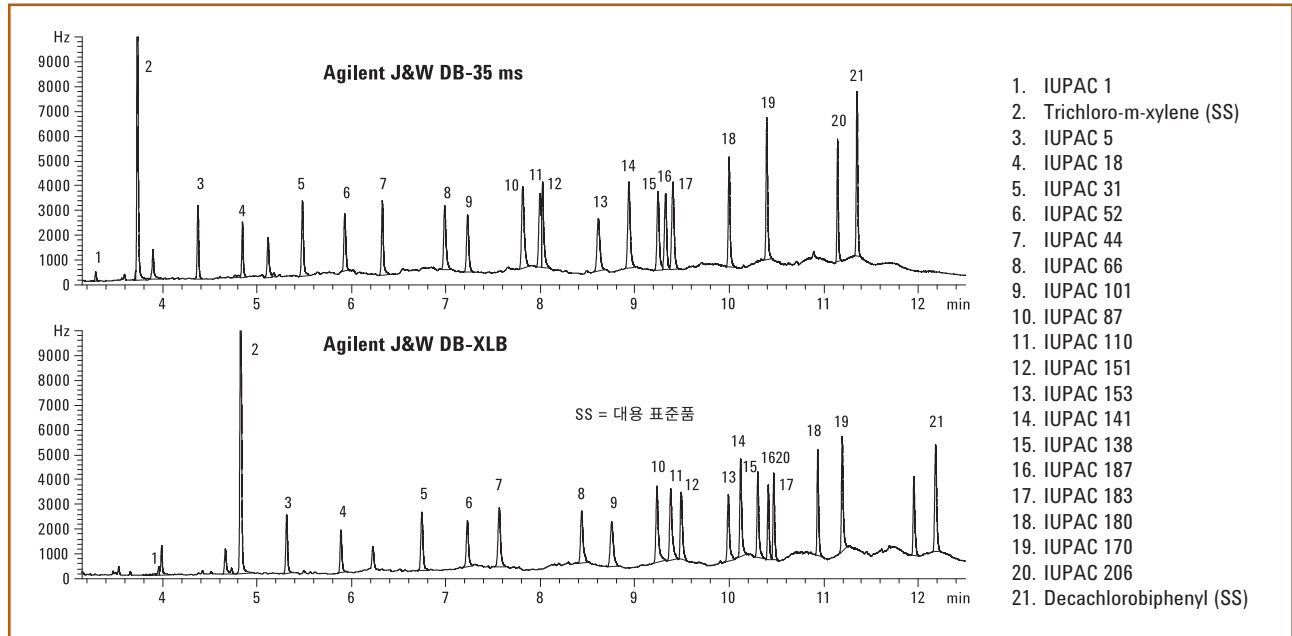


그림 2. Agilent J&W DB-35ms 및 DB-XLB GC 컬럼으로 분석된 50ng/mL 첨가 어류 추출물의 GC/ μ ECD 크로마토그램. 크로마토그래피 조건은 응용 자료의 표 1에서 확인 가능합니다.

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS Buffered AOAC Extraction Kit (부품 번호 5982-5755)

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC Fatty Sample Dispersive SPE,
(2mL 튜브, 부품 번호 5982-5122) 또는 (15mL 튜브, 부품 번호 5982-5158)

Agilent J&W DB-35ms Column, 30 m x 0.25 mm, 0.25 μ m (부품 번호 122-3832)

Agilent J&W DB-XLB Column, 30 m x 0.25 mm, 0.50 μ m (부품 번호 122-1236)

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-6236EN을 검색하십시오.

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 추출 키트와 Universal Dispersive SPE를 이용한 상추와 사과 시료 내 잔류 농약 성분 분석(발행물 5990-6558EN)

소개

이 응용에서는 양상추와 사과 시료 내 잔류물 GC/MS 분석을 위해 AOAC buffered 추출법과 universal dispersive SPE 분석법으로 시료를 전처리하는 방법을 설명합니다. 이 분석에서는 다양한 종(class)의 26가지 농약을 연구하였으며, Agilent 7890 GC 시스템과 Agilent 5975C 시리즈 GC/MSD의 selective ion monitoring(SIM) 모드를 이용하여 수행되었습니다. 모든 화합물에서 간섭물질이 검출되지 않았으며 탁월한 직선성을 나타냈습니다.

기기 조건

GC 조건

컬럼:	Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert, 30 m x 0.25 mm, 0.25 µm (부품 번호 190915-433UI)
주입 소스:	Agilent 7683 Automatic Liquid Sampler with 100 sample tray
Inlet:	Splitless
운반 가스:	헬륨, 일정 유속 모드
오븐 온도 프로그램:	70 °C (2 min), 25 °C/min to 150 °C (0 min), 3 °C/min to 200 °C (0 min), 8 °C/min to 280 °C (7 min)
주입량:	1 µL

MS 조건

Tune file:	Atune.u
모드:	SIM
Source, quad, transfer line 온도:	각각 230 °C, 150 °C, 280 °C
용매 지연 시간:	4 min
Multiplier 전압:	Autotune 전압

QuEChERS 절차

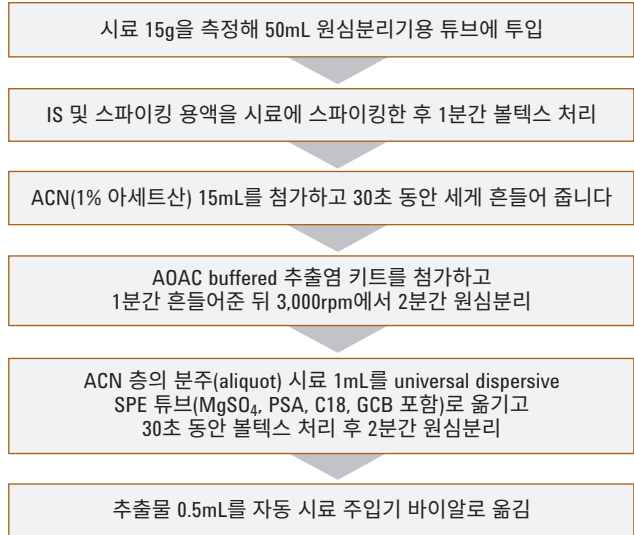


그림 1. 양상추와 사과 내 농약 분석을 위한 QuEChERS 시료 전처리 절차



결과

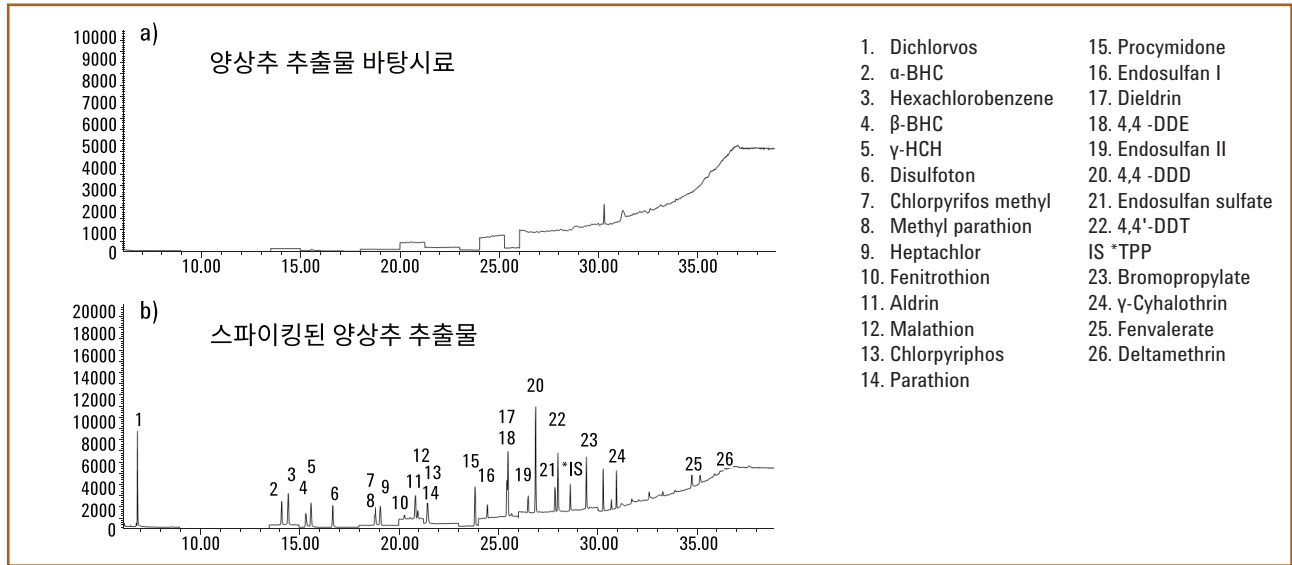


그림 2. (a) 양상추 추출물 바탕시료 및 (b) QuEChERS 시료 전처리를 거친 스파이킹 양상추 추출물의 GC/MS 분석 결과

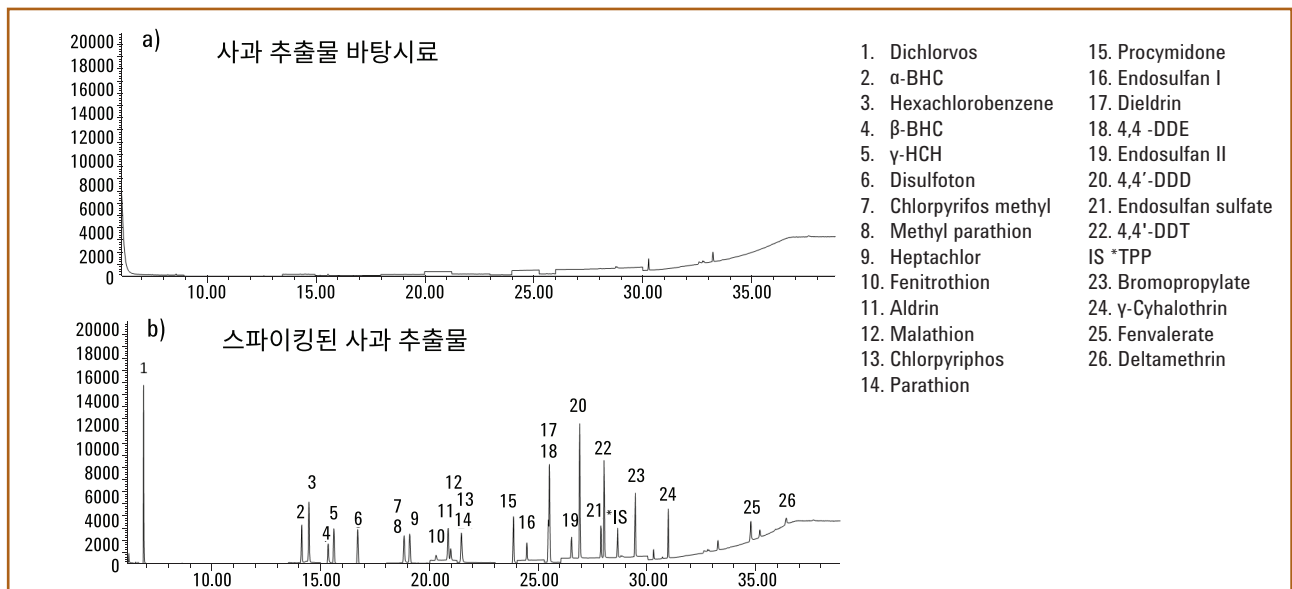


그림 3. (a) 사과 추출물 바탕시료와 (b) QuEChERS 시료 전처리를 거친 스파이킹 사과 추출물의 GC/MS 분석 결과

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS Buffered AOAC Extraction Kit (부품 번호 5982-5755)

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC Dispersive Kit for All Food Types (부품 번호 5982-0029)

Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert Column, 30 m x 0.25 mm, 0.25 μm (부품 번호 190915-433UI)

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-6558EN을 검색하십시오.

Agilent J&W DB-35ms Ultra Inert GC 컬럼을 이용한 GC/MS/FPD 검출로 사과 시료 내 유기인계 농약 분석(발행물 5990-7165EN)

소개

이 응용에서는 사과 추출물 내 낮은 ppm 농도 및 극미량 수준의 유기인계(OP) 농약 잔류물을 분석하는 빠르고 효과적인 방법에 대해 설명합니다. 중간 극성의 ultra-inert GC 컬럼(백플러싱 기능의 비활성 경로), QuEChERS 시료 cleanup을 이용해 극성이 강한 OP 농약 잔류물에서도 좋은 결과를 얻을 수 있습니다. 이 실험에서는 flame photometric detector가 내장된 Agilent 5975C MSD, Agilent 7890 GC, Agilent 7683B Automatic Liquid Sampler가 사용되었습니다.

QuEChERS 절차

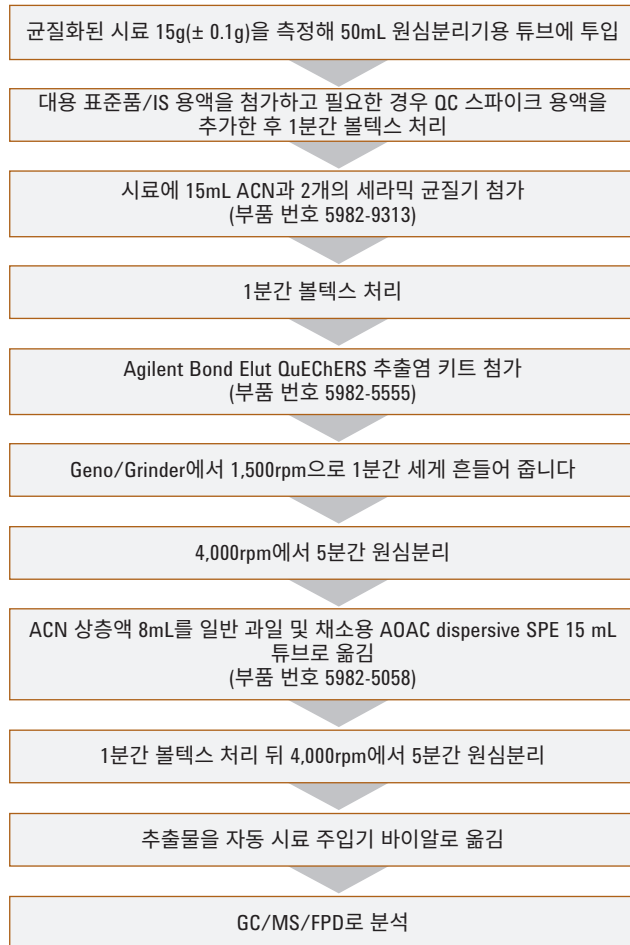


그림 1. 사과 시료 분석을 위한 Agilent QuEChERS 추출 절차

기기 조건

GC 조건	
컬럼:	Agilent J&W DB-35ms Ultra Inert, 20 m × 0.18 mm, 0.18 μm (부품 번호 121-3822UI)
GC/MSD:	Agilent 7890 GC/Agilent 5975C 시리즈 GC/MSD
Sampler:	Agilent 7683B Automatic Liquid Sampler, 5.0 μL 시린지 (부품 번호 5181-1273)
CFT 장비:	Purged 2-way splitter (부품 번호 G3180B) 분할비 3:1 MSD:FPD
MSD restrictor:	1.2 m × 0.15 mm id deactivated fused silica tubing
FPD restrictor:	1.4 m × 0.15 mm id deactivated fused silica tubing
PCM 1:	3.8 psi, 일정 압력 모드
Inlet:	1 μL splitless; 250 °C, purge flow 60 mL/min at 0.25 min, gas saver on at 2 min 20 mL/min
운반 가스: 오븐:	헬륨, 95°C에서 일정 압력 43.5psi 유지 95 °C (1.3 min), 15 °C/min to 125 °C, 5 °C/min to 165 °C, 2.5 °C/min to 195 °C, 20 °C/min to 280 °C (3.75 min)
Postrun backflush:	5 min at 280 °C, PCM 1 pressure 70 psi during backflush, 2 psi inlet pressure during backflush
MSD:	310 °C transfer line, 310 °C source, 150 °C quad

유동 경로(Flow Path) 소모품

바이알:	Amber crimp top glass vials (부품 번호 5183-4496)
바이알 캡:	Crimp caps (부품 번호 5181-1210)
바이알 삽입튜브(Insert):	250 μL glass/polymer feet (부품 번호 5181-8872)
시린지:	5 μL (부품 번호 5181-1273)
Septum:	Advanced Green (부품 번호 5183-4759)
Inlet liner:	Deactivated dual-taper helix liner (부품 번호 5188-5398)
Ferrules:	0.4 mm id short; 85/15 Vespel/graphite (부품 번호 5181-3323)
PCT 피팅:	Internal nut (부품 번호 G2855-20530)
PCT ferrules:	SilTite ferrules, 0.25 mm id (부품 번호 5188-5361)
20x Magnifier:	20x Magnifier loop (부품 번호 430-1020)

결과

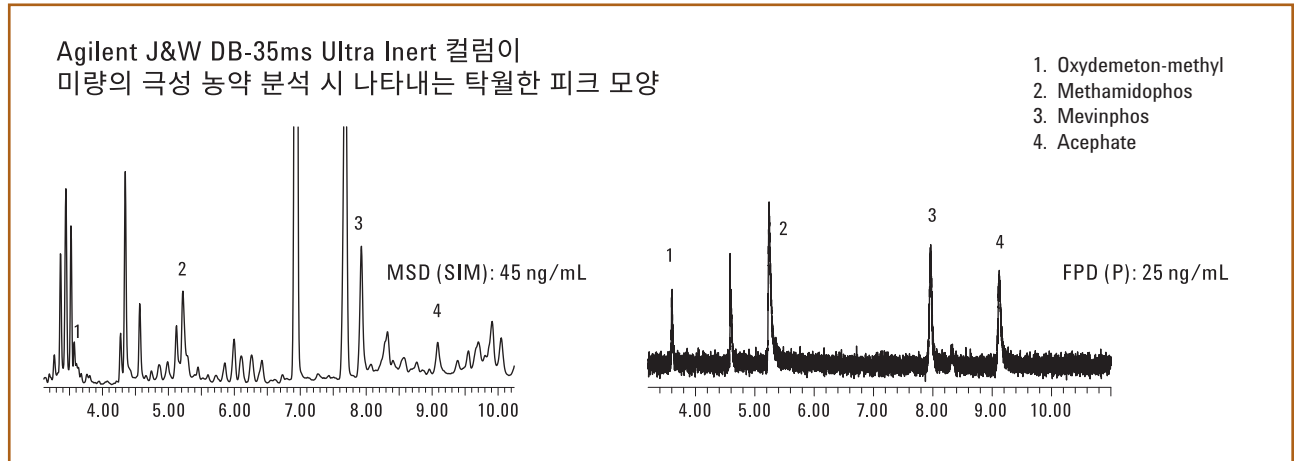


그림 2. Agilent J&W DB-35ms Ultra Inert 캐필러리 컬럼에서 분석된 보다 까다로운 극성 농약 분석의 GC/MS/SIM 및 FPD 크로마토그램의 확대된 부분. 크로마토그래피 조건은 응용 자료의 표 1에서 확인 가능합니다. 용출 분할비는 MSD:FPD = 3:1입니다.



위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS Extraction Salt Packet (부품 번호 5982-5555)

Agilent Bond Elut QuEChERS General Fruits and Vegetables Dispersive SPE, 15mL Tube (부품 번호 5982-5058)

Agilent J&W DB-35ms Ultra Inert Column, 20 m x 0.18 mm, 0.18 μ m (부품 번호 121-3822UI)

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-7165EN을 검색하십시오.

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 키트를 이용한 LC/MS/MS 검출로 쌀 내 잔류 농약 성분 분석(발행물 5990-8034EN)

소개

이 응용에서는 쌀 내 12가지 다양한 종(class)의 잔류 농약 성분을 추출 및 cleanup하기 위한 효과적인 QuEChERS AOAC 시료 전처리 방법을 설명합니다. 이 분석은 Agilent 1200 Infinity 시리즈 기기, 전기 분무 이온화 기능을 갖춘 Agilent 6460 Triple Quadrupole LC/MS를 이용해 수행되었습니다. 평균 회수율 범위는 76 ~ 108%(평균 97.8%)입니다.

