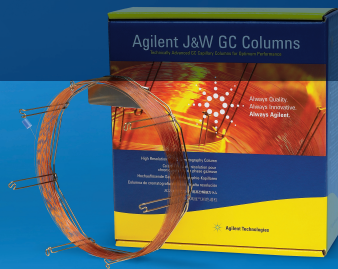


QQQ GC/MS/MS를 사용하여 참깨 및 기타 식품에 함유된 에틸렌 옥사이드 및 그 유도체를 분석하기 위한 접근 방식

소모품 워크플로 주문 가이드



GC/TQ를 이용한 참깨 및 기타 식품 내 에틸렌 옥사이드 및 유도체 분석

향신료 업계에서는 살모넬라나 대장균(*E. coli*)과 같은 미생물에 의한 오염을 방지하고 박테리아, 효모, 곰팡이, 대장균군 및 기타 병원체의 양을 감소시키기 위해 에틸렌 옥사이드를 사용합니다. 이 방법은 허브, 향신료, 씨앗과 같은 특정 제품을 손상시킬 수 있는 고온 처리 대신에 사용됩니다.

에틸렌 옥사이드(EtO)는 식품 매트릭스와 반응해 2-Chloroethanol(2-CE 또는 에틸렌 클로로하이드린)을 형성하며, 훈증된 식품에서 EtO와 2-CE의 잔류물이 발견될 수 있습니다. 이 물질이 인도산 참깨에 함유되면서 빵과 베이글, 최근에는 아이스크림, 초콜릿, 비스킷, 빵, 크래커에 사용되는 증점제인 로커스트 빈 검(E410)이 포함된 제품을 포함하여 유럽 전역에서 제품 리콜이 급증했습니다.^{1,2}

에틸렌 옥사이드의 급성(단기) 영향으로는 중추 신경계 억제, 눈과 점막의 통증 등이 있으며, 만성(장기) 노출 시에는 뇌와 신경계 손상이 야기될 수 있습니다. 또한 에틸렌 옥사이드 노출과 생식 능력 간 연관성에 대한 증거도 일부 발견되었으며, 림프절 암 및 여성의 경우 유방암에 대한 위험도도 증가한다는 연구 결과가 있습니다. 국제 암 연구소(IARC)와 EPA는 모두 에틸렌 옥사이드를 1급 발암물질로 분류했습니다.³

에틸렌 옥사이드에 대해 EPA가 제안한 최대 잔류 한계(MRL)는 7mg/kg이지만⁴ 유럽연합(EU)은 EtO와 주요 대사물질인 2-CE 모두에 대한 MRL을 향신료의 경우 0.1mg/kg, 견과류, 과일 과일 및 오일 종자의 경우 0.05mg/kg으로 규정했습니다 (Commission Regulation (EU) 2015/868).⁵ 에틸렌 옥사이드 분석에 대한 수요는 2020년 이후 전 세계적으로 크게 증가했습니다.

식품 내 에틸렌 옥사이드 및 에틸렌 클로로하이드린 분석 시작하기

에틸렌 옥사이드와 그 유도물질은 GC-MS 또는 GC-MS/MS로 분석됩니다. EtO 또는 EtO와 2-CE의 합계를 분석하기 위해 알칼리 조건에서 2-CE를 EtO로 전환하거나 산성 조건에서 EtO를 2-CE로 전환하는 등 다양한 접근 방식을 활용하는 여러 가지 방법이 이용됩니다.

시료 전처리는 지금까지 개발된 모든 방법에서 필수적인 단계입니다. 한국 식품의약품안전처(MFDS)는 EtO를 추출하고 브롬화를 통해 2-브로모에탄올(2-BE)로 전환하기 위해 QuEChERS를 사용한 후, 2-BE 및 2-CE의 GC/MS 정량화를 수행하는 분석법을 명시하고 있습니다(표 1).⁶

표 1. Agilent 7890B/7010B에서 사용된 GC/MS 분석 조건, 한국 식품의약품안전처(MFDS)에서 사용.⁶ 이 조건에서의 2-CE 머무름 시간: 6.4분, 2-BE: 7.5분.

