

LC/MS/MS 및 GC/MS/MS를 사용한 담배 내 농약 성분의 빠른 분석



담배를 재배, 생산 및 저장할 때는 일반적으로 해충, 박테리아 및 진균을 제어하기 위해 농약이 관행적으로 사용됩니다. 담배 내에 농약이 일정 수준 이상으로 잔류할 경우 환경 및 건강에 심각한 부정적인 영향을 미칠 수 있기 때문에 이런 제품의 안전성 평가를 위한 분석법은 CORESTA에서 규제하는 잔류 수준 지침(GRL)을 준수해야 합니다.¹

하지만, 탄수화물, 단백질, 지방산, 왁스, 색소, 알칼로이드 및 니코틴을 비롯한 다양한 성분을 함유하고 있는 담배의 매트릭스는 다양한 종류의 잔류 농약 추출 및 시료 전처리(매트릭스 제거)가 까다롭습니다.

일반적인 시료 전처리 방법에는 QuEChERS 또는 수정된 QuEChERS 추출을 거친 후 분산형 SPE 클린업 과정이 일반적으로 포함됩니다. Carbon S 카트리지가 포함된 Agilent Captiva EMR은 빠르고 효과적인 시료 매트릭스 제거를 위한 패스스루 (passthrough) 클린업 기능을 가지고 있습니다. 특히, Captiva EMR General Pigmented Dry(EMR-GPD) 및 EMR Low Pigmented Dry(EMR-LPD) 카트리지는 복잡한 건조 매트릭스를 탁월하게 제거할 수 있습니다. 두 카트리지가 모두 애질런트만의

독자적인 흡착제인 Carbon S와 Captiva EMR-Lipid를 포함하고 있으며, 최적화된 배율의 1차 2차 아민(PSA) 및 C18이 혼합되어 있습니다.

Captiva EMR-Lipid 흡착제는 매우 선택적이고 효율적인 지질 제거를 제공하는 반면 PSA 흡착제는 지방산을 효율적으로 제거합니다. Carbon S 흡착제는 색소를 효과적으로 제거하고 EC-C18은 추가적인 소수성 매트릭스 정제를 제공합니다. 신중하게 개발되고 최적화된 흡착제의 혼합 배율은 다양한 수준의 색소가 함유된 복잡한 건조 매트릭스에 대해 매트릭스 제거와 표적 물질 회수율 간의 최상의 균형을 제공합니다. 색소가 함유된 일반적인 건조 매트릭스의 경우 보통 Captiva EMR-GPD가 권장되며, 색소 함유가 낮은 복합 식물성 건조 매트릭스의 경우 Captiva EMR-LPD가 선호됩니다.

담배의 매트릭스는 색소가 조금 함유된 건조 매트릭스로 간주되므로 Captiva EMR-LPD가 더 적합합니다. 기존의 QuEChERS 추출 후 Captiva EMR-LPD 카트리지를 사용하여 패스스루 클린업을 거쳤습니다(그림 1).²