기기 조건

HPLC 조건

컬럼:	Agilent Poroshell 120 EC-C18, 2.1 × 100 mm, 2.7 μm (부품 번호 695775-902)	
유속:	0.4 mL/min	
컬럼 온도:	30 °C	
주입량:	5 μL	
이동상:	A: 0.1% FA in water B: 0.1% FA in ACN	
이동상 변화도:	시간(min)	%B
	0	5
	1	5
	3	50
	7	90
	8	90
	8.2	5
	9	5
Post run:	2 min	
총 주기 시간:	11 min	

MS 조건 양이온 모드

가스 온도:	350 °C
가스 유속:	10 L/min
Nebulizer:	40 psi
Capillary:	3,500 V

QuEChERS 절차



그림 1. 쌀 시료 분석을 위한 Agilent QuEChERS 추출 절차

결과

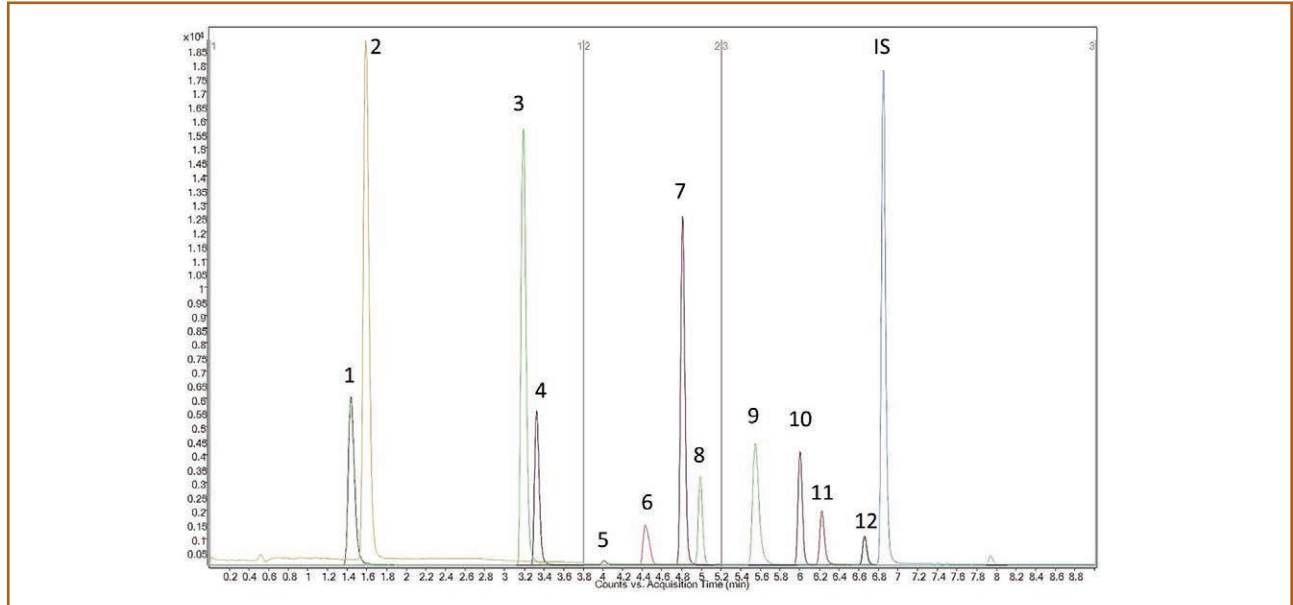


그림 2. AOAC 분석법으로 처리된 10ng/g 첨가 시료의 MRM 크로마토그램 피크 ID: 1. Pymetrozine, 2. Acephate, 3. Carbendazim, 4. Thiabendazole, 5. Imidacloprid, 6. Imazalil, 7. Propoxur, 8. Carbaryl, 9. Cyprodinil, 10. Ethoprophos, 11. Penconazole, 12. Kresoxim-methyl, IS: TPP.

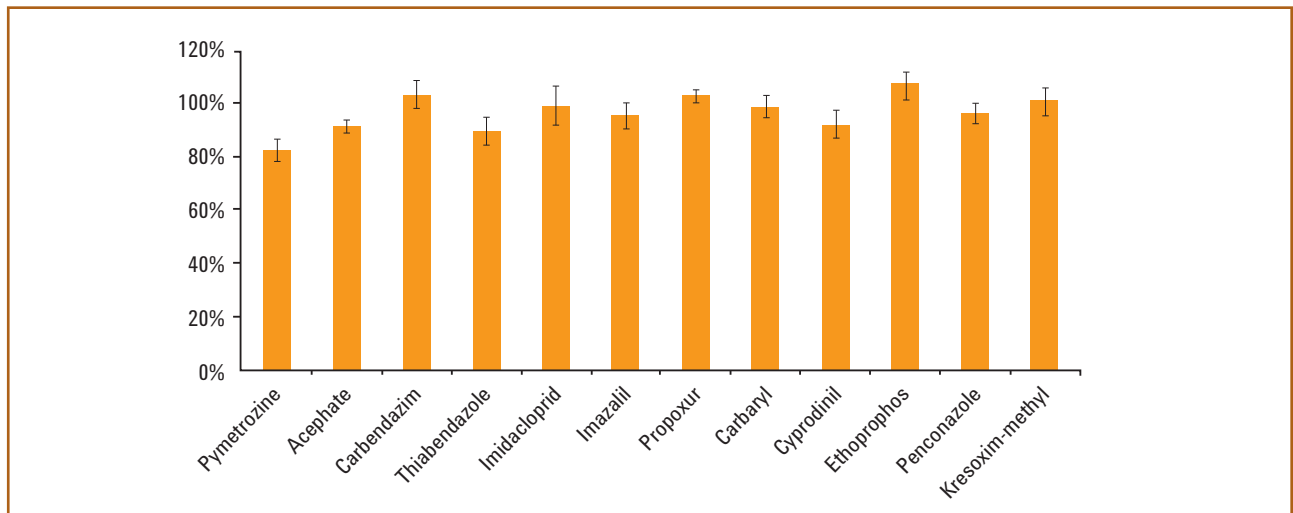


그림 3. 쌀 내 12가지 농약 성분에 대한 회수율 및 정밀성 결과

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS Buffered AOAC Extraction Kit (부품 번호 5982-5755)

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC Dispersive SPE Kits for Fruits and Vegetables with Fats and Waxes (부품 번호 5982-5158)

Agilent ceramic homogenizers, 50 mL tubes (부품 번호 5982-9313)

Agilent Poroshell 120 EC-C18 Column, 2.1 × 100 mm, 2.7 μm (부품 번호 695775-902)

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-8034EN을 검색하십시오.

GC/MS/MS를 이용하여 농산물 및 곡류 내 극미량 수준 농약에 대해 재현성 있는 정량분석 수행(발행물 5990-9317EN)

소개

이 응용에서는 배, 오렌지, 딸기, 밀가루, 고추, 시금치 등을 포함한 6가지 유형의 농산물 및 곡류 내 33가지 대표적 농약 성분 추출을 위한 QuEChERS 시료 전처리법을 설명합니다. 이 분석은 Pesticides and Environmental Pollutants MRM 데이터베이스가 포함된 Agilent 7000 Triple Quadrupole GC/MS/MS Analyzer와 Agilent 7890 GC를 이용해 수행되었습니다.

QuEChERS 절차

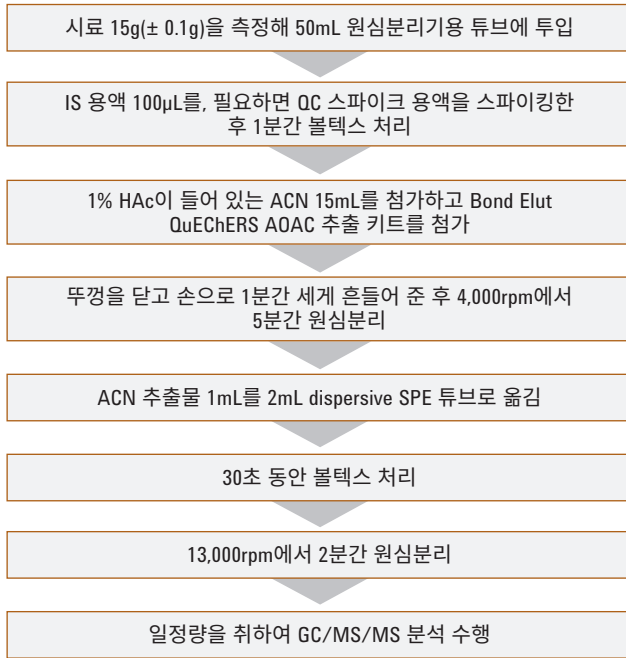


그림 1. 농산물 및 곡류를 위한 QuEChERS AOAC 추출 절차

기기 조건

GC 조건	
분석 컬럼:	Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert, 15 m x 0.25 mm, 0.25 µm (부품 번호 19091-431UI)
컬럼 연결:	Between inlet and Purged Ultimate Union (부품 번호 G3182-61580)
GC:	Agilent 7890 시리즈 GC
Autosampler:	Agilent 7693 Autosampler 및 시료 트레이 5µL 시린지 (부품 번호 5181-5246), 1µL 주입량 주입 후 용매 A (acetone) 세척: 3 주입 후 용액 B (acetonitrile) 세척: 3 시료 펌프: 3
운반 가스:	헬륨, 일정 압력 모드
Inlet:	Multimode Inlet (MMI)
Inlet 온도:	280 °C
주입 모드:	Pulsed splitless 모드
주입 펄스 압력:	36 psi until 1 min
Split 배출구 퍼지 유속:	50 mL/min at 1 min
Inlet 압력:	작동 중에는 18.35 psi (RT locked), 백플러시 중에는 1.0 psi
머무름 시간(RT) 고정:	Chlorpyrifos methyl at 8.298 min
오븐 프로파일:	100 °C for 2 min, to 150 °C at 50 °C/min, to 200 °C at 6 °C/min, to 280 °C at 16 °C/min and hold for 6 min
Post run:	2 min at 280 °C
Capillary Flow Technology:	Purged Ultimate Union (부품 번호 G3182-61580) – 분석 컬럼 및 inlet의 백플러시에 사용
Aux EPC 가스:	헬륨 가스가 Purged Ultimate Union 통과
Bleed line:	0.0625 in od x 0.010 in id x 100 cm, 316 SS 튜브, 오븐 위에 놓임
Aux 압력:	작동 중에는 4 psi, 백플러시 중에는 75 psi
Restrictor:	Inert fused silica tubing, 0.65 m x 0.15 mm (부품 번호 160-7625-5)
Restrictor 연결:	Purged Ultimate Union과 MS 사이 연결
MS:	Agilent 7000 Triple Quadrupole GC/MS MRM
모드:	
데이터베이스:	Agilent Pesticides and Environmental Pollutants 데이터베이스 (부품 번호 G9250AA)
Transfer line 온도:	280 °C
소스 온도:	300 °C
Quad 온도:	Q1 및 Q2 = 150 °C
용매 지연 시간:	2.3 min
충돌 가스 유속:	Helium quench gas at 2.35 mL/min, N ₂ collision gas at 1.5 mL/min
MS 분리능:	MS1 및 MS2 = 1.2 amu (낮은 분리능 또는 광범위한 설정)

결과

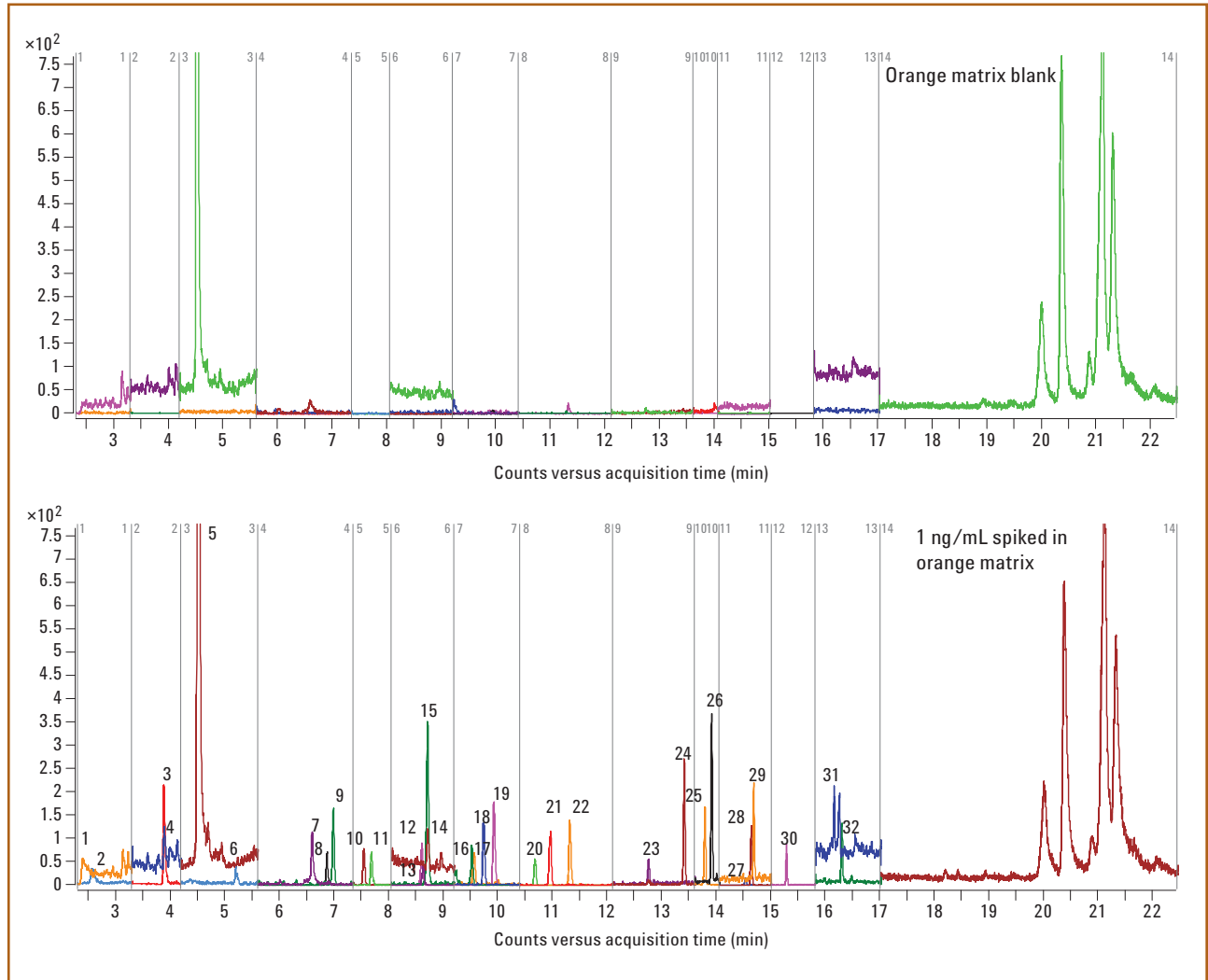


그림 2. 오렌지 매트릭스 바탕시료 및 1ng/mL 농약을 스파이킹한 오렌지 매트릭스의 GC/QQQ MRM 크로마토그램. 피크 ID에 관한 정보는 응용 자료의 표 3을 참조하실 수 있습니다. 오렌지 매트릭스 내의 Deltamethrin(33)은 1ng/mL에서 낮은 반응성으로 인해 검출되지 않았습니다.

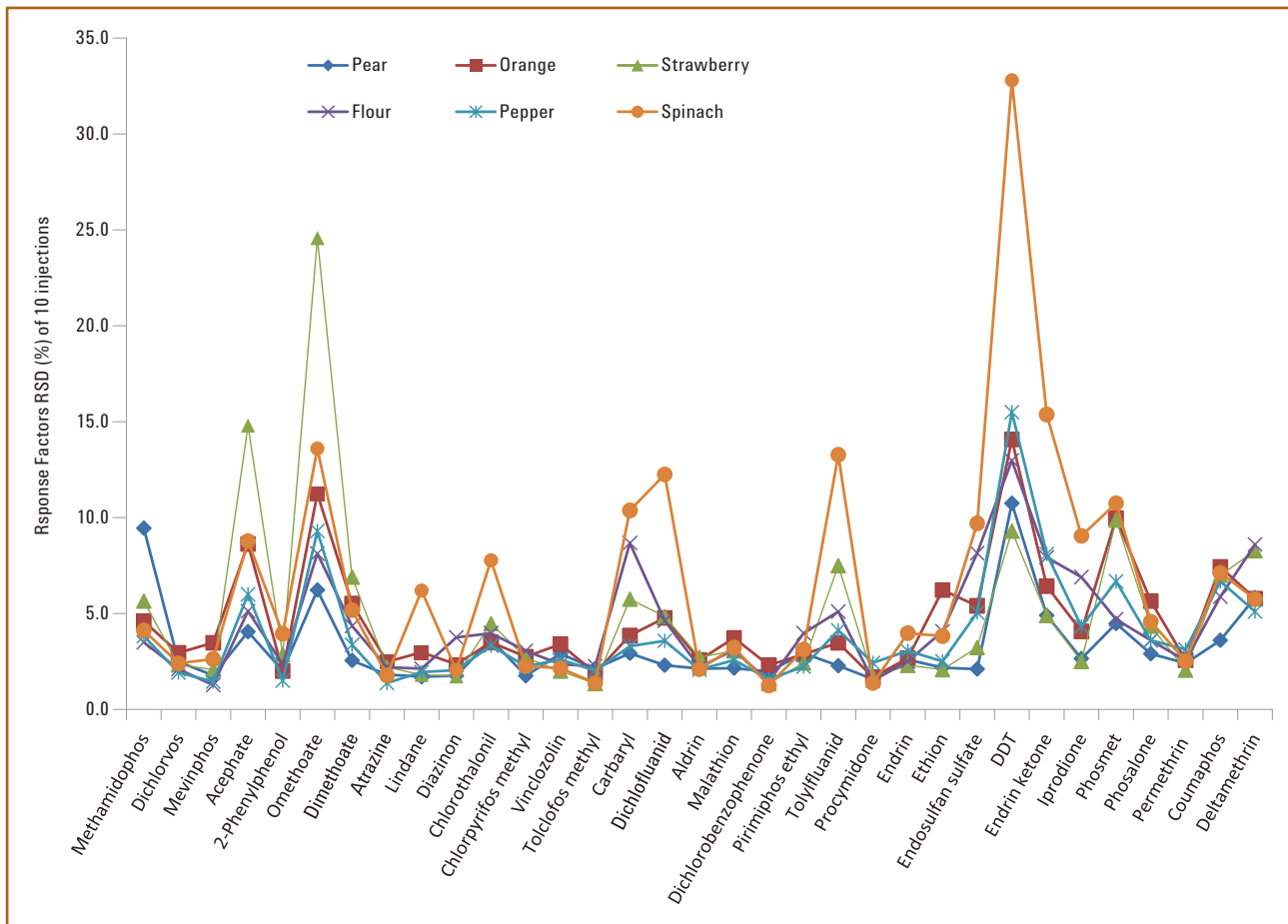


그림 3. 여러 매트릭스 내 10회 주입의 재현성(반응 계수 % RSD)

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS Buffered AOAC Extraction Kit (부품 번호 5982-5755)

Agilent Bond Elut QuEChERS General Dispersive SPE Kit (부품 번호 5982-5022)

Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert GC Column, 15 m x 0.25 mm, 0.25 μm (부품 번호 19091-431UI)

Agilent Pesticides and Environmental Pollutants MRM Database (부품 번호 G9250AA)

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-9317EN을 검색하십시오.