GC-MS 조건	
컬럼	DB-WAX(30m x 0.25mm, 0.5µm) 또는 동급 제품
이동상 가스 및 유속	헬륨, 1.0mL/분
주입부 온도	220°C
오븐 온도	80°C - 2분 동안 유지 16°C/분으로 200°C까지 승온, 2분 동안 유지
검출기 온도	260°C
이온화	전자 충격(EI), 70eV
주입 모드	펄스 분할 모드(3:1) 또는 동일한 분석법
주입량	2µL

2020년 12월, 농약 잔류물에 대한 EU 표준 실험실(EURL)은 QuEChERS 추출 후 GC/MS/MS 분석을 사용하는 참깨의 EtO 및 2-CE 분석에 단일 잔류물 분석법(SRM)을 권장했습니다.⁷

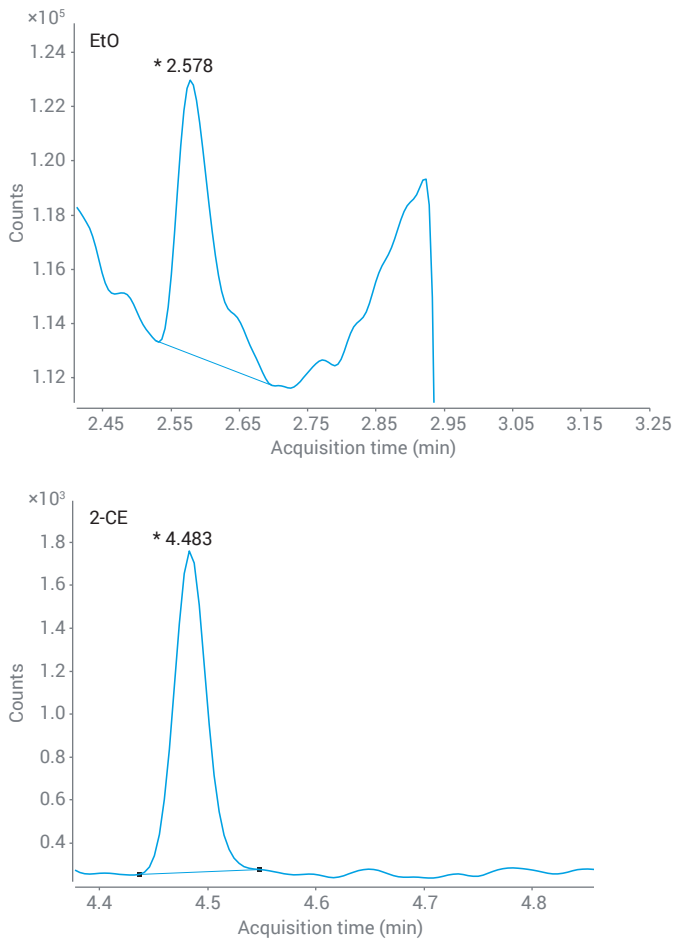


그림 2. 5ng/mL 농도에서 EtO의 크로마토그램(MRM 전이 44 → 29) 및 1ng/mL 농도에서 2-CE의 크로마토그램(MRM 전이 80 → 44).⁸⁾

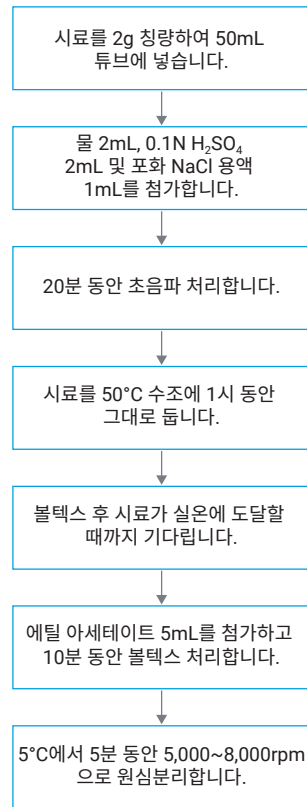
2. 2-CE 검출법

참개의 혼증 표지자로서 2-CE를 검출하기 위한 정확하고 견고한 분석법이 10ng/g의 LOQ로 개발되었으며, 이는 EU에서 정한 50ng/g의 MRL을 준수합니다. 여기서 시료의 EtO 잔류물은 시료 전처리 중에 2-CE로 전환되었습니다.⁹⁾