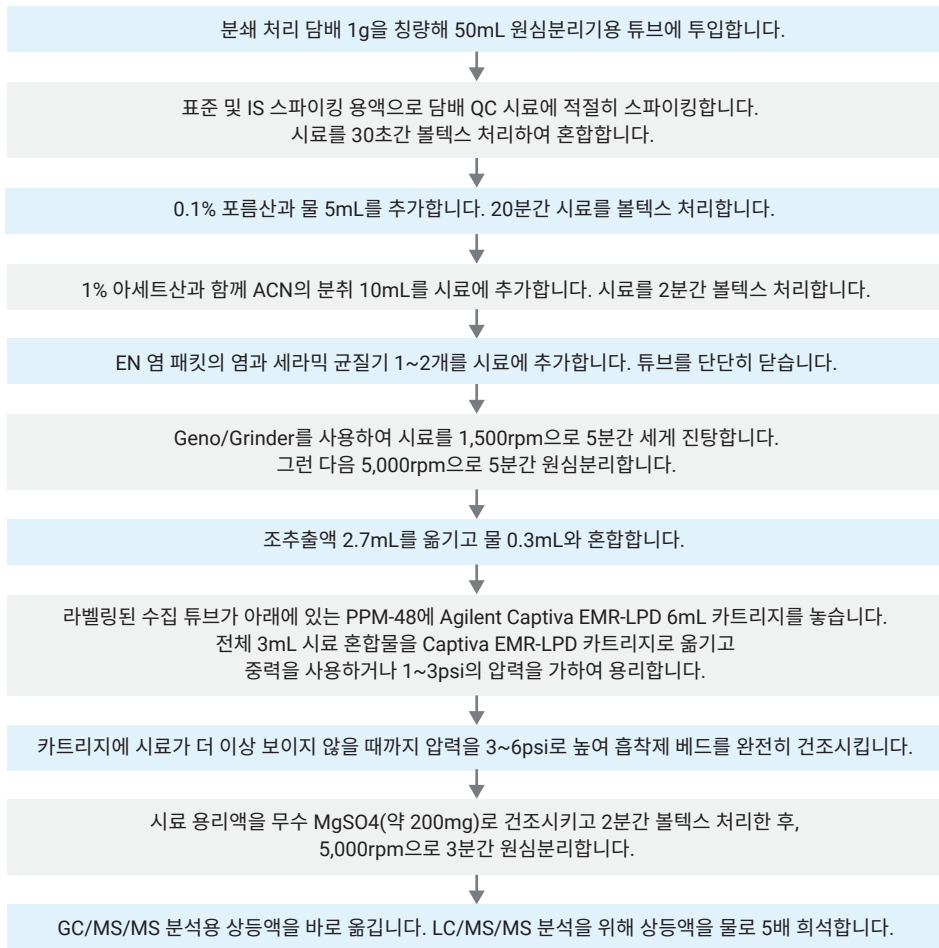


그림 1. Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 추출 후 Agilent Captiva EMR-LPD 패스스루 클린업을 거친 담배 시료 전처리 절차.



그림 2. 담배 추출물: 클린업 전(왼쪽), Agilent Captiva EMR-LPD 클린업 후(오른쪽).

표 1. LC/MS/MS 분석 조건.

LC 조건			
컬럼	Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 컬럼, 2.1 × 100mm, 1.8µm (p/n 959758-902) Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 UHPLC 가드 컬럼, 2.1 × 5mm, 1.8µm (p/n 821725-901)		
유속	0.3mL/분		
컬럼 온도	40°C		
주입량	2µL		
이동상	A: 10mM 포름산암모늄, 0.5mM 플루오르화암모늄 수용액, 0.125% 포름산(FA) B: 10mM 포름산암모늄, 0.5mM 플루오르화암모늄(95:5 ACN:물 내), 0.125% FA		
니들 세척	1:1:1:1 ACN:MeOH:IPA:물, 0.2% FA		
그라디언트	시간(분)	%B	유속(mL/분)
	0.0	15	0.3
	6.0	95	0.3
	8.01	100	0.3
중지 시간	10분		
사후 시간	2.3분		
MS 조건			
이온화 모드	전자분무 이온화(ESI)		
가스 온도	120°C		
가스 유속	20L/분		
Nebulizer	40psi		
Sheath 가스 히터	225°C		
Sheath 가스 유속	11L/분		
캐필러리 전압	4,500V(양극 및 음극)		
노즐 전압	0V(양극 및 음극)		
iFunnel 파라미터	고압 RF: 150V(양극), 90V(음극) 저압 RF: 60V(양극), 60V(음극)		
극성	양극성 및 음극성, 참조1의 표 4를 참조하세요.		

참고: GC/MS/MS의 경우 시료 용리액을 무수 MgSO₄ 분말을 사용하여 건조해야 합니다. 작은 스파츨라 사용하여 Agilent Bond Elut QuEChERS EMR-Lipid용 polish 파우치에 제공되는 무수 MgSO₄ 분말(200~300mg)을 시료 용리액에 추가합니다.

LC/MS/MS 조건은 표 1에 나열되어 있습니다. 표적 다이나믹 다중 반응 모니터링(dMRM) 매개변수에 대해서는 Zhao의 응용 자료를 참조하세요.³

표 2. GC/MS/MS 분석 조건.

GC 조건	
컬럼	Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert GC 컬럼, 15m x 0.25mm, 필름 두께 0.25µm (2개) (p/n 19091S-431UI-KEY)
운반 가스	헬륨
컬럼 1 유속	1.016mL/분
컬럼 2 유속	1.216mL/분
주입량	1µL 비분할 저온 주입
주입구 라이너	Agilent Ultra Inert 2mm 딥플 라이너(p/n 5190-2297)
MMI 온도 프로그램	60°C에서 0.1분, 600°C/분으로 280°C 도달 후 유지
오븐 온도 프로그램	60°C에서 1분 40°C/분으로 170°C 10°C/분으로 310°C 2.25분 동안 유지
분석 시간	20분
백플러시 조건	실행 후 1.5분 오븐 온도 310°C 실행 후 총 유속 25mL/분
이송 라인 온도	280°C
광원	3mm 렌즈가 있는 애질런트 비활성 Extractor 이온화원, 280°C
진공 펌프	고성능 터보
사중극자 온도	150°C
이온화원 온도	280°C
데이터 모니터링	다이나믹 MRM 모드(dMRM)
EM 전압 게인 계수	10
용매 지연	3분

GC/MS/MS 조건은 표 2에 나열되어 있습니다. 표적 dMRM 매개변수는 Agilent MassHunter 농약 및 환경오염물질 MRM 데이터베이스(P&EP 4, 제품 번호 G9250AA)를 참조하세요.