GC/MS와 LC/MS 분석법의 조합으로 주스 내 농약의 종합적 분석 수행(발행물 5990-9924EN)

소개

이 응용에서는 GC/MS, GC/MS/MS, LC/MS/MS의 3가지 질량 분석법으로 채소 주스 내 39가지 잔류 농약 성분을 효과적이고 종합적으로 분석하기 위한 QuEChERS 시료 전처리법을 설명합니다. GC/MS 실험에서는 triple axis 검출기가 장착되고 전자 이온화(EI) 모드에서 작업하는 Agilent 5975C 시리즈 GC/MS inert XL MSD와 Agilent 7890A 시리즈 GC가 사용되었습니다. GC/MS/MS 실험에서는 EI 모드에서 작업하는 Agilent 7000B Triple Quadrupole GC/MS와 Agilent 7890A 시리즈 GC가 사용되었습니다. LC/MS/MS 실험은 Jet Stream technology가 적용된 Agilent 6460 시리즈 Triple Quadrupole LC/MS 시스템과 Agilent 1200 Infinity 시리즈 기기를 이용해 수행되었습니다. 이 종합실험을 통해 보다 많은 유형의 농약을 검출할 수 있어 채소 주스 내 39가지 농약의 스크리닝과 확인을 확신있게 수행할 수 있습니다.

주의: 아래 절차는 QuEChERS 추출 및 dSPE cleanup 단계를 이용한 음료 추출물의 일반적 분석법을 나타냅니다.

QuEChERS 절차

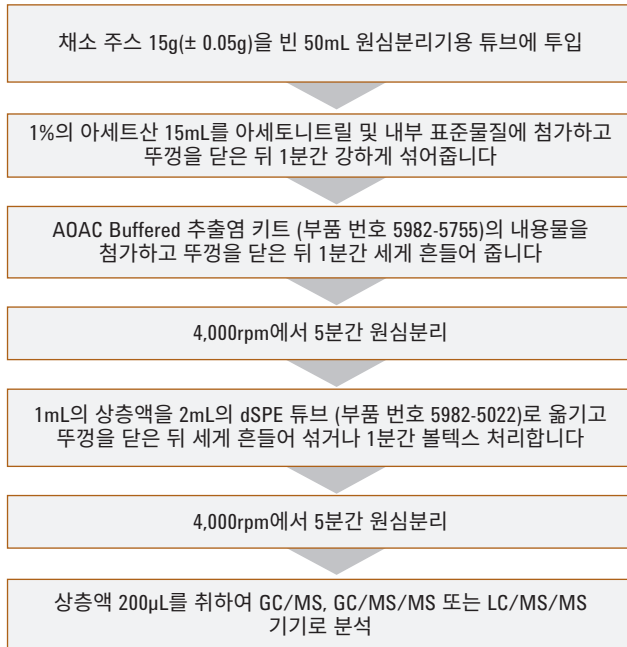


그림 1. Agilent QuEChERS 추출 절차. 주의: 이 절차는 QuEChERS 추출 및 dispersive SPE cleanup 단계를 이용한 음료 추출물의 일반적 분석법을 나타냅니다.

GC/MS 조건

GC 조건

컬럼: Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert, 15 m × 0.25 mm, 0.25 µm (부품 번호 19091S-431UI)
 주입량: 1 µL
 주입 모드: Cold splitless using a Multimode Inlet
 Inlet 온도 프로그램: 60 °C (0.35 min hold); 900 °C/min to 280 °C (15 min hold); 900 °C/min at 300 °C.

오븐 프로그램:

스캔 모드

70 °C for 1 min
 70 °C to 150 °C at 50 °C/min
 150 °C to 200 °C at 6 °C/min
 200 °C to 280 °C at 16 °C/min, 5 min hold
 4 min added on to the run at 290 °C for column backflush

SIM 모드

60 °C for 1.5 min
 60 °C to 150 °C at 50 °C/min
 150 °C to 240 °C at 8 °C/min
 240 °C to 280 °C at 50 °C/min, 2.5 min hold
 280 °C to 290 °C at 100 °C/min, 2.05 min hold
 4 min added on to the run at 290 °C for column backflush

SIM 유속: 1 mL/min, 일정 유속 모드

스캔 모드하의 초기 유속:

2.7 mL/min (nominal, 일정 압력 모드)

머무름 시간(RT) 고정: 스캔 모드에서 Chlorpyrifos-methyl 8.298min에 고정

Restrictor: 0.7 m x 0.15 mm deactivated, (부품 번호 160-7625-5)

Transfer line 온도:

280 °C

백플러시 설정:

Multimode Inlet과 Purged Ultimate Union 사이에는 분석 컬럼이 연결되어 있고 Purged Ultimate Union과 MSD 사이에는 0.7m restrictor가 연결되어 있으며 Purged Ultimate Union의 압력은 aux EPC 모듈을 통해 4psi로 설정되어 있습니다.

MSD 조건

스캔 모드: 스캔 및 SIM 모드 별도로 실행

모드: 전자 이온화(EI) 모드

소스 온도: 300 °C

Quadrupole 온도: 200 °C

GC/MS/MS 조건

GC 조건

컬럼:	2개의 Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert, 15 m × 0.25 mm, 0.25 μm (부품 번호 19091S-431UI) Purged Ultimate Union으로 컬럼 연결
주입량:	1 μL
주입 모드:	Cold splitless using a Multimode Inlet
Inlet 온도 프로그램:	60 °C (0.35 min hold); 600 °C/min to 270 °C
오븐 프로그램:	60 °C for 1 min 60 °C to 170 °C at 40 °C/min 170 °C to 310 °C at 10 °C/min, 1.25 min hold
유속:	1.224 mL/min (일정 유속 모드)
용매 지연 시간:	2.3 min
유속 모드:	일정 유속 모드, chlorpyrifos methyl 머무름 시간은 9.143min으로 고정
Transfer line 온도:	300 °C
분석 시간:	19 min
백플러시 설정:	A Purged Ultimate Union(PUU)으로 2개의 15m 분석 컬럼을 연결합니다. 컬럼 1은 실행 막바지에 310°C GC 오븐에서 백플러싱을 4분간 수행하며, inlet 압력은 1psi, PUU 압력은 60psi로 고정됩니다.

Triple Quadrupole MS 조건

모드:	전자 이온화(EI) 모드, MRM
소스 온도:	300 °C
Quadrupole 온도:	둘 다 180 °C

LC/MS/MS 조건

LC 조건

컬럼:	Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18, 2.1 × 100 mm, 1.8 μm (부품 번호 959758-902)
컬럼 온도:	40 °C
주입량:	5 μL
이동상:	A: 0.1% Formic acid in H ₂ O B: 0.1% Formic acid in acetonitrile
분석 시간:	15 min
유속:	0.3 mL/min
이동상 변화도:	Initial 5% B; 10 min gradient to 95% B, then step to 100% B for 5 min

Triple Quadrupole MS 조건

모드:	ESI, positive, MRM
Sheath 가스:	350 °C, 11 L/min
건조 가스 유속:	11 L/min
Nebulizer 압력:	40 psi
캐필러리 전압:	4,000 V
노즐 전압:	1,000 V



결과

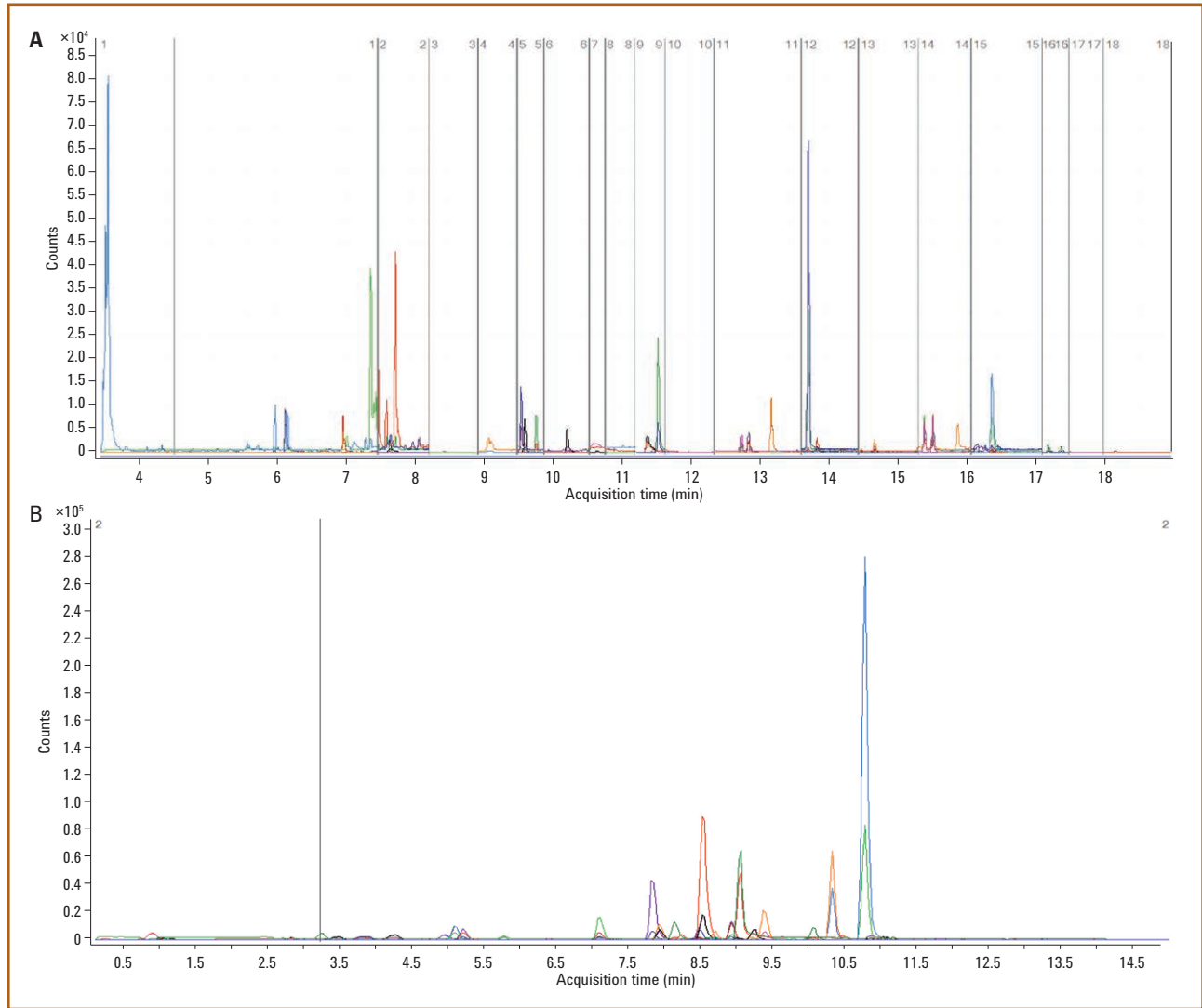


그림 2. GC/MS/MS(그림 2A)와 LC/MS/MS(그림 2B) 분석법으로 채소 주스 혼합 매트릭스 내 10ppb(ng/mL) 농약 성분을 분석하여 얻은 MRM transitions 크로마토그램(중첩)

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS Buffered AOAC Extraction Kit (부품 번호 5982-5755)

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC Dispersive SPE Kit for Fruits and Vegetables (부품 번호 5982-5022)

Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 Column, 2.1 x 100 mm, 1.8 μm (부품 번호 959758-902)

Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert Column, 15 m x 0.25 mm, 0.25 μm (부품 번호 19091S-431UI)

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-9924EN을 검색하십시오.

기타 식품 분석법

Agilent Bond Elut QuEChERS 키트를 이용한 LC/MS/MS 검출로 소 간 내 퀴놀론계 항생제 측정(발행물 5990-5085EN)

소개

소 간 내 11가지 퀴놀론계 항생제를 측정하기 위한 분석법은 다음과 같습니다.

- Agilent Bond Elut QuEChERS 키트로 소 간을 처리하여 분석물을 추출 및 cleanup합니다
- Bond Elut EN 추출 키트와 5% 포름산(FA) 아세토니트릴 용액을 이용해 분석물을 추출합니다
- Bond Elut dispersive SPE 키트 (부품 번호 5982-4921, 25mg C18 및 150mg MgSO₄)를 이용해 Cleanup을 수행합니다
- 추출된 시료는 LC/MS/MS로 분석합니다
- 정량한계(LOQ)는 5.0ng/g입니다
- 검량선은 5.0 ~ 400ng/g 측정 범위에서 직선성을 띠는 것으로 나타났습니다
- 미리 첨가된 시료의 회수율 범위는 62.0 ~ 113.1%, RSD(n=6) 값은 2.2 ~ 13.4%입니다



기기 조건

HPLC 조건

컬럼: Agilent ZORBAX Solvent Saver Plus Eclipse Plus Phenyl-Hexyl, 3.0 x 150 mm, 3.5 μm (부품 번호 959963-312)

유속: 0.3 mL/min

컬럼 온도: 30 °C

주입량: 10 μL

이동상: A: 5 mM Ammonium acetate in H₂O, pH 3.0
B: 1:1 Methanol:acetonitrile

Post time: 4 min

이동상 변화도:

시간(min)	% B	유속 (mL/min)
0	15	0.3
0.2	15	0.3
8.0	75	0.3
9.0	100	0.3
11.5	STOP	

MS 조건

극성: Positive

가스 온도: 325 °C

가스 유속: 8 L/min

Nebulizer: 50 psi

Capillary: 4,000 V

QuEChERS 절차

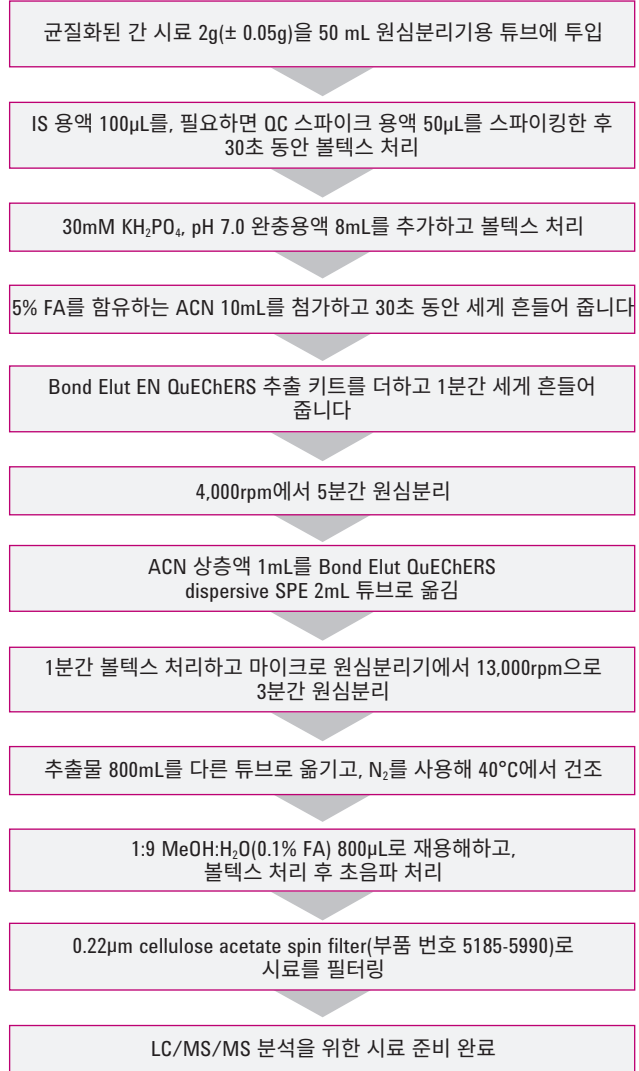


그림 1. 항생제 분석을 위한 Agilent QuEChERS 작업 절차

결과

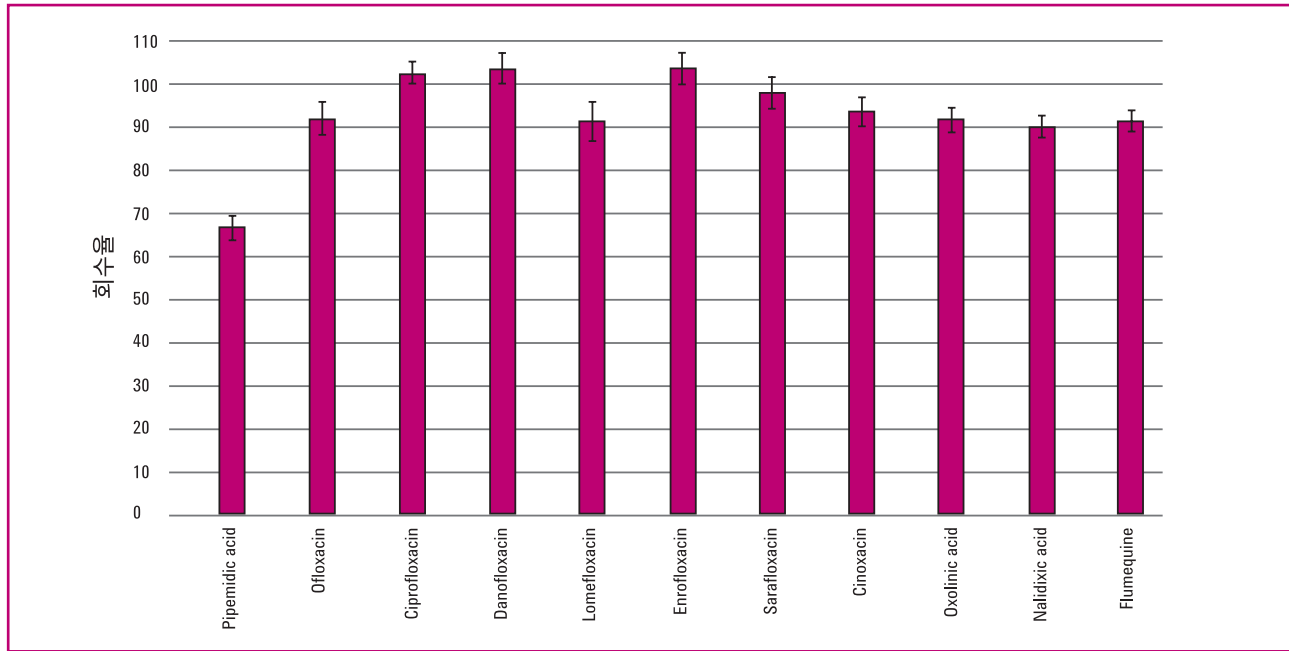


그림 2. 소 간의 11가지 퀴놀론계 항생제의 회수율 및 재현성

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS EN Extraction Kit (부품 번호 5982-5650)

Agilent Bond Elut QuEChERS Dispersive SPE Kit (2mL, 부품 번호 5982-4921) 또는 (15mL, 부품 번호 5982-4956)

Agilent ZORBAX Solvent Saver Plus Eclipse Plus Phenyl-Hexyl LC Column, 3.0 x 150 mm, 3.5 μm (부품 번호 959963-312)

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-5085EN을 검색하십시오.

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 키트를 이용한 LC/MS/MS 검출로 소 간 내 설폰아미드계 항생제 측정(발행물 5990-5086EN)

소개

소 간 내 11가지 설폰아미드계 항생제를 측정하기 위한 분석법은 다음과 같습니다.

- Agilent Bond Elut QuEChERS 키트로 소 간을 처리하여 분석물을 추출 및 cleanup합니다
- Bond Elut EN 추출 키트와 1% 아세트산(AA) 아세토니트릴 용액을 이용해 분석물을 추출합니다
- Bond Elut EN fatty dispersive SPE 키트, 6mL(150mg PSA, 150mg C18, 900mg MgSO₄)를 이용해 Cleanup을 수행합니다
- 추출된 시료는 LC/MS/MS로 분석합니다
- 정량한계(LOQ)는 2.0ng/g입니다
- 검량선은 2.0 ~ 400ng/g 측정 범위에서 직선성을 띠는 것으로 나타났습니다
- 미리 첨가된 시료의 회수율 범위는 53.0 ~ 92.8%, RSD(n=6) 값은 2.1 ~ 16.8%입니다.