표 5. 그림 1의 절차를 사용했을 때 참개 시료의 회수율.⁹⁾

화합물 명칭	스파이킹 농도 (ng/g)	관찰된 농도 (ng/g)	최종 농도 (ng/g)	회수율(%)
에틸렌 클로로하이드린	10	10.078	10.078	100.8
에틸렌 옥사이드	50	50.036	50.036	100.1
에틸렌 옥사이드	10	14.96	8.228	82.3

QuEChERS 추출 단계



정제 단계

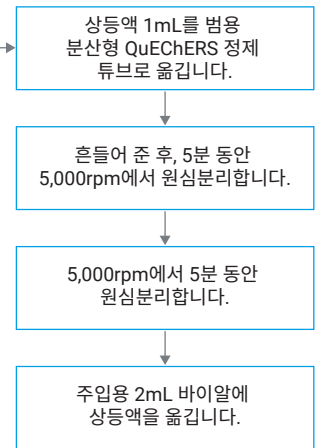


그림 3. 시료 추출 및 정제를 위한 QuEChERS 워크플로.⁹⁾

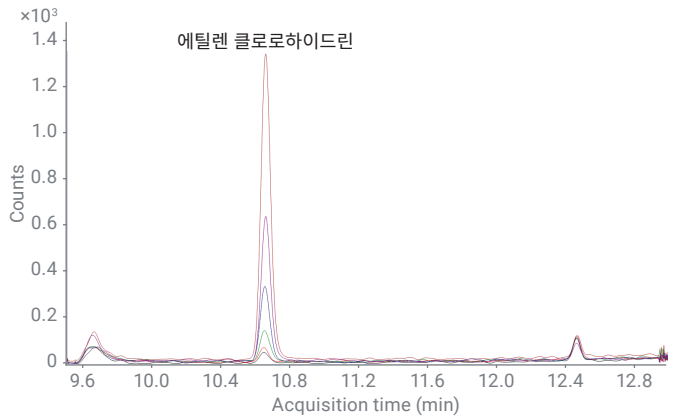


그림 4. 5ppb~200ppb의 매트릭스 범위에서 에틸렌 클로로하이드린의 여러 농도 TIC MRM 오버레이(참조 9에 기재된 분석법 파라미터 사용).

3. EtO 및 2-CE 동시 검출을 위한 헤드스페이스 분석법

참깨와 후추에서 EtO와 2-CE를 동시에 측정하는 이 분석법은 GC/MS/MS 시료 주입에 헤드스페이스 샘플러를 사용하여 시료 전처리 단계를 완전히 없애줍니다. 참깨 및 후추 시료의 EO 및 2-CE에 대해 이 분석법의 LOQ는 5ng/g으로 입증되었습니다.¹⁰

표 6. 헤드스페이스 샘플러 및 GC/MS/MS 파라미터.¹⁰

HS 파라미터	
모델	Agilent CTC PAL3 헤드스페이스 샘플러 120cm
배양 온도	140°C
배양 시간	20분
시린지 온도	150°C
추출 중 교반	예; 250rpm
주입량	2.0mL
주입 유속	30mL/분
GC 파라미터	
주입구 온도	250°C
주입구 라이너	Agilent inlet liner, direct, 1.5mm id (p/n 18740-80200)
주입구 셉텀	Agilent inlet septa, 11mm (p/n 8010-0239)
컬럼	Agilent J&W DB-VRX(품번 122-1564)
컬럼 유속	1mL/분
분할비	10
오븐 프로그램	35°C - 4분 분당 15°C로 150°C까지 승온, 1분 유지 분당 40°C로 240°C까지 승온, 7분 유지
이송 라인 온도	240°C
충돌 가스	아르곤, 0.5mL/분
퀀칭 가스	헬륨, 2.25mL/분
컬럼 너트	Agilent column nuts, self-tightening (p/n G3440-81011 and G3440-81013)
MS 파라미터	
이온화원 온도	230°C
Q1 및 Q1 온도	150°C
용매 지연	4.5분
ETO의 MRM 전이	44 → 29(CE:5) 44 → 28(CE:5) 44 → 14(CE:20)
ECH의 MRM 전이	80 → 31(CE:5) 80 → 43(CE:5) 82 → 31(CE:5)
게인 계수	20

참고 문헌

1. www.foodsafetynews.com/2020/09/multi-country-recalls-due-to-ethylene-oxide-in-sesame-seeds/
2. www.foodqualityandsafety.com/article/eu-recalls-thousands-of-food-products-overethylene-oxide-concerns/
3. Tateo, F.; Bononi, M. Determination of Ethylene Chlorohydrin as Marker of Spices Fumigation with Ethylene Oxide. *Journal of Food Composition and Analysis*, **2006**, *19*, 83-87.
4. www.atsdr.cdc.gov/toxprofiles/tp137.pdf
5. Regulation (EU) 2015/868 of 26 May 2015 amending Annexes II, III and V to Regulation (EC) No 396/2005 of the European Parliament and of the Council as regards maximum residue levels for 2,4,5-T, barban, binapacryl, bromophos-ethyl, camphechlor (toxaphene), chlorbufam, chloroxuron, chlozolinat, DNOC, diallate, dinoseb, dinoterb, dioxathion, ethylene oxide, fentin acetate, fentin hydroxide, flucyclohexuron, flucythrinate, formothion, mecarbam, methacrifos, monolinuron, phenothrin, propham, pyrazophos, quinalphos, resmethrin, tecnazene and vinclozolin in or on certain products. *Off. J. Eur. Union L.*, **2015**, *145*, 1-71.
6. Korean Ministry of Food and Drug Safety (MFDS) - Ethylene Oxide and 2-chloroethanol Test Method in Food.
7. [EURL-SRM-Analytical Observation Report](http://eurl.srm-analytical-observation-report): Analysis of Ethylene Oxide and its Metabolite 2-Chloroethanol by the QuOil or the QuEChERS Method and GC-MS/MS. December **2020**.
8. Simultaneous Analysis of Ethylene Oxide and 2-Chloroethanol in Sesame Seeds and Other Food Commodities: Challenges and Solutions, [5994-4942EN](https://doi.org/10.1021/acs.jafc.9b04224).
9. Agilent 8890 GC 및 7000D QQQ MS 시스템을 이용한 참깨 내 에틸렌 옥사이드 및 에틸렌 클로로하이드린 추정 [5994-3805KO](https://doi.org/10.1021/acs.jafc.9b04224).
10. Estimation of Ethylene Oxide and Ethylene Chlorohydrin in Foodstuffs by HS-GC/MS/MS, [5994-5378EN](https://doi.org/10.1021/acs.jafc.9b04224).

간편한 선택 및 주문 정보

이 안내서에는 적절한 설정 시스템을 사용하는 에틸렌 옥사이드 분석에 필요한 모든 컬럼과 소모품이 나열되어 있습니다. 애질런트 온라인 스토어에서 다음 표에 나열된 제품을 주문하려면 MyList # 헤더 링크를 클릭하여 즐겨찾기 목록에 품목을 추가하세요. 그런 다음 필요한 제품 수량을 기입하고 장바구니에 추가하면 결제를 진행할 수 있습니다. 향후 주문에 사용할 수 있도록 목록은 내 즐겨찾기에 저장되어 있습니다.

즐거찾기를 처음 사용하는 경우 계정 확인을 위해 이메일 주소를 입력하라는 메시지가 표시됩니다. 애질런트 계정이 있는 경우 바로 로그인할 수 있습니다. 등록된 애질런트 계정이 없는 경우 등록해 주세요. 이 기능은 전자상거래가 가능한 지역에서만 유효합니다. 모든 품목은 영업 담당자 및 대리점 채널을 통해 주문할 수도 있습니다.

MyList 1: 표준 주입구 및 주입 포트가 있는 GC-MS/MS 시스템의 EtO:2-CE 분석 [EURL_SRM⁷](#)에 권장되는 소모품.