기기 조건

HPLC 조건

컬럼:	Agilent ZORBAX Eclipse Rapid Resolution HT Plus C18, 3.0 x 50 mm, 1.8 μm (부품 번호 959941-302)	
유속:	0.3 mL/min	
컬럼 온도:	30 °C	
주입량:	10 μL	
이동상:	A: 5 mM Ammonium acetate in H ₂ O, pH 3.0 B: 1:1 Methanol:acetonitrile	
Post time:	3.5 min	
이동상 변화도:	시간 (min)	% B
	0	15
	0.2	15
	6.0	60
	6.01	100
	7.0	STOP

MS 조건

극성:	Positive
가스 온도:	325 °C
가스 유속:	8 L/min
Nebulizer:	50 psi
Capillary:	4,000 V

QuEChERS 절차

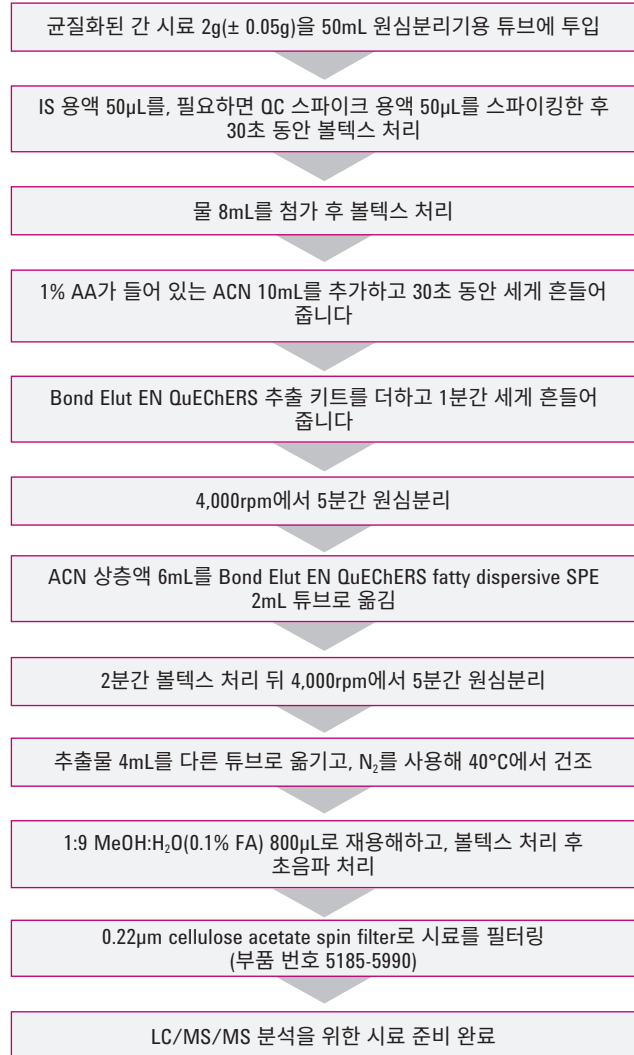


그림 1. 소 간 내 설폰아미드계 항생제를 측정하기 위한 Agilent QuEChERS 절차

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS EN Extraction Kit
(부품 번호 5982-5650)

Agilent Bond Elut QuEChERS EN Fatty Dispersive SPE Kit
(부품 번호 5982-5156)

Agilent ZORBAX Eclipse Rapid Resolution HT Plus C18 LC Column, 3.0 x 50 mm, 1.8 μm (부품 번호 959941-302)

Agilent Spin Filters, 0.22 μm Cellulose Acetate
(부품 번호 5185-5990)

결과

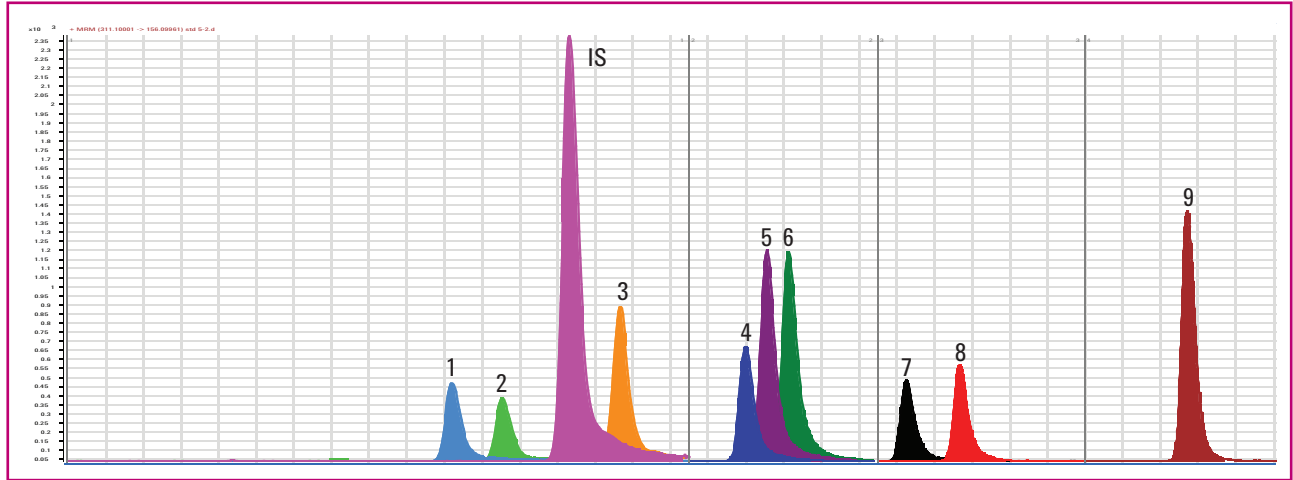


그림 2. 100ng/g 첨가 간 추출물의 LC/MS/MS 크로마토그램. 피크 ID: 1. Sulfadizine, 2. Sulfathiazole, 3. Sulfamerazine, 4. Sulfamethizole, 5. Sulfamethazine, 6. Sulfamethoxyipyridazine, 7. Sulfachloropyridazine; 8. Sulfamethoxazole, 9. Sulfadimethoxin, IS(내부 표준물질)

표 1. 정량 결과 - 회수율 및 재현성(n=6)

화합물	Low QC (5 ng/g)		Mid QC (100 ng/g)		High QC (400 ng/g)	
	회수율	RSD	회수율	RSD	회수율	RSD
Sulfadizine	73.9	15.6	90.0	13.7	81.9	5.3
Sulfathiazole	62.9	16.8	75.3	8.4	67.9	5.8
Sulfamerazine	77.6	11.5	92.8	6.6	82.0	4.2
Sulfamethizole	62.8	4.7	60.7	6.5	53.0	2.1
Sulfamethazine	87.4	6.9	90.0	10.7	83.4	3.4
Sulfamethoxyipyridazine	81.8	9.4	84.8	8.1	76.4	2.9
Sulfachloropyridazine	84.2	10.0	78.6	6.3	73.8	3.6
Sulfamethoxazole	85.9	7.6	82.3	5.9	78.1	3.3
Sulfadimethoxin	77.8	8.4	80.9	4.9	75.6	3.3

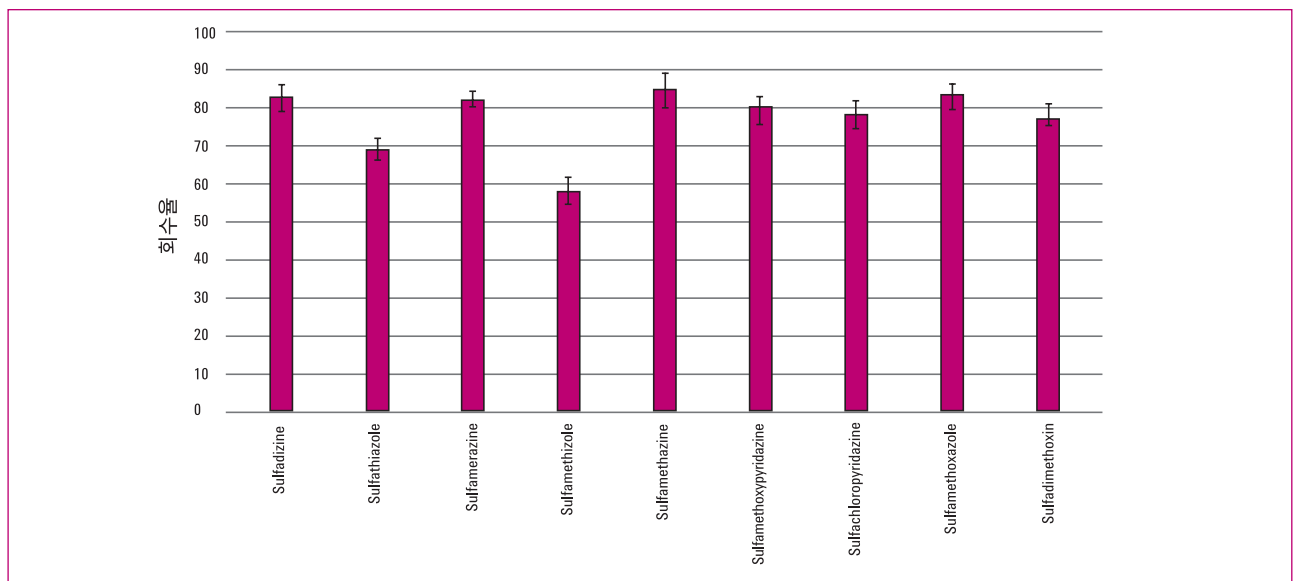


그림 3. 소 간 내 9가지 설폰아미드의 회수율 및 재현성

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-5086EN을 검색하십시오.

GC- μ ECD를 이용한 올리브유 내 Contract Laboratory Protocol 농약의 분석 및 확인(발행물 5990-5553EN)

소개

이 응용에서는 현지 매점에서 구입한 올리브유 내 20가지 contract laboratory protocol(CLP) 농약을 분석하기 위한 QuEChERS 시료 전처리법을 설명합니다. dual μ ECD와 dual capillary GC 컬럼을 이용하면 오일 시료 내 endosulfan sulfate 및 endosulfan 1에 대한 기본분석과 확인분석을 동시에 수행할 수 있습니다. 본 응용 자료에서는 날로 준엄해지고 있는 식품안전 트렌드에 부응하고자, 올리브유 내 CLP 농약을 모니터링하는 안정적이고 경제적인 분석법을 개발했습니다. 이 분석법은 일상적인 올리브유 스크리닝에서 GC/MS의 대안으로 dual column μ ECD 분석법을 채택하였습니다.

QuEChERS 절차

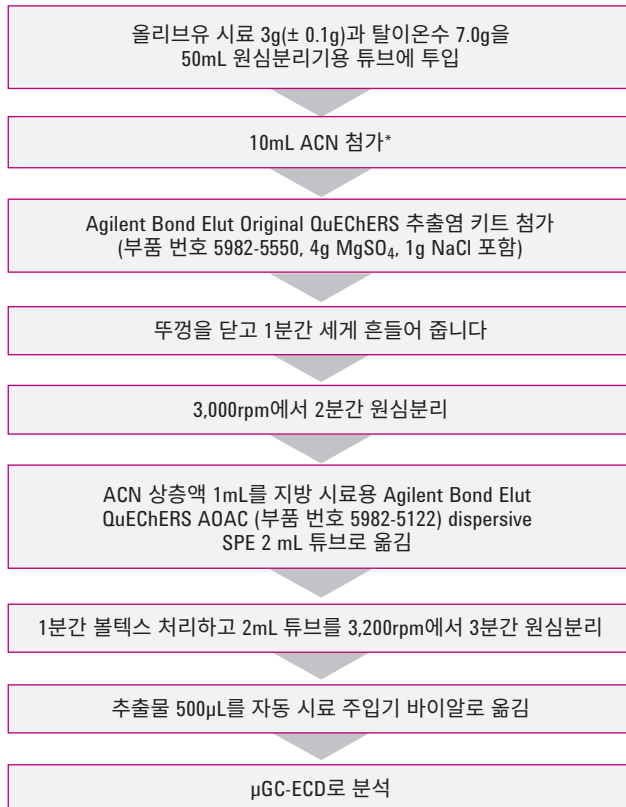


그림 1. 올리브유 내 농약 분석을 위한 Agilent QuEChERS 절차

*시료 스파이크 첨가

기기 조건

GC 조건	
컬럼 1:	Agilent J&W DB-35 ms 30 m × 0.25 mm, 0.25 μ m (부품 번호 122-3832)
컬럼 2:	Agilent J&W DB-XLB 30 m × 0.25 mm, 0.50 μ m (부품 번호 122-1236)
GC/dual μ ECD:	dual μ ECD 검출기 및 7873B auto sampler를 장착한 7890A
CFT 장비:	2-way unpurged splitter capillary flow technology (부품 번호 G3181B)
운반 가스:	수소, 56 cm/s
오븐:	110 °C (1.4 min), 21 °C/min to 285 °C (1 min), 30 °C/min to 300 °C (2 min)
주입:	1 μ L, 250 °C splitless, purge 50 mL/min at 0.3 min, gas saver 50 mL/min on at 2 min
Dual μ -ECD:	350 °C, N ₂ makeup; constant column + makeup = 30 mL/min

유동 경로(Flow Path) 소모품

바이알:	Amber screw top glass vials (부품 번호 5183-2072)
바이알 캡:	Screw caps (부품 번호 5182-0723)
바이알 삽입튜브(Insert):	100 μ L glass/polymer feet (부품 번호 5181-8872)
시린지:	5 μ L (부품 번호 5183-4729)
Septum:	Advanced Green (부품 번호 5183-4759)
Inlet seal:	Gold-plated inlet seal (부품 번호 5188-5367)
Inlet liners:	Dual-taper direct connect liner (부품 번호 G1544-80700)
Ferrules:	0.4 mm id short, 85/15 Vespel/graphite (부품 번호 5181-3323)
CFT 피팅:	Internal nut (부품 번호 G2855-20530)
CFT ferrules:	SilTite ferrules, 0.25 mm id (부품 번호 5188-5361)
20x Magnifier:	20x Magnifier loop (부품 번호 430-1020)

결과

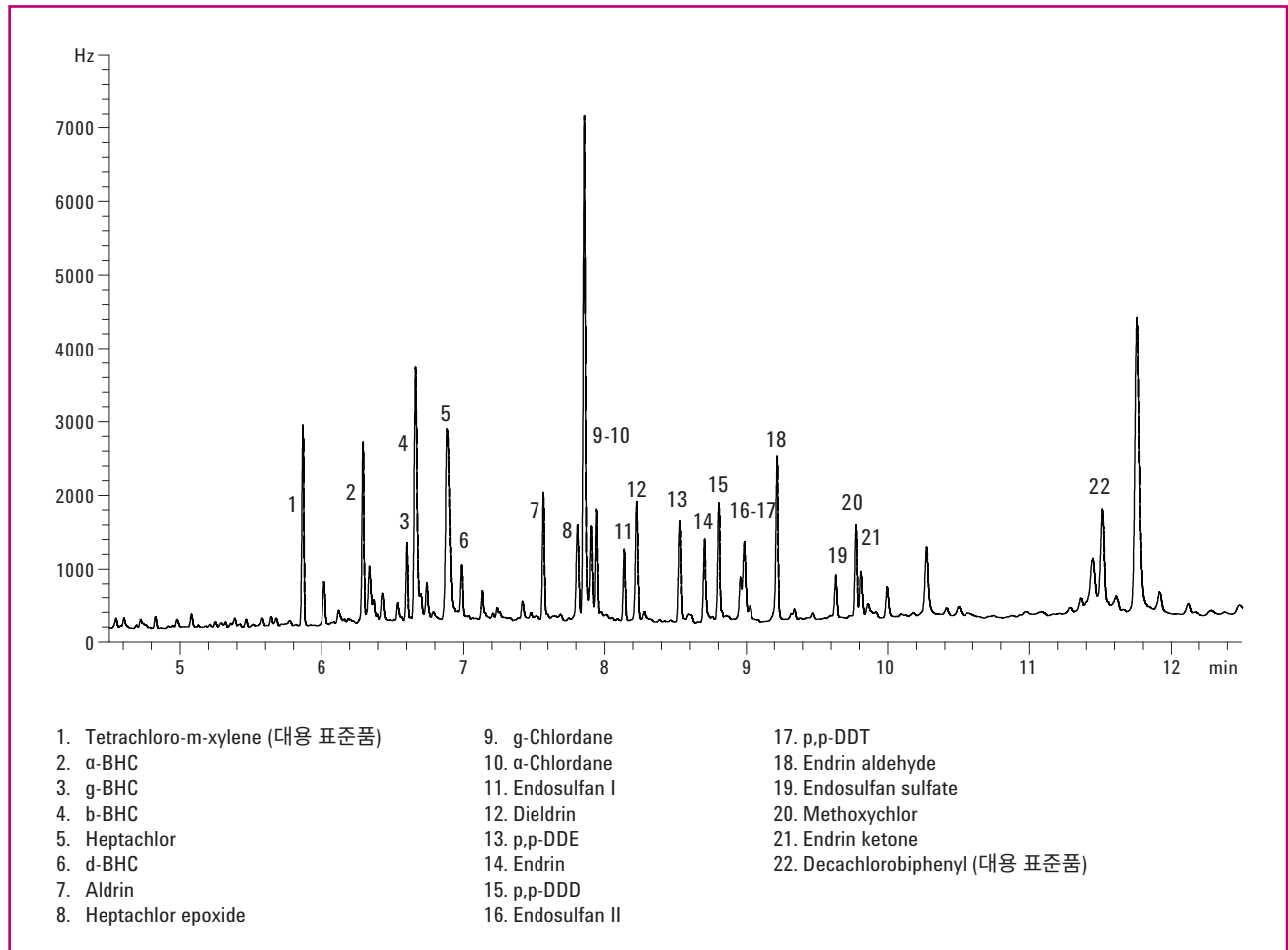


그림 2. 80ng/mL CLP 농약 및 20ng/mL 대응 표준품으로 스파이킹된 올리브유 시료의 GC-μECD 크로마토그램



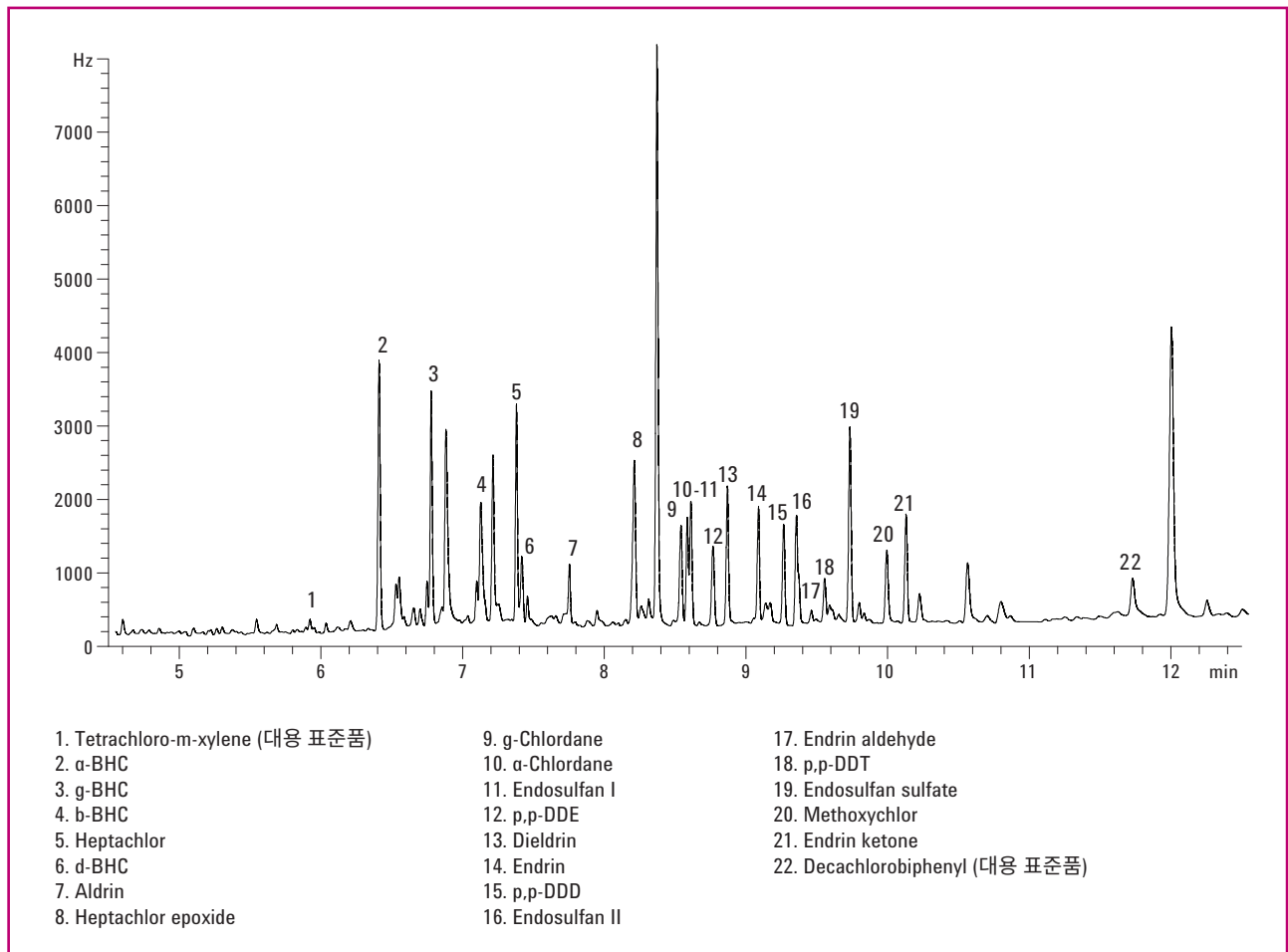


그림 3. 80ng/mL CLP 농약 및 20ng/mL 대응 표준품으로 스파이킹된 올리브유 시료의 GC-μECD 크로마토그램

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut Original QuEChERS Extraction Salt Packet (부품 번호 5982-5550)

Agilent Bond Elut QuEChERS, Fatty Samples, AOAC Dispersive SPE, 2 mL Tube (부품 번호 5982-5122)

Agilent J&W DB-35ms Column, 30 m x 0.25 mm, 0.25 μm (부품 번호 122-3832)

Agilent J&W DB-XLB Column, 30 m x 0.25 mm, 0.50 μm (부품 번호 122-1236)

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-5553EN을 검색하십시오.