설명	품번
시료 전처리	
Centrifuge Tubes and cap, 50mL, 25/pk	5610-2049
QuEChERS extraction kit, EN 15662 method, 50/pk	5982-5650
Ceramic Homogenizers, 50mL tubes, 100/pk	5982-9313
QuEChERS Dispersive Kit, Fruits and Vegetables with Fats and Waxes, EN method, 15mL, 50/pk	5982-5156
Ceramic Homogenizers, 15mL tubes, 100/pk(옵션)	5982-9312
Captiva Econofilter, polypropylene, Nylon membrane, 25mm, 0.2mm, 1000/pk	5190-5271
Captiva Disposable Syringe, 5mL, 100/pk	9301-6476
컬럼 및 액세서리	
J&W HP-VOC GC 컬럼, 30m, 0.20mm, 1.12µm	19091R-303
Fused silica tubing, deactivated, 0.25mm, 5m	CP802505
Ultimate Union Kit, deactivated	G3182-61580
Inlet/non-MSD self-tightening nut(with collar)	G3440-81011
MSD self-tightening nut(with collar)	G3440-81013
주입구 소모품	
Inlet liner, Ultra Inert, split, low pressure drop, glass wool	5190-2295
Inlet liner, universal, Ultra Inert, mid-frit, 870µL, 4mm, 1/pk*	5190-5105
BTO Inlet Septa, 11mm, 50/pk	5183-4757
Ultra Inert Gold Seal, with washer, 10/pk	5190-6145
Blue Line 10µL PTFE tipped plunger syringe (fixed needle, 23-26/42/cone)	G4513-80203
Ferrule, 0.4mm id, 15% graphite/85% Vespel, 10/pk	5181-3323
시료 용기	
2mL Amber screw top vials with write-on spot with blue screw caps, PTFE/Silicone septa, 100/pk	5190-2280

설명	품번
Cap, screw, blue PTFE/red Silicone septa, 100/pk	5182-0717
표준 용액	
Ethylene oxide in Methanol, 1000µg/mL	NV-245-1
2-Chloroethanol in Methanol, 1000µg/mL	EPA-1207-1
InfinityLab Ultrapure LC/MS water	5191-4498
InfinityLab Ultrapure LC/MS acetonitrile	5191-4496
MS 소모품	
EI Filament(for 7000A/B/C/D, 5977B Inert Plus, 5977A Extractor, Inert or Stainless steel and 5975 systems)	G7005-60061

* 유리 프리트 라이너는 유리솜의 대체품입니다. 유리 프리트 라이너는 유리솜과 같은 손상 또는 라이너 움직임의 위험성 없이 차단 및 휘발 효과를 제공합니다.

MyList 2: 자동화된 라이너 교환(ALEX) 옵션이 있는 Gerstel CIS4와 함께 개선된 GC-MS/MS 시스템 구성을 사용하고 PV 유형 주입구를 사용하는 냉각 주입 시스템에서 EtO:2-CE 분석 EURL에 권장되는 소모품(참조 [5994-4942](#)).

설명	품번
시료 전처리	
Centrifuge Tubes and cap, 50mL, 25/pk	5610-2049
QuEChERS extraction kit, EN 15662 method, 50/pk	5982-5650
Ceramic Homogenizers, 50mL tubes, 100/pk	5982-9313
QuEChERS Dispersive Kit, Fruits and Vegetables with Fats and Waxes, EN method, 15mL, 50/pk	5982-5156
Ceramic Homogenizers, 15mL tubes, 100/pk(옵션)	5982-9312
Captiva Econofilter, polypropylene, Nylon membrane, 25mm, 0.2µm, 1000/pk	5190-5271
Captiva Disposable Syringe, 5mL, 100/pk	9301-6476
컬럼 및 액세서리	
J&W HP-VOC GC 컬럼, 30m, 0.20mm, 1.12µm	19091R-303
Fused silica tubing, deactivated, 0.25mm, 5m	CP802505
Ultimate Union Kit, deactivated	G3182-61580
Blue Line 10 µL PTFE tipped plunger syringe (fixed needle, 23-26/42/cone)	G4513-80203
시료 용기	
2mL Amber screw top vials with write-on spot with blue screw caps, PTFE/Silicone septa, 100/pk	5190-2280
Cap, screw, blue PTFE/red Silicone septa, 100/pk	5182-0717
표준 용액	
Ethylene oxide in methanol, 1000µg/mL	NV-245-1
2-Chloroethanol in methanol, 1000µg/mL	EPA-1207-1
InfinityLab Ultrapure LC/MS water	5191-4498
InfinityLab Ultrapure LC/MS acetonitrile	5191-4496
MS 소모품	
EI Filament(for 7000A/B/C/D, 5977B Inert Plus, 5977A Extractor, Inert or Stainless steel and 5975 systems)	G7005-60061

* 참고: 자동 라이너 교환(ALEX) 기능이 있는 Gerstel CIS4는 유리솜 라이너(Gerstel 품번 010850-010-00)를 사용합니다.

MyList 3: EtO 혼증 마커로 2-CE 분석에 권장되는 소모품(참조 5994-3805).

설명	품번
시료 전처리	
Centrifuge Tubes and cap, 50mL, 25/pk	5610-2049
QuEChERS Dispersive Kit, Universal, 2 mL, 100/pk	5982-0028
컬럼 및 액세서리	
Agilent VF-624ms, 60m x 0.25mm x 1.4µm	CP9103
Fused silica tubing, deactivated, 0.25mm, 5m	CP802505
Ultimate Union Kit, deactivated	G3182-61580
Inlet/non-MSD self-tightening nut(with collar)	G3440-81011
MSD self-tightening nut(with collar)	G3440-81013
주입구 소모품	
Inlet liner, Ultra Inert, splitless, single taper, glass wool, 1/pk	5190-2293
Splitless, UI, Fritted Liner, Low, 870 µl, 4 mm, 1/pk*	5190-5112
BTO Inlet Septa, 11mm, 50/pk	5183-4757
Ultra-Inert Gold Seal, with washer, 10/pk	5190-6145
Blue Line 10µL PTFE tipped plunger syringe (fixed needle, 23-26/42/cone)	G4513-80203
Ferrule, 0.4mm id, 15% graphite/85% Vespel, 10/pk	5181-3323
시료 용기	
2mL Amber screw top vials with write-on spot with blue screw caps, PTFE/Silicone septa, 100/pk	5190-2280
Cap, screw, blue PTFE/red Silicone septa, 100/pk	5182-0717
표준 용액	
Ethylene oxide in methanol, 1000µg/mL	NV-245-1
2-Chloroethanol in methanol, 1000µg/mL	EPA-1207-1
InfinityLab Ultrapure LC/MS water	5191-4498
MS 소모품	
El Filament(for 7000A/B/C/D, 5977B Inert Plus, 5977A Extractor, Inert or Stainless steel and 5975 systems)	G7005-60061

* 유리 프리트 라이너는 유리솜의 대체품입니다. 유리 프리트 라이너는 유리솜과 같은 손상 또는 라이너 움직임의 위험성 없이 차단 및 휘발 효과를 제공합니다.

MyList 4: 헤드스페이스 샘플러와 함께 GC-MS/MS를 사용하는 EtO:2CE 분석에 권장되는 소모품(참조: 5994-5378).

설명	품번
컬럼 및 액세서리	
Agilent J&W DB-VRX, 60m, 0.25mm, 1.40µm	122-1564
Inlet/non-MSD self-tightening nut(with collar)	G3440-81011
MSD self-tightening nut(with collar)	G3440-81013
주입구 소모품	
Agilent inlet liner, direct, 1.5mm id for gas samples, head-space	18740-80200
Agilent Inlet septa, 11mm, Non-stick Long Life, 50/pk	8010-0239
Ferrule, 0.4mm id, 15% graphite/85% Vespel, 10/pk	5181-3323
Ultra-Inert Gold Seal, with washer, 10/pk	5190-6145
시료 용기	
Vial, crimp top, headspace, amber, flat bottom, certified, 20mL, 23 x 75mm, 100/pk, vial size: 22.75 x 75mm (20mm cap)	5067-0226