Agilent Bond Elut QuEChERS의 수정된 분석법을 이용한 레몬 오일 내 농약 측정(발행물 5990-6432EN)

소개

이 응용에서는 Agilent Bond Elut QuEChERS 추출 키트, dispersive SPE 수정 분석법, 애질런트 가스 크로마토그래피, Agilent 5975C 시리즈 GC/MSD 등을 이용한 레몬 에센셜 오일 내 잔류 농약 성분의 빠르고 간편한 추출 절차를 설명합니다. 에센셜 오일 내 농약 추출물은 오일 매질의 복잡한 특성상 까다로운 작업으로 간주됩니다. 여기에서 설명된 방법은 최초 추출 단계에서 헥산과 다중 dispersive SPE 단계를 활용해 전자 이온화 모드의 selected ion monitoring(SIM)을 사용하는 GC/MS 분석에 적합한 깔끔한 추출물을 생성하도록 합니다.

기기 조건

GC 조건

컬럼:	Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert, 15 m × 0.25 mm, 0.25 μm
Inlet:	Splitless
Inlet liner:	Helix double-taper, deactivated (부품 번호 5188-5398)
운반 가스:	헬륨
주입구 압력:	19.6 psi (일정 압력 모드)
Inlet 온도:	250 °C
주입량:	1.0 μL
Split 배출구 퍼지 유속:	30 mL/min at 0.75 min
오븐 온도 프로그램:	70 °C (1 min) 50 °C/min to 150 °C (0 min) 6 °C /min to 200 °C (0 min) 16 °C/min to 280 °C (6 min)

MS 조건

Tune file:	Atune.u
모드:	SIM(세부 설정은 응용 자료의 표 3 참조)
Source, quad, transfer 온도:	각각의 라인 온도 230 °C, 150 °C, 280 °C
용매 지연 시간:	2.30 min
Multiplier 전압:	Autotune 전압

QuEChERS 절차

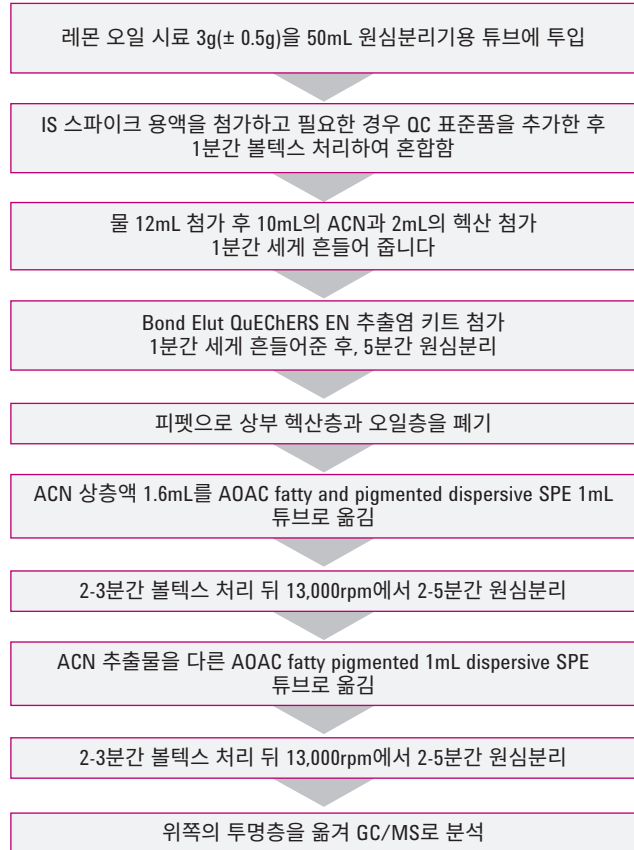


그림 1. 레몬 오일 내 농약 분석을 위한 Agilent QuEChERS EN 수정 추출 절차

결과

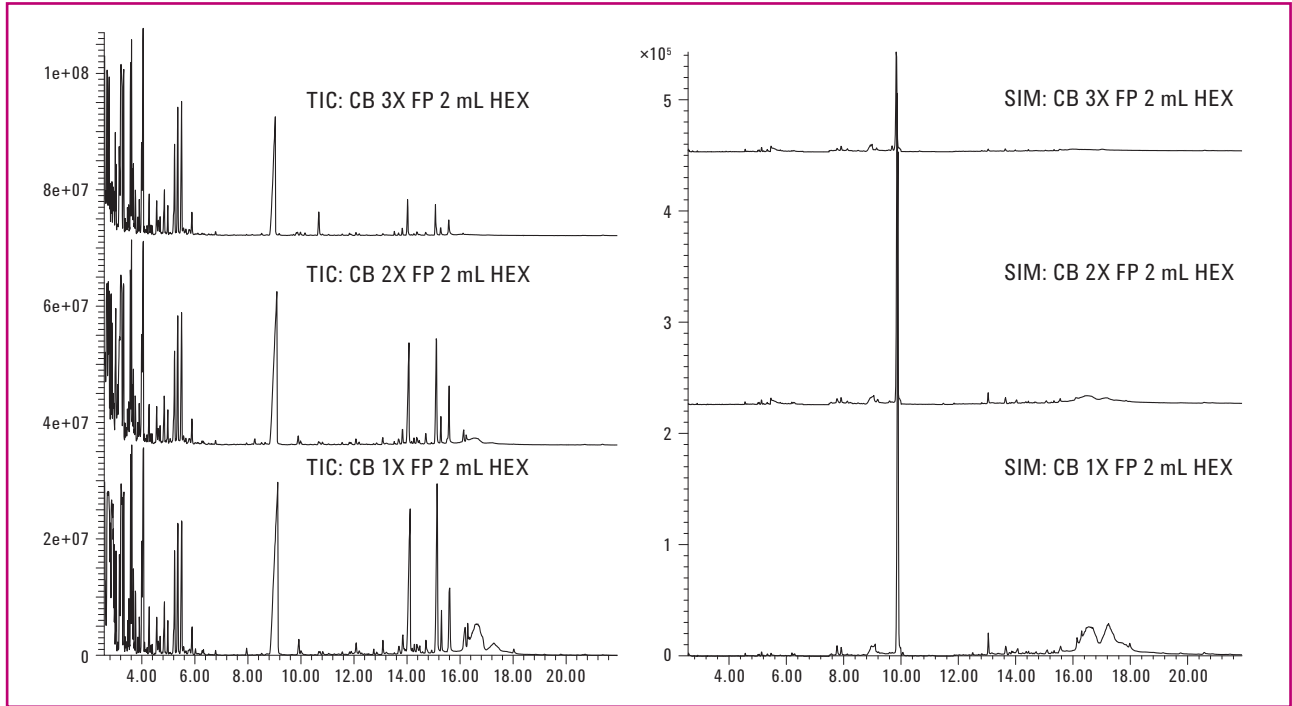


그림 2. 헥산 추가 및 다중 dispersive SPE 단계가 포함된 실험 개발을 통해 최적화된 추출법. CB (control blank), FP (AOAC fatty pigmented dispersive SPE), HEX (헥산).



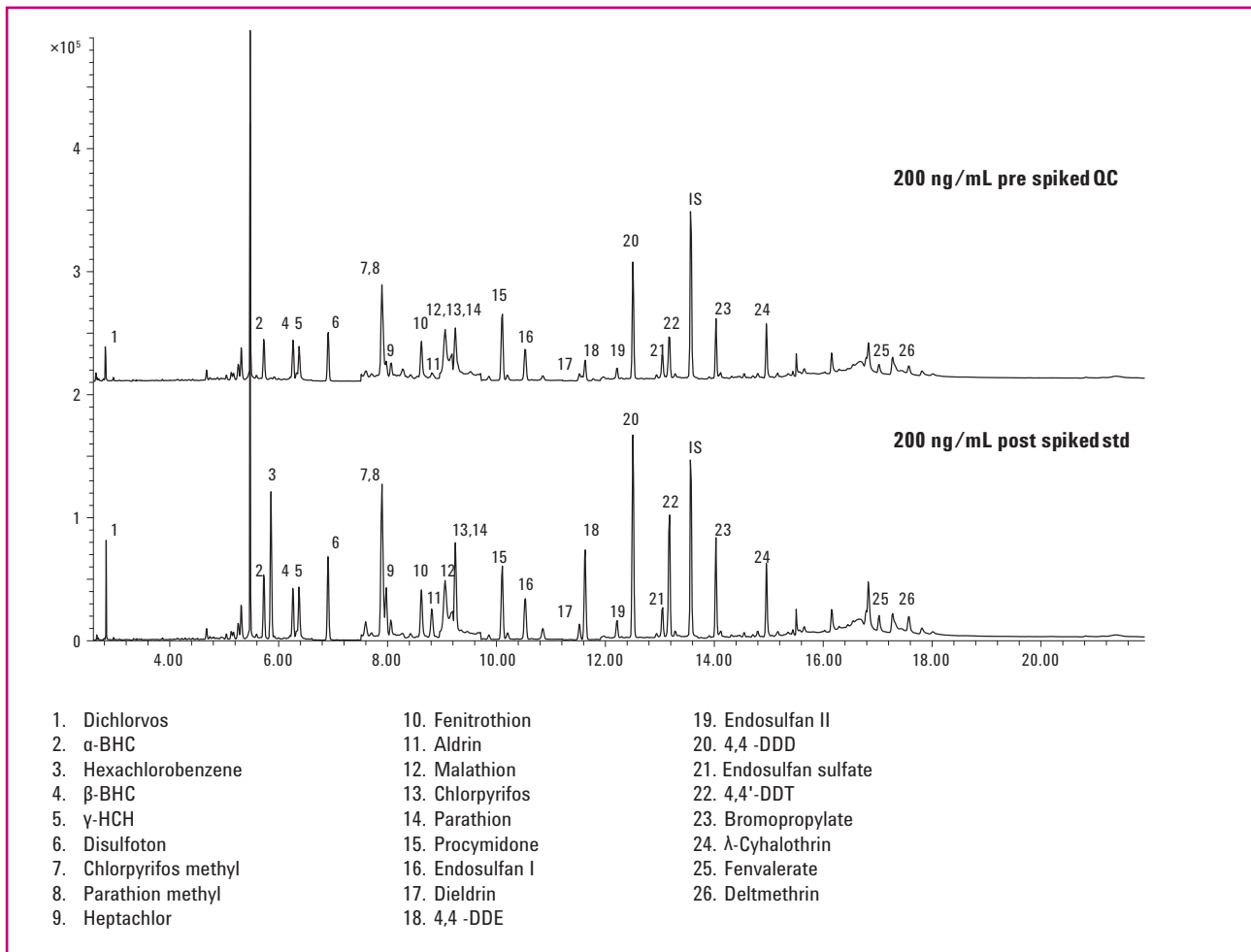


그림 3. 200ng/mL의 prematrix, postmatrix 첨가 시료의 GC/MS 크로마토그램. 이 결과는 prespiked, postspiked 레몬 오일 추출물의 크로마토그램을 보여줍니다. 26가지 농약 성분 중 25가지가 평균 RSD 5% 미만의 재현성 있는 결과를 나타냈습니다.

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS Buffered EN Extraction Kit (부품 번호 5982-5650)

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC Dispersive SPE Kit for Fatty and Pigmented Produce (부품 번호 5982-5421)

Agilent J&W HP-5MS Ultra Inert Column, 15 m x 0.25 mm, 0.25 μm (부품 번호 19091S-431UI)

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-6432EN을 검색하십시오.

Agilent Bond Elut QuEChERS dSPE 시료 전처리 및 고효율 DB-5ms Ultra Inert GC 컬럼을 이용한 GC/MS 검출로 어류 내 다환방향족탄화수소 (PAH) 분석(발행물 5990-6668EN)

소개

이 응용에서는 어류에 포함된 미량 및 극미량의 다환방향족탄화수소(PAH)의 검출을 위한 QuEChERS dispersive 고체상 추출(dSPE) 시료 전처리법을 설명합니다. 이 분석은 Agilent 7693 Automatic Liquid Sampler와 Multimode Inlet(MMI)이 설치된 Agilent 5975B GC/MS 시스템과 Agilent 7890 GC를 이용해 수행되었습니다. 또한 GC에는 자동화된 백플러시를 위한 pressure controlled tee (PCT) post-column도 설치되어 있습니다. 회수율 범위는 80 ~ 139%입니다.

QuEChERS 절차



그림 1. 어류 시료를 위한 Agilent Bond Elut QuEChERS 수정 추출 절차

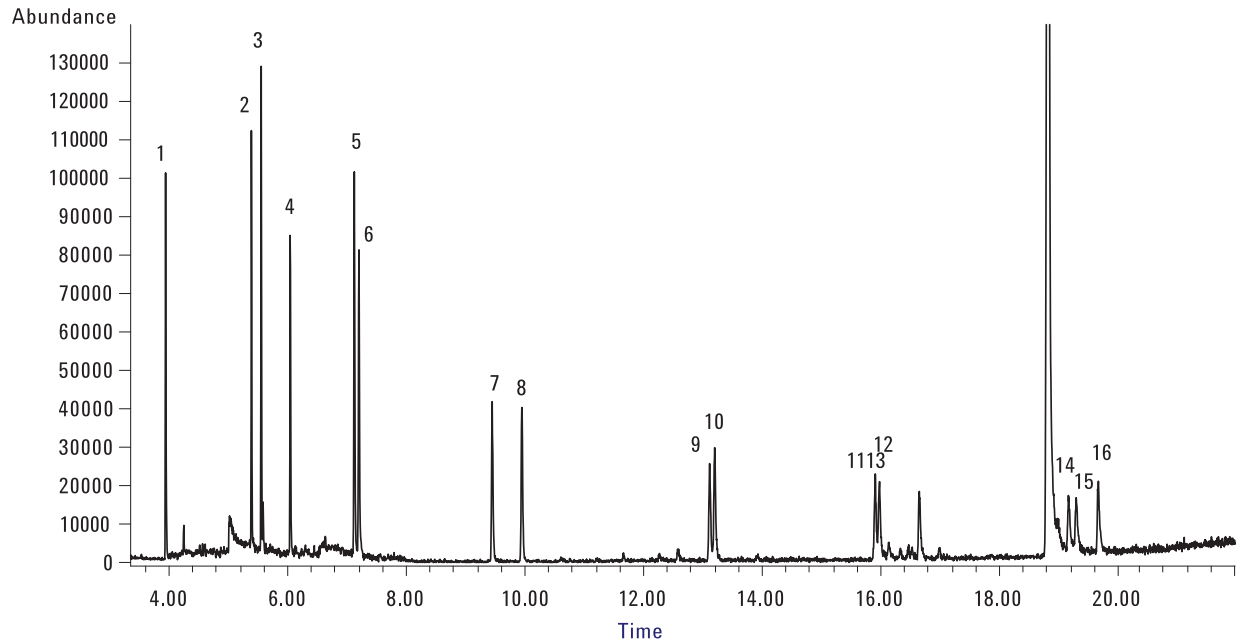
기기 조건

GC 조건	
컬럼:	Agilent J&W DB-5ms UI 20 m × 0.18 mm, 0.18 μm (부품 번호 122-5522UI)
GC/MSD:	Agilent 7890 GC/Agilent 5975B GC/MS 시스템
Sampler:	Agilent 7693 Automatic Liquid Sampler, 5.0 μL 시린지 (부품 번호 5181-1273)
PCT 장비:	Purged Ultimate Union (부품 번호 G3186-60580)
운반 가스:	헬륨, 일정 압력 모드, 1.7mL/min
Restrictor:	0.7 m × 0.15 mm id deactivated silica tubing
PCM 1:	3.8 psi, 일정 압력 모드
MMI:	0.5 μL splitless; 320 °C, purge flow 50 mL/min at 0.8 min; Gas saver 30 mL/min at 2 min
오븐:	50 °C (0.4 min), 25 °C/min to 195 °C (1.5 min), 8 °C/min to 265 °C, 20 °C/min to 315 °C (1.25 min)
Postrun backflush:	7 min at 315 °C, backflush pressure 70 psi, 2 psi inlet pressure during backflush
MSD:	340 °C transfer line, 340 °C source, 150 °C quad

유동 경로(Flow Path) 소모품

바이알:	Amber screw top glass vials (부품 번호 5183-2072)
바이알 캡:	Blue screw cap (부품 번호 5182-0717)
바이알 삽입튜브(Insert):	100 μL glass/polymer feet (부품 번호 5181-8872)
시린지:	5 μL (부품 번호 5181-1273)
Septum:	Advanced Green (부품 번호 5183-4759)
Inlet liners:	Deactivated dual-taper helix liner (부품 번호 G5188-5398)
Ferrules:	0.4 mm id short, 85/15 Vespel/graphite (부품 번호 5181-3323)
PCT 피팅:	Internal nut (부품 번호 G2855-20530)
PCT ferrules:	SilTite ferrules, 0.25 mm id (부품 번호 5188-5361)
20x Magnifier:	20x Magnifier loop (부품 번호 430-1020)

Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert 컬럼에서 16개 PAH 분리



- | | | |
|-------------------|--------------------------|-----------------------------|
| 1. Naphthalene | 7. Fluoranthene | 13. Benz[a]pyrene |
| 2. Acenaphthylene | 8. Pyrene | 14. Indeno[1,2,3-c,d]pyrene |
| 3. Acenaphthene | 9. Benz[a]anthracene | 15. Dibenzo[a,h]anthracene |
| 4. Fluorene | 10. Chrysene | 16. Benzo[g,h,i]perylene |
| 5. Phenanthrene | 11. Benzo[b]fluoranthene | |
| 6. Anthracene | 12. Benzo[k]fluoranthene | |

그림 2. Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert GC 캐필러리 컬럼 (부품 번호 122-5522UI)에서 500ng/mL PAH 표준품을 포함한 시료 매트릭스를 분석한 GC/MS 크로마토그램. 크로마토그래피 조건은 응용 자료의 표 1에서 확인 가능합니다.