설명	품번
Cap, crimp, headspace, aluminum, PTFE/silicone septa, 20mm, 100/pk, cap size: 20mm	5183-4477
표준 용액	
Ethylene oxide in methanol, 1000µg/mL	NV-245-1
2-Chloroethanol in methanol, 1000µg/mL	EPA-1207-1
InfinityLab Ultrapure LC/MS water	5191-4498
헤드스페이스 시린지	
Agilent syringe for CTC headspace, PAL3 type, 2.5mL, PTFE-tip plunger, 23/56/side hole	G7378-80101
MS 소모품	
El Filament(for 7000A/B/C/D, 5977B Inert Plus, 5977A Extractor, Inert or Stainless steel and 5975 systems)	G7005-60061

MyList 5: 한국 MFDS에서 2BE:2CE 분석에 권장하는 소모품.⁶

설명	품번
컬럼 및 액세서리	
Centrifuge Tubes and cap, 50mL, 25/pk	5610-2049
QuEChERS extraction salt packets, no centrifuge tubes, 50/pk	5982-6650
QuEChERS Dispersive Kit, 2mL, 100/pk	5982-5121
Ceramic Homogenizers, 50mL tubes, 100/pk	5982-9313
Captiva Econofilter, polypropylene, Nylon membrane, 25mm, 0.2µm, 1000/pk	5190-5271
Captiva Disposable Syringe, 5mL, 100/pk	9301-6476
컬럼 및 액세서리	
Agilent J&W DB-WAX UI 컬럼, 30m, 0.25mm, 0.5µm	122-7033UI
Inlet/non-MSD self-tightening nut(with collar)	G3440-81011
MSD self-tightening nut(with collar)	G3440-81013
주입구 소모품	
Inlet liner, Ultra Inert, split, low pressure-drop, glass wool, 1/pk	5190-2295
Inlet liner, universal, Ultra Inert, mid-frit, 870µL, 4mm, 1/pk*	5190-5105
BTO Inlet Septa, 11mm, 50/pk	5183-4757
Ultra Inert Gold Seal, with washer, 10/pk	5190-6145
Blue Line 10 µL PTFE tipped plunger syringe (fixed needle, 23-26/42/cone)	G4513-80203
Ferrule, 0.4mm id, 15% graphite/85% Vespel, 10/pk	5181-3323
시료 용기	
2mL Amber screw top vials with write-on spot with blue screw caps, PTFE/Silicone septa, 100/pk	5190-2280
Cap, screw, blue PTFE/red Silicone septa, 100/pk	5182-0717
표준 용액	
Ethylene oxide in methanol, 1000µg/mL	NV-245-1
2-Chloroethanol in methanol, 1000µg/mL	EPA-1207-1
InfinityLab Ultrapure LC/MS water	5191-4498
InfinityLab Ultrapure LC/MS acetonitrile	5191-4496
MS 소모품	
El Filament(for 7000A/B/C/D, 5977B Inert Plus, 5977A Extractor, Inert or Stainless steel and 5975 systems)	G7005-60061

* 유리 프리트 라이너는 유리솜의 대체품입니다. 유리 프리트 라이너는 유리솜과 같은 손상 또는 라이너 움직임의 위험성 없이 차단 및 휘발 효과를 제공합니다.

Agilent CrossLab: 잠재적 가치를 현실로

CrossLab은 기기 뿐만 아니라 서비스, 소모품 및 실험실 전체의 리소스 관리를 제공합니다. 귀하의 실험실은 효율성 향상, 운영 최적화, 기기 가동 시간 증가 및 사용자 기술 개발 등을 실현할 수 있습니다.

www.agilent.com/crosslab에서 Agilent CrossLab에 대해 자세히 알아보고 실제 우수한 성과를 거둔 사례를 살펴보세요.

미국 및 캐나다

1-800-227-9770

agilent_inquiries@agilent.com

유럽

info_agilent@agilent.com

아시아 태평양

inquiry_lsca@agilent.com

RA44644.6676967593

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2023
2023년 3월 6일 한국에서 발행
5994-4775KO

한국애질런트테크놀로지스㈜
대한민국 서울특별시 서초구 강남대로 369,
A+ 에셋타워 9층, 06621
전화: 82-80-004-5090 (고객지원센터)
팩스: 82-2-3452-2451
이메일: korea-inquiry_lsca@agilent.com