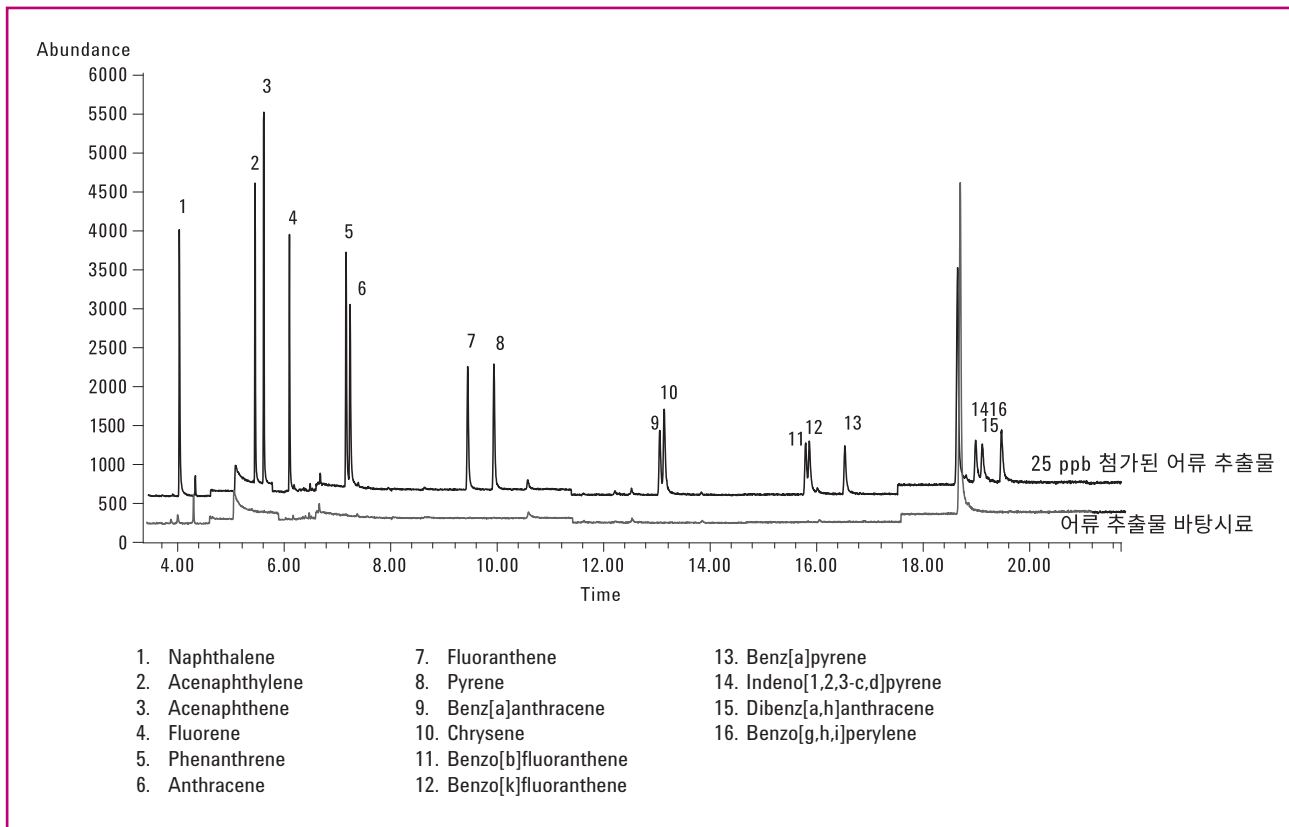


그림 3. Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert GC 캐필러리 컬럼으로 어류 추출물 바탕시료와 25ng/mL의 스파이크 어류 추출물을 분석한 GC/MS SIM 크로마토그램. 크로마토그래피 조건은 응용 자료의 표 1에서 확인 가능합니다.

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS Extraction Salt Packet (부품 번호 5982-6555)

Agilent Bond Elut QuEChERS Fatty Sample Dispersive SPE, 15 mL Tubes (부품 번호 5982-5158)

Agilent Bond Elut QuEChERS Ceramic Homogenizers, 50 mL Tubes (부품 번호 5982-9313)

Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert Column, 20 m × 0.18 mm, 0.18 μm (부품 번호 122-5522U)

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-6668EN을 검색하십시오.

Wool이 들어있는 Ultra Inert Liner를 이용한 GC/MS/MS 검출로 식품 내 농약 분석(발행물 5990-7706EN)

소개

이 응용에서는 농약의 다성분 잔류 농약 분석을 위한 QuEChERS 시료 전처리 방법을 설명합니다. 이 실험을 위해 흰색 꽃, 바나나, 딸기, 배, 양상추 등의 5가지 과일 및 채소가 선정되었습니다. Agilent Ultra Inert liner의 평가를 위해서는 대표성을 띠는 33가지의 서로 다른 농약이 선택되었습니다. 농약 표준품 QuEChERS AOAC 분석법에 의해 추출된 과일 및 채소 매트릭스 바탕시료에 스파이킹되었습니다. 모든 실험은 7693B Autosampler가 설치된 Agilent 7890A GC와 7000 시리즈 Triple Quadrupole MSD 시스템에서 이루어졌습니다. 추출된 시료는 Agilent Wool이 들어있는 Ultra Inert Liner의 우수한 성능을 입증하기 위한 목적으로 사용되었습니다.

QuEChERS 절차

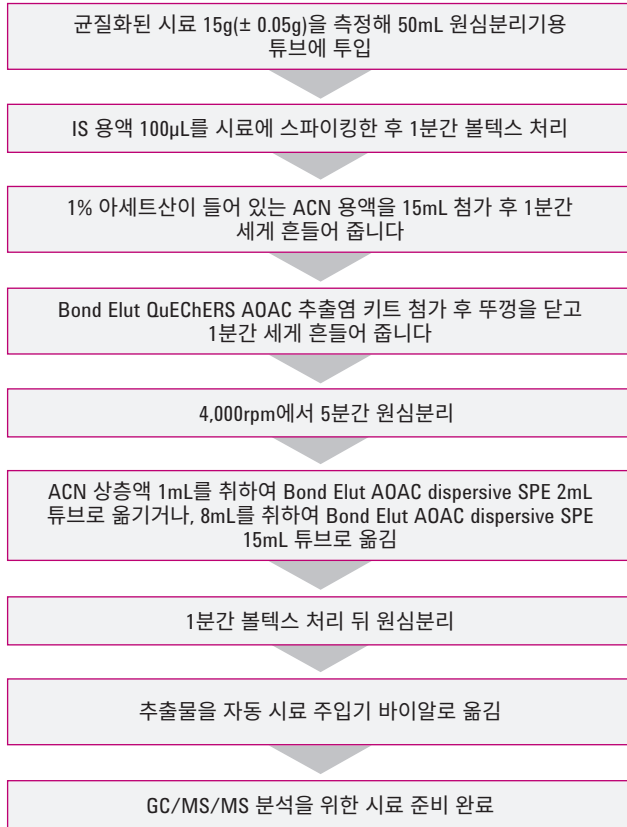


그림 1. 식품 내 농약 분석을 위한 QuEChERS AOAC 시료 전처리 절차

기기 조건

GC 조건	
분석 컬럼:	Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert, 15 m × 0.25 mm, 0.25 µm (부품 번호 19091-431UI)
GC:	Agilent 7890A 시리즈
Autosampler:	Agilent 7693 Autosampler 및 시료 트레이, 5µL 시린지 (부품 번호 5181-5246), 1µL 주입량. 주입 후 용매 A (acetone) 세척: 3 시료 펌프: 3 주입 후 용매 B (acetonitrile) 세척: 3
운반 가스:	헬륨, 일정 압력 모드
Inlet:	MMI inlet, pulsed splitless 모드: 280 °C,
주입 펄스 압력:	36 psi until 1 min
Split 배출구 퍼지 유속:	50 mL/min at 1 min
Inlet 압력:	작동 중에는 18.35 psi (RT locked), 백플러시 중에는 1.0 psi
머무름 시간(RT) 고정:	Chlorpyrifos methyl at 8.298 min
오븐 프로파일:	100 °C for 2 min, then to 150 °C at 50 °C/min, to 200 °C at 6 °C/min, to 280 °C at 16 °C/min and hold for 6 min (시료 분석의 경우); 100 °C for 1 min, then to 280 °C at 100 °C/min and hold for 5.2 min (matrix blank 분석의 경우)
Post run:	2 min at 280 °C
Capillary flow technology:	Purged Ultimate Union (부품 번호 G3182-61580) – 분석 컬럼 및 inlet의 백플러시에 사용
Aux EPC 가스:	헬륨 가스가 Purged Ultimate Union 통과
Bleed line:	0.0625 in od × 0.010 in id × 100 cm, 316 SS 튜브, 오븐 위에 놓임
Aux 압력:	작동 중에는 4 psi, 백플러시 중에는 75 psi
연결:	Between inlet and Purged Ultimate Union (부품 번호 G3182-61580)
Restrictor:	Inert fused silica tubing, 0.65 m × 0.15 mm (부품 번호 160-7625-5)
연결:	Purged Ultimate Union과 MSD 사이의 연결
MSD:	Agilent 7000 Triple Quadrupole Inert with performance electronics
진공 펌프:	Performance turbo
모드:	MRM
Tune file:	Atune.u
Transfer line 온도:	280 °C
소스 온도:	300 °C
Quad 온도:	Q1 및 Q2, 150 °C
용매 지연 시간:	2.3 min
충돌 가스 유속:	He quench gas at 2.35 mL/min, N ₂ collision gas at 1.5 mL/min
MS 분리능:	MS1, MS2, 1.2 u

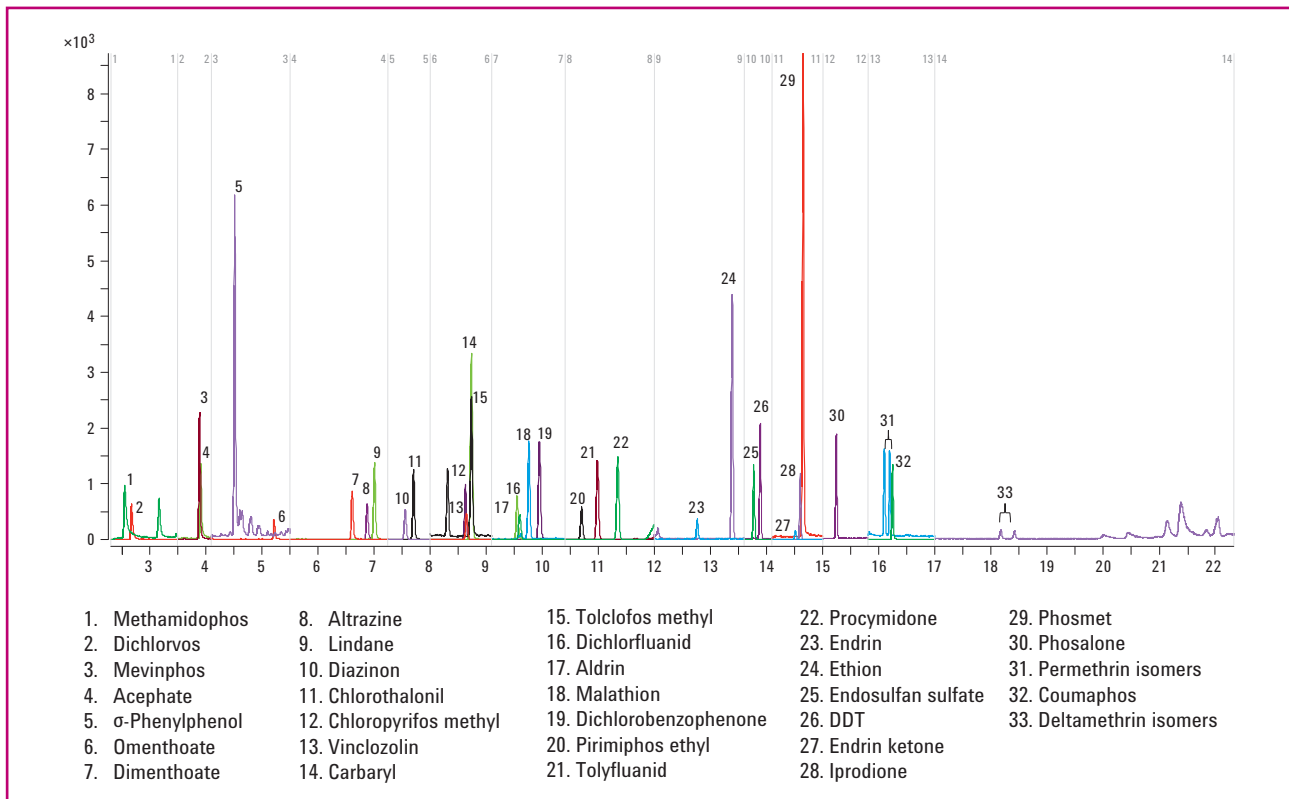


그림 2. Wool이 들어있는 Ultra Inert Liner를 이용한 10ppb 스파이킹 QuEChERS 시료의 GC/MS/MS 크로마토그램(MRM)

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS Buffered AOAC Extraction Kit (부품 번호 5982-5755)

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC Dispersive SPE Kit for General Fruits and Vegetables, 2 mL (부품 번호 5982-5022)

Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert GC Column, 15 m x 0.25 mm, 0.25 μ m (부품 번호 19091-431UI)

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-7706EN을 검색하십시오.

Agilent 7000 Triple Quadrupole GC/MS 시스템을 이용한 바다 갑각류 내 화학적 오염물 측정(발행물 5990-7714EN)

소개

이 응용에서는 선택된 바다 홍합 조직 내 유기염소계 농약, 다환방향족탄화수소, 폴리염화 바이페닐 물질의 검출을 위한 QuEChERS 시료 전처리법을 설명합니다. 이 분석은 이산화탄소 냉각 방식 Multimode Inlet(MMI) 과 Agilent 7693A Automatic Liquid Sampler가 설치된 Agilent 7890 GC 및 Agilent 7000 Triple Quadrupole GC/MS 시스템을 이용해 진행되었습니다. 이 응용법에서는 QuEChERS 추출법과 튜브 기반 SPE cleanup 단계를 결합하여 GC/QQQ로 표적 분석물을 확인할 수 있는 최종 추출물을 생성합니다.

기기 조건

GC 조건

컬럼 (1):	Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert, 15 m × 0.25 mm id, 0.25 μm (부품 번호 122-5512UI)
컬럼 (2):	Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert, 0.65 m × 0.15 mm id, 0.15 μm (Cut from Part No. 165-6626)
주입 모드 (1):	1 μL cold pulsed splitless using CO ₂ cooled Multimode Inlet (MMI), 10μL 시린지
Inlet 온도 프로그램:	50 °C (0.05 min), 600 °C/min to 325 °C
Inlet pressure pulse:	13.0 psig for 0.75 min
Split 배출구 퍼지 유속:	50 mL/min at 1.0 min
주입 포트 라이너:	2 mm id, multi-baffled (부품 번호 5190-2296)
주입 모드 (2):	10 μL solvent vent using CO ₂ -cooled Multimode Inlet (MMI), 25μL 시린지
Inlet 온도 프로그램:	40 °C (0.31 min), 600 °C/min to 325 °C
Inlet vent 압력:	5.0 psig
Inlet vent 유속:	100 mL/min
Inlet vent 시간:	0.31 min
Outlet 압력:	0 psig
주입 속도:	100 μL/min
Split 배출구 퍼지 유속:	50 mL/min at 1.0 min
주입 포트 라이너:	2 mm id, multi-baffled (부품 번호 5190-2296)
운반 가스:	헬륨, 일정 압력 모드, 1.2mL/min
오븐 온도 프로그램:	50 °C (1 min), 20-200 °C/min (0 min), 10 °C/min, 300 °C (1.5 min)
RTL 화합물:	PCB 118, locked at 12.370 min
Pressure controlled tee:	G3186B, 2.0 psig 고정 압력에서 작동
백플러시 조건:	Inlet 압력

MC 조건

MS transfer line 온도:	325 °C
MS 소스:	300 °C
MS quad 1, 2 온도:	150 °C, 150 °C
Collision cell gases:	질소 1.5 mL/min, 헬륨 2.25 mL/min
MS1/MS2 분리능:	Wide/wide
MRM 설정:	응용 자료의 표 3 참조
전자 에너지:	-70 eV
이온화 모드:	Electron impact (EI)
EI Autotune:	Gain normalized
Gain factor:	5



QuEChERS 절차

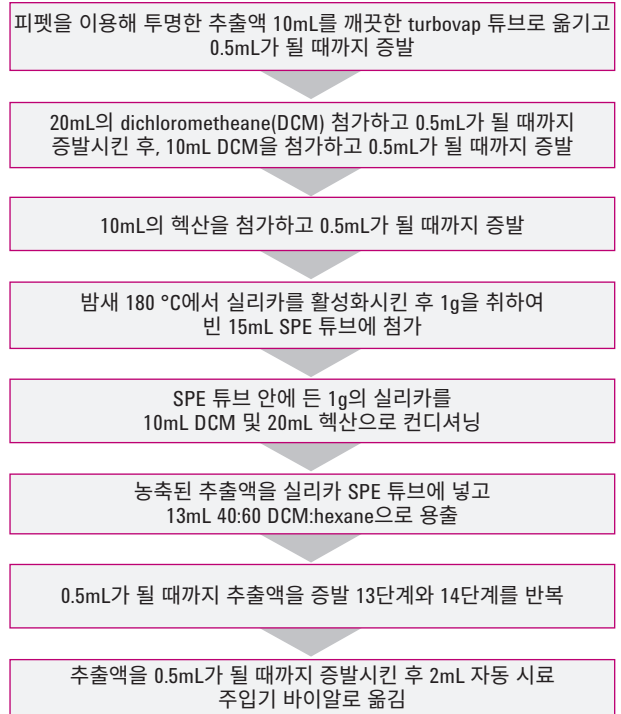
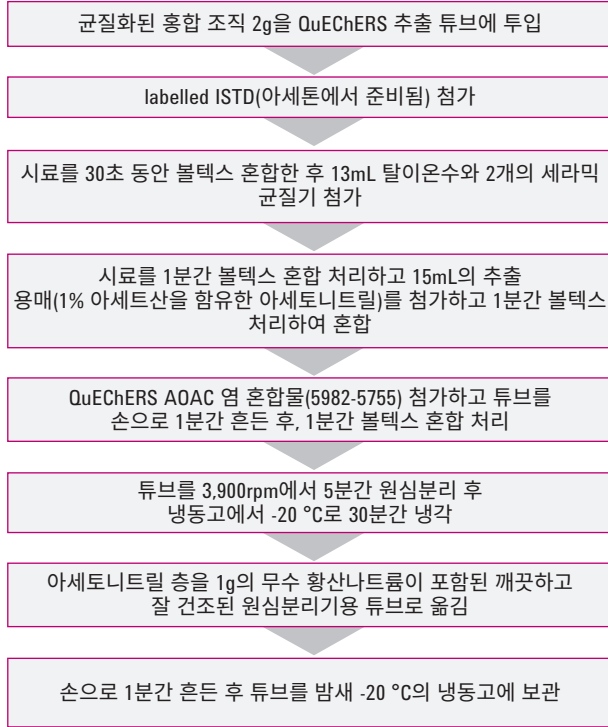


그림 1. 갑각류 내 오염물질 분석을 위한 QuEChERS 시료 추출 및 clean-up 절차

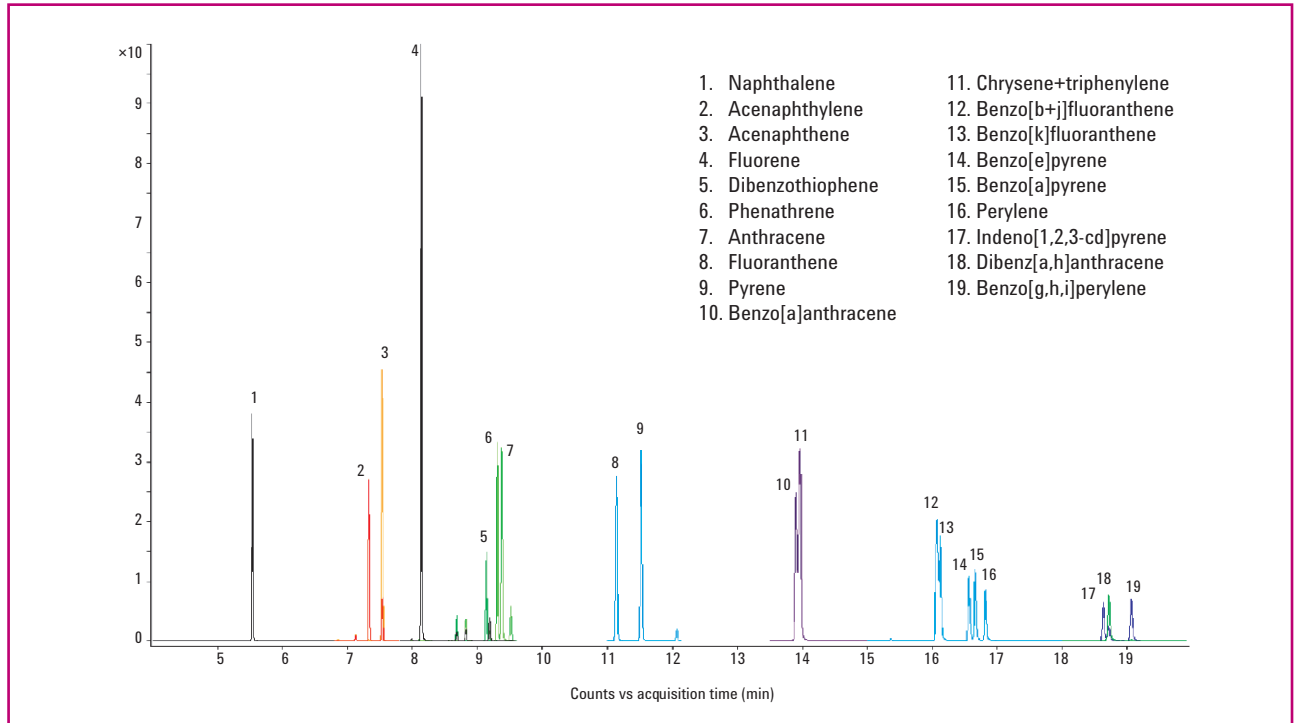


그림 2. PAH 분석물의 TIC MRM 크로마토그램



그림 3. 스파이킹된 혼합 조직 내 (a) OCP, (b) PAH, (c) PCB 분석물 회수율에 대한 시각화 결과

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS Buffered AOAC Extraction Kit (부품 번호 5982-5755)

Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert Column, 15 m x 0.25 mm, 0.25 μm (부품 번호 122-5512UI)

Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert Column, 0.65 m x 0.15 mm, 0.15 μm (Cut from Part No. 165-6626)

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-7714EN을 검색하십시오.

여러가지 시료 전처리법으로 밀에 포함된 Trichothecenes, Zearalenone에 대해 LC/MS/MS 분석 수행(발행물 5990-9107EN)

소개

이 응용에서는 QuEChERS 수정 분석법과 Agilent Bond Elut Mycotoxin SPE로 시료를 전처리하고 LC/MS/MS로 Trichothecenes, Zearalenone을 검출하는 방법을 설명합니다. 이 분석에는 MassHunter Optimizer 소프트웨어가 설치된 Agilent 6460 Triple Quadrupole LC/MS가 사용되었습니다. 면역 친화도 추출 대비 회수율 범위는 72 ~ 105%입니다. QuEChERS 방법과 마이코톡신 컬럼을 사용한 전통적인 SPE cleanup 모두 우수한 회수율을 나타냈습니다. SPE cleanup을 이용한 시료는 더 깨끗하고 더 낮은 검출 한계를 보였으며, QuEChERS 방법으로 전처리한 시료는 보다 빠른 진행이 가능했습니다.

기기 조건

HPLC 조건

컬럼:	Agilent ZORBAX Rapid Resolution HT Eclipse Plus C18, 2.1 × 100 mm, 1.8 μm (부품 번호 959764-902)
기기:	Agilent 6460 Triple Quadrupole LC/MS, Agilent 1290 Infinity LC
유속:	0.25 mL/min
컬럼 온도:	30 °C
주입량:	10 μL
이동상:	A: 물 + 0.2% acetic acid, 5 mM ammonium acetate B: 물 + 0.2% acetic acid, 5 mM ammonium acetate

MS/MS 조건

Agilent Jet Stream이 설치된 ESI 파라미터, 양/음 극성의 빠른 전이	
건조 가스 온도:	200 °C
건조 가스 유속:	8 L/min
Nebulizer 압력:	45 psi
Sheath 가스 온도:	400 °C
Sheath 가스 유속:	12 L/min
캐필러리 전압:	± 3,000 V
노즐 전압:	± 500 V
Delta EMV:	500 V
분리능:	Unit, unit

QuEChERS 절차



그림 1. 곡물 분석을 위한 QuEChERS AOAC 시료 전처리 절차

Bond Elut Mycotoxin 분석법



그림 2. 곡류 마이코톡신 분석을 위한 Bond Elut Mycotoxin SPE 시료 전처리

표 1. trichothecenes, zearalenone 분석을 위한 MS 조건

Mycotoxin	Precursor ion	Product ion	Fragmentor	Collision energy	극성
15-acetyl Deoxynivalenol	356	321	95	5	Positive
15-acetyl Deoxynivalenol	356	137	95	8	Positive
15-acetyl Deoxynivalenol	339	137	105	12	Positive
3-acetyl Deoxynivalenol	397	337	95	4	Negative
3-acetyl Deoxynivalenol	397	59	95	20	Negative
Diacetoxyscirpenol (DAS)	384	307	105	4	Positive
Diacetoxyscirpenol (DAS)	384	247	105	6	Positive
Deoxynivalenol (DON)	355	265	95	4	Negative
Deoxynivalenol (DON)	355	59	95	20	Negative
Fusarenone-X	413	263	95	8	Negative
Fusarenone-X	413	59	95	28	Negative
HT-2 toxin	442	263	105	4	Positive
HT-2 toxin	442	215	105	4	Positive
Neosolaniol	400	215	95	16	Positive
Neosolaniol	400	185	95	16	Positive
Nivalenol	371	311	108	4	Negative
Nivalenol	371	281	108	8	Negative
Nivalenol	371	59	108	24	Negative
T-2 toxin	484	215	120	16	Positive
T-2 toxin	484	185	120	14	Positive
Zearalenone	317	175	190	16	Negative
Zearalenone	317	131	190	24	Negative
Zearalanone	319	275	185	16	Negative
Zearalanone	319	205	185	16	Negative

표 2. QuEChERS 수정 분석법과 카트리지 SPE 방법으로 전처리한 50µg/kg (n=9) 스파이킹 밀 시료의 회수율 데이터 비교

분석물	분석물 머무름 시간 (min)	수정 QuEChERS 회수율 (%)	수정 QuEChERS RSD (%)	BE Mycotoxin SPE 회수율 (%)	BE Mycotoxin SPE RSD (%)
Nivalenol	5.6	73	7	93	11
Deoxynivalenol	6.4	85	8	84	11
Fusarenon-X	6.8	81	9	89	9
Neosolaniol	6.8	94	9	77	9
15-acetyl Deoxynivalenol	7.2	88	9	72	10
3-acetyl Deoxynivalenol	7.2	100	9	92	11
Diacetoxyscirpenol	7.7	105	2	104	3
HT-2	8.0	83	8	99	4
T-2 toxin	8.2	83	8	100	4
Zearalenone	8.4	87	8	79	9

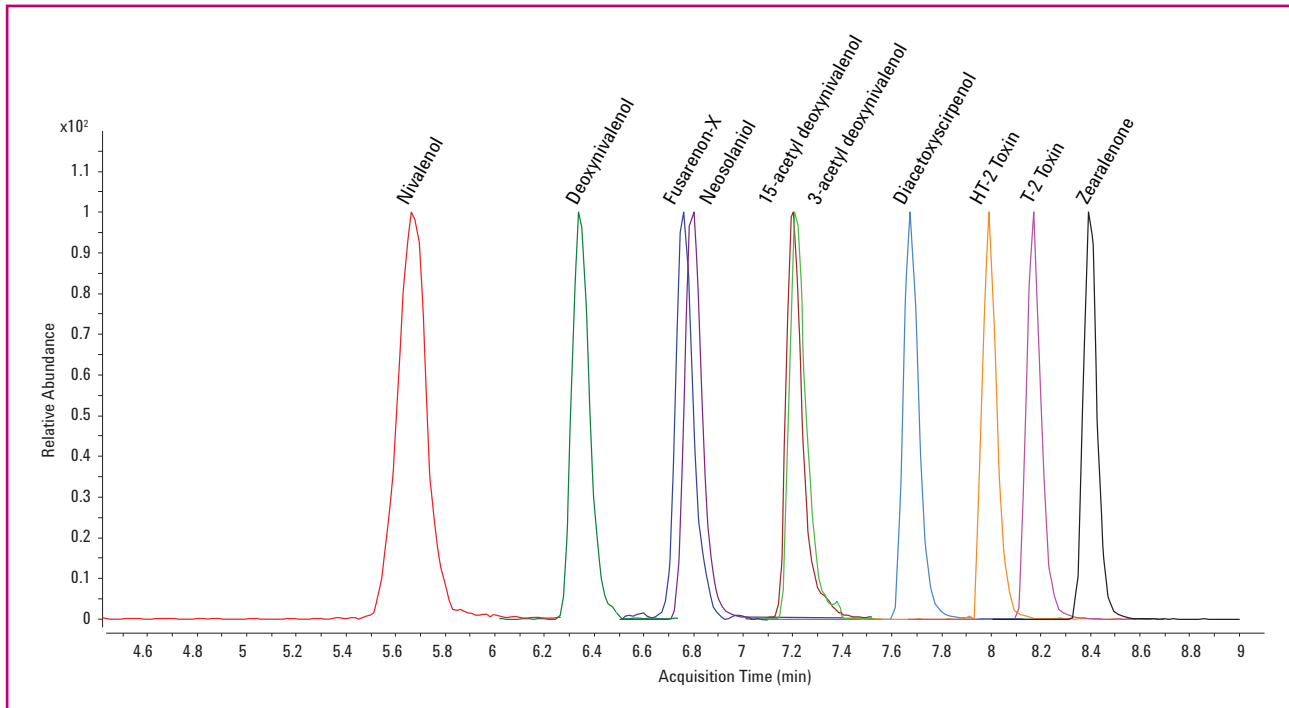


그림 3. 50 ppb 밀 매트릭스 표준품; 1차 transition의 표준화 크로마토그램. 이 방법에서는 15-acetyl DON과 3-acetyl DON 이 두 이성질체에 대해 크로마토그래피 분리를 진행하지 않습니다. 이들은 서로 다른 스펙트럼 극성을 통해 구분되기 때문입니다.

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS Nonbuffered Extraction Packet (부품 번호 5982-5550)

Agilent Bond Elut QuEChERS Dispersive SPE Kit (부품 번호 5982-5022)

Agilent Bond Elut Mycotoxin SPE Cartridge, 500mg, 3mL (부품 번호 12102167)

Agilent ZORBAX Rapid Resolution HT Eclipse Plus C18 Column, 2.1 x 100 mm, 1.8 μ m (부품 번호 959764-902)



이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-9107EN을 검색하십시오.

최적화된 추출/cleanup 방법과 Agilent 7000 시리즈 Triple Quadrupole GC/MS 시스템을 이용한 건조 차 시료 내 여러 잔류 농약 성분 측정(발행물 5990-9865EN)

소개

이 응용에서는 차에서 농약 성분을 효과적으로 추출하는 최적화된 QuEChERS 시료 전처리법을 설명하며, 동시에 크로마토그래피 피크 모양과 분석물 머무름 시간을 변화시키고 감도를 잃게 만드는 카페인 및 기타 공동추출 물질의 추출을 최소화할 수 있는 방법을 설명합니다. 차 추출물은 MRM 모드에서 GC/MS/MS 분석을 거쳤으며, Agilent 7890 GC와 Agilent 7000B Triple Quadrupole GC/MS 시스템으로 분석되었습니다. 이 새로운 방법은 QuEChERS 추출과 그 뒤에 이어지는 액체 추출물의 clean-up을 통해 일관된 결과를 약속합니다.

QuEChERS 절차

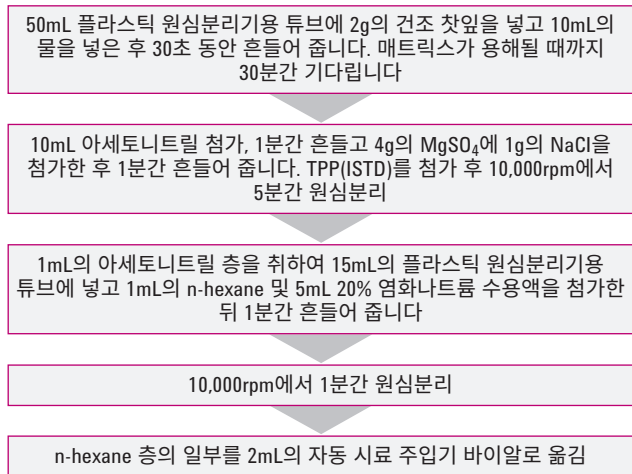


그림 1. 차 분석을 위한 QuEChERS 시료 추출 및 clean-up 방법

기기 조건

GC 조건

컬럼 (1):	Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert, 15 m × 0.25 mm, 0.25 μm (부품 번호 19091S-431U)
컬럼 (2):	Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert, 0.50 m × 0.15 mm, 0.15 μm (Cut from Part No. 165-6626)
Capillary flow 장치:	Pressure controlled tee (PCT)와 pneumatics control module (PCM)
Auto-sampler:	Agilent 7693A Automatic Liquid Sampler
주입:	2 μL cold splitless using CO ₂ -cooled Multimode Inlet (MMI)
Splitless 지속시간:	1 min
주입:	Port liner 2 mm id dimpled deactivated liner (부품 번호 5190-2296)
Inlet 온도 프로그램:	50 °C (0.1 min), 600 °C/min to 300 °C
Split 배출구 퍼지 유속:	50 mL/min at 1.0 min
RTL 화합물:	Trifluralin, locked to 6.219 min
운반 가스:	헬륨
Inlet 압력:	17.460 psig 일정 압력 모드(작동 중)
PCM 압력:	2.0 psig 일정 압력 모드(작동 중)
오븐 프로그램:	50 °C (1.0 min), 50 °C/min to 150 °C, 6 °C/min to 200 °C, 16 °C/min to 280 °C (4.07 min)
Post-run 시간:	2.0 min
Post-run 온도:	280 °C
Post-run 압력:	Inlet 1.0 psig, PCM 60.0 psig
MS transfer line 온도:	280 °C

MS 조건

이온화 모드:	전자 이온화
전자 에너지:	-70 eV
툰:	El autotune
EM gain:	10
MS1 분리능:	1.2 amu full width at half maximum
MS2 분리능:	1.2 amu full width at half maximum
Transitions:	응용 자료의 참고문헌 [2] 참조
Collision energies:	응용 자료의 참고문헌 [2] 참조
Dwell time:	2-28 ms(매 시간 창 당 transition 횟수에 따름), 5주기/s
Collision cell gas 유속:	질소 1.5 mL/min, 헬륨 2.25 mL/min
MS 온도 영역:	Ion source 280 °C, Q1 150 °C, Q2 150 °C

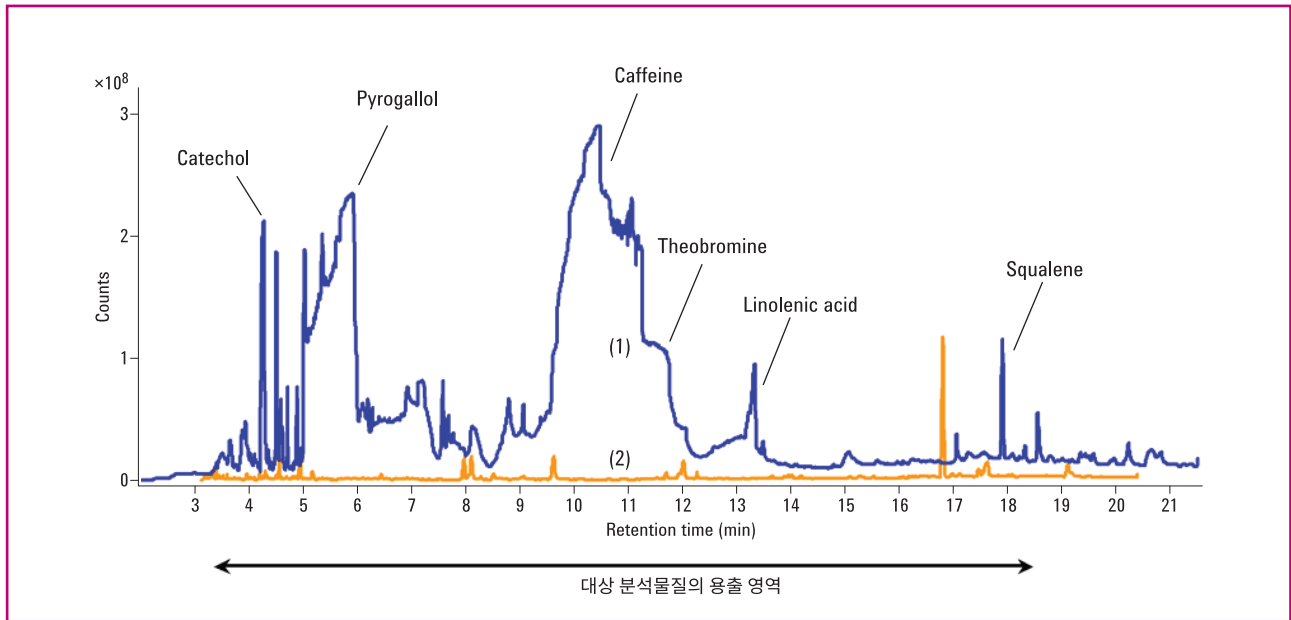


그림 2. 아세트니트릴 추출 후 QuEChERS 추출액의 전체 스캔 MS 크로마토그램에는 매우 높은 존재비의 카페인과 기타 공동 추출물이 표시되었으며(1 푸른색), 이와 반면에 액체-액체 추출법을 적용했을 경우 최종 추출액의 카페인과 기타 공동 추출물은 현저히 감소된다는 것을 볼 수 있습니다(2 노란색).

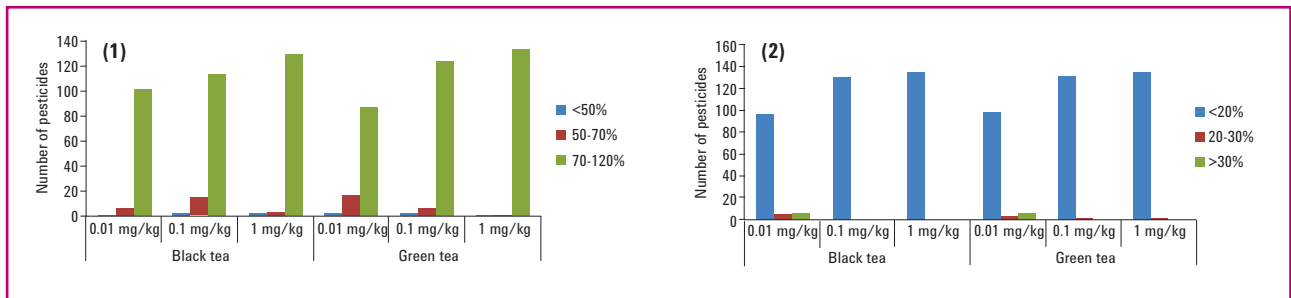


그림 3. 스파이크 농도가 각각 0.01, 0.1, 1mg/kg일 때 녹차와 홍차 시료 내 잔류 농약 성분의 (1) 전체적인 회수율 및 (2) RSD 분포도

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut QuEChERS Nonbuffered Extraction Packet (부품 번호 5982-5550)

Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert Column, 15 m x 0.25 mm, 0.25 μm (부품 번호 19091S-431UI)

Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert Column, 0.50 m x 0.15 mm, 0.15 μm (Cut from Part No. 165-6626)

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-9865EN을 검색하십시오.

LC/MS/MS와 수정된 QuEChERS 분석법의 조합으로 동물성 식품 내 36종 동물용 의약품 측정(발행물 5991-0013EN)

소개

이 응용에서는 식품에서 sulfanilamides, macrocyclic lactones, quinolones, clopidols 등 4가지 종류의 동물용 의약품을 검출하기 위한 QuEChERS 수정 방법을 설명합니다. 이 방법으로 4가지 종류의 동물용 의약품 모두에서 만족할 만한 회수율이 달성되었습니다. 기기 분석은 Diode Array Detector가 설치된 Agilent 1260 Infinity LC, Agilent Jet Stream technology 전기분무 이온화 소스 기능이 있는 Agilent 6460 Triple Quadrupole LC/MS를 이용해 이루어졌습니다. 이 방법은 육류 매질 뿐 아니라, 달걀, 우유, 꿀 시료에서도 성공적으로 사용할 수 있었습니다.

QuEChERS 절차

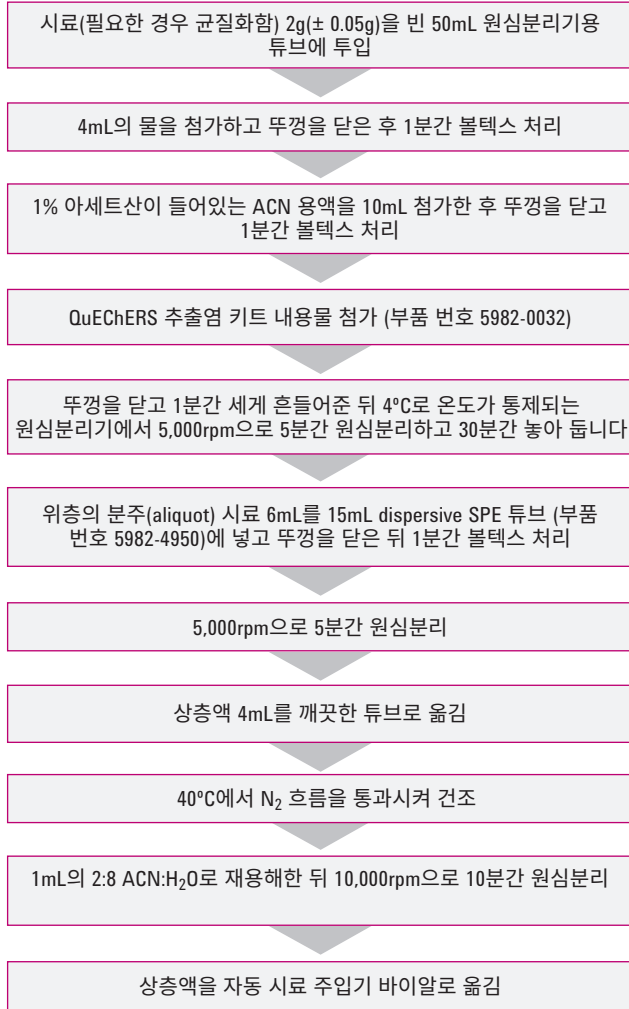


그림 1. 동물성 식품 내 동물용 의약품 분석을 위한 QuEChERS AOAC 시료 전처리 절차

기기 조건

HPLC 조건

컬럼:	Agilent ZORBAX Solvent Saver HD Eclipse Plus C18, 3.0 × 100 mm, 1.8 μm	
유속:	0.5 mL/min	
컬럼 온도:	30 °C	
주입량:	5 μL	
이동상:	A: H ₂ O 0.1% formic acid B: ACN	
이동상 변화도:	시간(min)	%A %B
	0.0	90 10
	0.5	90 10
	1.0	80 20
	4.0	75 25
	8.0	40 60
	9.0	5 95
	12.0	5 95
	12.1	90 10
	15.0	90 10

MS 조건

극성:	Positive
가스 온도:	300 °C
가스 유속:	7 L/min
Nebulizer:	50 psi
Capillary:	3,000 V
Sheath 가스 온도:	350 °C
Sheath 가스 유속:	10 L/min
스캔 모드:	DMRM



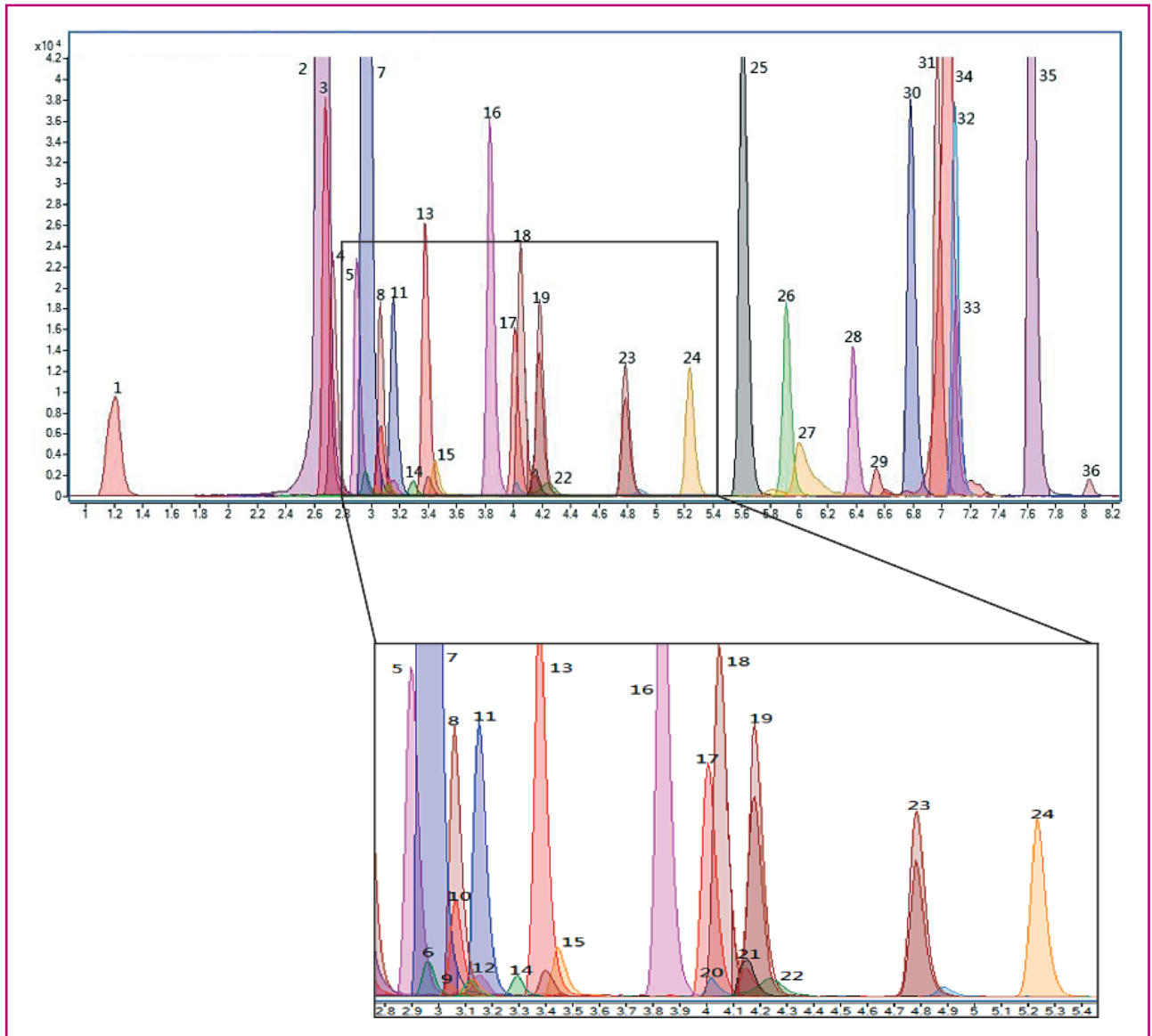


그림 2. 동물용 의약품의 MRM 추출물 크로마토그램

표 1. 추출 단계의 최적화 결과. 더 우수한 회수율을 위해 선택된 Na₂SO₄를 포함한 추출염 혼합물

분석법	1	2	3	4
추출염	MgSO ₄ +NaCl	Na ₂ SO ₄ +NaCl	Na ₂ SO ₄ +NaCl	Na ₂ SO ₄ +NaCl
dispersive-SPE 혼합물	C18EC+MgSO ₄	C18EC+Na ₂ SO ₄	C18EC+Na ₂ SO ₄	C18EC+Na ₂ SO ₄
추출 용매	1% 포름산 아세토니트릴	1% 포름산 아세토니트릴	1% 포름산 아세토니트릴	1% 포름산 아세토니트릴
물	8mL	8mL	4mL	4mL
macrocyclic lactone의 평균 회수율	22.95%	43.66%	45.12%	70.46%
sulfanilamide의 평균 회수율	10.86%	25.96%	33.25%	54.35%
quinolone의 평균 회수율	86.79%	47.69%	62.69%	64.44%
clopidol의 평균 회수율	55.12%	38.02%	49.89%	65.37%
Zearalenone	8.4	87	8	79

표 2. dispersive SPE 파라미터 최적화 결과. 보다 우수한 용통성을 위해 선택된 PSA 포함 dSPE 혼합물

분석법	1	2	3	4	5
추출염	Na ₂ SO ₄ +NaCl	Na ₂ SO ₄ +NaCl	Na ₂ SO ₄ +NaCl	Na ₂ SO ₄ +NaCl	Na ₂ SO ₄ +NaCl
dispersive-SPE 혼합물	50 mg PSA+ 150 mg C18EC+ 900 mg Na ₂ SO ₄	100 mg PSA+ 150 mg C18EC+ 900 mg Na ₂ SO ₄	50 mg SAX+ 150 mg C18EC+ 900 mg Na ₂ SO ₄	100 mg NH ₂ + 150 mg C18EC+ 900 mg Na ₂ SO ₄	300 mg C18EC+ 900 mg Na ₂ SO ₄
추출 용매	1% 아세트산 아세토니트릴	1% 아세트산 아세토니트릴	1% 아세트산 아세토니트릴	1% 아세트산 아세토니트릴	1% 아세트산 아세토니트릴
물	4mL	4mL	4mL	4mL	4mL
macrocyclic lactone의 평균 회수율	54.57%	42.23%	59.87%	33.70%	66.10%
sulfanilamide의 평균 회수율	64.37 %	63.27 %	77.35%	51.71%	71.80%
quinolone의 평균 회수율	73.88%	88.34 %	76.82%	97.03%	84.66%
clopidol의 평균 회수율	85.12%	100.11%	71.57%	70.27%	91.17%

위의 응용법에 쓰인 제품들

Agilent Bond Elut Extraction Tubes (부품 번호 5982-0032)

Agilent Bond Elut QuEChERS Dispersive SPE Kits for Drug Residues (부품 번호 5982-4950)

Agilent ZORBAX Solvent Saver HD Eclipse Plus C18 Column, 3.0 x 100 mm, 1.8 μm (부품 번호 959757-302)

이 응용 자료의 전문을 보시려면 agilent.com/chem에서 5990-0013EN을 검색하십시오.

애질런트 LC 및 GC 기기로 추출된 분석물을 빠르고 정확하게 측정하십시오

LC 및 LC/MS 기기

어려운 정량 및 정성 분석에서 발휘되는 독보적인 성능

최고의 LC 기술에서부터, MS 스펙트럼의 정확성과 정밀도 및 스펙트럼 라이브러리 없이 실험식을 식별할 수 있는 TOF-MS 시스템에 이르기까지, 애질런트 LC/MS 기기는 미지 성분 확인, 정량분석 및 대상 화합물 분석을 확실하게 수행하도록 도와드립니다.



Agilent 6230 TOF LC/MS



Agilent 1290 Infinity LC

GC/MS 기기

복잡한 매트릭스 시료와 까다로운 환경에서도 높은 감도와 선택성을 제공

기체상(phase) 분석의 목표가 목적 성분의 정량 분석이든 미지 성분의 발견이든, 획기적인 검출 한계와 고속 측정을 동시에 모두 완벽하게 달성할 수 있는 가장 좋은 방법은 GC/MS/MS 전용 시스템을 사용하는 것입니다.



7000B Triple Quadrupole GC/MS

어려운 분석에는 애질런트 컬럼과 소모품이 필수적입니다

식품의 안전성 테스트는 그 어느 때보다도 중요해졌으며, 분석의 어느 단계에서도 결과 및 생산성에 차질이 빚어져서는 안 됩니다. 이러한 이유로 애질런트의 컬럼과 소모품은 복잡한 식품 응용 분석에서 핵심적인 가치인 기기 성능을 최상으로 유지하면서도 타사 제품에 비해 긴 수명을 보장하도록 제작되었습니다.

결과의 정확성을 최대로 끌어내기 위한 컬럼과 표준품:

- HPLC와 UHPLC용 Agilent ZORBAX 및 Poroshell 120 컬럼
- GPC/SEC 컬럼 및 표준품 – PLgel, PL aquagel-OH, 특화된 컬럼 및 EasiVial 표준품 포함
- Agilent J&W GC 컬럼 – Ultra Inert 컬럼, 고효율 컬럼, 고선택성 컬럼, PoraBOND PLOT 컬럼 포함
- GC, LC, MS용 테스트 및 성능검증 표준품
- 특수한 목적을 위한 사용자 맞춤형 GC, LC 컬럼



최고의 기기 성능 발휘를 위한 애질런트 설계의 소모품:

- Agilent Inert Flow Path 부품들(Ultra Inert liner, gold seal, UltiMetal Plus Flexible Metal ferrule 등)을 이용해 식품 내에 극미량으로 포함된 까다로운 활성 화합물의 GC 분석 성능을 향상시켜 보십시오.
- 폭넓은 GC, LC, MS, 원자 및 분자 분광기 포트폴리오
- Agilent CrossLab, 주요 분석 장비에 사용할 수 있는 GC, LC 소모품 포트폴리오
- MS 분석 바이알 키트, Ultra Inert inlet liner, 기타 혁신적인 소모품
- 크로마토그램 전문가들이 크로마토그램 분석가를 위해 특별히 설계한 애질런트 pH 측정기 및 전극



색인

분석물

아크릴아미드	26, 57
항생제	53, 73, 76, 97
호르몬	32
마이코톡신	92
농약	15, 18, 21, 24, 28, 30, 34, 36, 39, 41, 44, 47, 50, 61, 63, 65, 67, 70, 78, 81, 87, 95
다환방향족탄화수소(PAH)	55, 84, 89
폴리염화 바이페닐(PCB)	59, 89
다환 방향족 탄화수소(PNA)	84, 89
trichothecenes	92
동물용 의약품	97
zearalenone	92

매트릭스

페이지

사과	15, 18, 21, 36, 39, 61, 63
이유식	50
바나나	87
닭	53
오이	28
달걀	97
어류	55, 59, 84
밀가루	67
꿀	97
양상추	61, 87
간	73, 76
우유	97
식용유	26
레몬 오일	81
올리브유	78
오렌지	67
배	67, 87
고추	67
돼지고기	97
감자	57
쌀	65
갑각류, 홍합	89
갑각류, 새우	32
시금치	24, 41, 44, 47, 67



딸기.....	67, 87
차.....	30
토마토.....	28
채소 주스.....	70
밀.....	92
흰색 꽃.....	87
QuEChERS 정의.....	5
QuEChERS dispersive 키트.....	7-9
QuEChERS 추출 키트.....	6
QuEChERS 세라믹 균질기.....	13
QuEChERS 분석법, AOAC.....	36-72
QuEChERS 분석법, EN.....	18-35
QuEChERS 분석법, 기존.....	15
QuEChERS 분석법, 기타.....	73-99
QuEChERS 분석법, 표준.....	14
QuEChERS 선택 가이드.....	10-12
QuEChERS 제품을 위한 표준품.....	13

Agilent Bond Elut SPE

귀하의 실험실을 위한 시료 전처리 제품 시리즈



애질런트는 식품 업계를 선도하는 최고의 측정 회사로서, 귀하가 *현재 그리고 미래*에 부딪힐 수 있는 문제에 대한 해결책을 제시해드립니다.

- 농약, 마이코톡신, 다이옥신, 질산염, 항생제, 스테로이드, 해양 독성물질, 중금속 등과 같은 분석 대상 성분과 미지 성분의 식별, 특성 규명 및 정량분석
- 미지 성분을 포함한 화합물/오염물질을 더 빠르고 더 정확하게 발견
- 엄격한 식품 안전 기준 및 규제 준수
- 알레르기 유발 물질의 정확한 종 식별, 지리적 기원 확인, 병원균 식별 및 검출
- 실험실 가동 시간 극대화, 시료 전처리부터 최종 보고 단계까지 원활한 작업 흐름 촉진

자세한 내용: agilent.com/chem/food

이 브로셔에 소개된 QuEChERS 키트는 Agilent Bond Elut SPE 제품군의 일부입니다. Agilent Bond Elut SPE 제품은 엄격한 ISO-9001 규정에 따라 생산되었고 세계적으로 유명한 ZORBAX HPLC 컬럼 충전 재료에서 사용되었던 프로세스를 적용하였기에 업계 선도적인 크로마토그래피 기기, 컬럼, 소모품 생산 업체에게 기대할 수 있는 최고의 품질과 성능을 선사합니다.

- 다양한 카트리지 크기부터 96-well plate까지 여러 형식으로 존재하는 다양한 폴리머, 실리카 및 기타 흡착제
- 모노머 결합 방식에 비해 뛰어난 안정성과 향상된 용매 호환성을 나타내는 3중 기능성 실리카 결합(Tri-functional silica bonding)
- 일관된 입자 크기를 보장하는 업계 선도적 품질 관리 프로세스, 한층 뛰어난 작업 흐름 및 성능 보장
- 모든 SPE 관련 문제를 해결해 줄 넓은 범위의 진공 매니폴드 및 액세서리

QuEChERS 표준 작업 절차서(SOP)의 라이브 데모를 보시려면 agilent.com/chem/quechersdemo를 방문하십시오

한 차원 높은 식품 안전 분석에 대해 알아보십시오

Agilent Bond Elut SPE 제품:

agilent.com/chem/SamplePreparation

애질런트 식품 안전 테스트 솔루션:

agilent.com/chem/foodsafety

온라인 구매:

agilent.com/chem/store

국가별 애질런트 고객 센터 또는 애질런트 공인 대리점 찾기:

agilent.com/chem/contactus

미국 및 캐나다:

1-800-227-9970

agilent_inquiries@agilent.com

유럽:

info_agilent@agilent.com

인도:

lsca-india_marketing@agilent.com

아시아 태평양:

adinquiry_aplsca@agilent.com

이 정보는 사전 공지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2013
2013년 3월 21일 한국에서 인쇄
5990-4977K0

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



Agilent Technologies