참고 문헌

1. CORESTA GUIDE No. 1, Agrochemical Guidance Residue Levels, 2021
2. Determination of Over 300 Pesticides in Tobacco Using Agilent Captiva EMR-LPD Passthrough Cleanup and LC/MS/MS and GC/MS/MS Detection [5994-5777EN](#)
3. Determination of Multiclass, Multiresidue Pesticides in Spring Leaf Mix Using Captiva EMR-HCF Passthrough Cleanup and LC/MS/MS [5994-4765EN](#)

간편한 선택 및 주문 정보

애질런트 온라인 스토어에서 MyList 헤더 링크를 클릭하시면 목록에 있는 품목을 간편하게 주문하실 수 있습니다. 링크를 클릭하신 후, 필요한 제품의 수량을 입력한 다음 장바구니에 추가하고 결제를 진행합니다. 향후 주문에 사용할 수 있도록 목록이 내 즐겨찾기에 저장됩니다. 이 기능은 전자상거래가 가능한 지역에서만 유효합니다.

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. 모든 품목은 영업 담당자 및 대리점 채널을 통해 주문할 수도 있습니다.

MyList 1: 담배 내 농약 성분 분석을 위한 시료 전처리 소모품

설명	품번
추출	
Agilent Bond Elut QuEChERS extraction kit, AOAC 2007.01, without ceramic homogenizers	5982-5755
Ceramic homogenizers, 50mL tubes, 100/pk*	5982-9313
Agilent Bond Elut QuEChERS extraction kit, AOAC 2007.01, with ceramic homogenizers	5982-5755CH
클린업	
Agilent Captiva EMR-LPD cartridge, 6mL, 30/pk	5610-2092
Agilent Bond Elut QuEChERS EMR-Lipid polish pouch, 3.5g anhydrous MgSO4	5982-0102
시료 준비를 위한 기타 필수 소모품	
Agilent positive pressure manifold 48 processor**	5191-4101
Centrifuge tube and cap, polypropylene, 50mL, 25/pk	5610-2049
6mL SPE cartridge rack for PPM-48**	5191-4104
3mL SPE cartridge rack for PPM-48**	5191-4103
Collection rack for 16 x 100mm tubes**	5191-4108

*세라믹 균질기가 포함되지 않은 추출 키트를 사용할 때만 필요합니다.

**일회성 구매.

MyList 2: 건조 향신료 및 담배 내 농약 성분 분석을 위한 LC/MS/MS 컬럼 및 소모품

설명	품번
표준물질*	
Ready-to-use 254-compound standards mix, 8 x 1mL, 100µg/mL each	5190-0551
HPLC 컬럼	
Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18 column, 95Å, 2.1 x 100mm, 1.8µm, 1200 bar pressure limit	959758-902
Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 column, UHPLC guard, 2.1 x 5mm, 1.8µm	821725-901
HPLC 소모품	
Agilent 1290 Infinity inline filter 0.3µm	5067-6189
InfinityLab Quick Connect assembly, 0.12 x 105mm, for column inlet connection on UHPLC	5067-5957
InfinityLab Quick Connect assembly, 0.17 x 105mm, for column inlet connection on HPLC	5067-6166

설명	품번
InfinityLab Quick Turn fitting, for column outlet	5067-5966
Quick Turn capillary 0.12 x 280mm, for connection from column to detector	5500-1191
Kit of Stay Safe waste cap GL45 with 4 ports and waste can 6L	5043-1221
Charcoal filter with time strip for waste container	5043-1193
Stainless steel solvent inlet filter, 10µm pore size	01018-60025
용매 및 시약	
InfinityLab Ultrapure LC/MS acetonitrile	5191-4496
InfinityLab Ultrapure LC/MS methanol	5191-4497
InfinityLab Ultrapure LC/MS water	5191-4498
MS solution, formic acid, 99.5% purity, 10mL**	US-700002341
5M 포름산 암모늄 용액	G1946-85021
용제 여과 어셈블리***	
InfinityLab solvent filtration assembly, includes glass funnel, 250mL, membrane holder glass base, glass flask, 1L, and aluminum clamp	5191-6776
Regenerated Cellulose Filter membrane 47mm, 0.20µm 100/pk	5191-4340

설명	품번
바이알 및 캡	
Agilent A-Line certified amber (screw top) vials, 100/pk	5190-9590
Agilent deactivated vial inserts, 400µL, 500/pk	5183-2086
Agilent screw caps, PTFE/silicone/PTFE septa, cap size: 12mm, 100/pk	5190-7024

*맞춤형 사전 혼합 농약 표준물질은 애질런트로 문의하세요.

**온라인 판매용이 아닙니다. 현지 애질런트 담당자에게 주문 정보를 문의하세요.

***이 표에 나열된 것 이외의 용매를 사용하는 경우 권장됩니다.

MyList 3: 건조 향신료 및 담배 내 농약 성분 분석을 위한 GC/MS/MS 컬럼 및 소모품

설명	품번
GC 컬럼	
Agilent HP-5ms UI, 15m x 0.25mm, 0.25µm film thickness (two)	19091S-431 UI-KEY
GC 소모품	
Agilent Ultra Inert 2mm dimpled liner	5190-2297
Agilent Blue Line 10µL PTFE-tip plunger tapered syringe	G4513-80203
Agilent Advanced Green, nonstick 11mm septum	5183-4759
Column nut, collared, self-tightening, inlet/detector	G3440-81011
Column nut, collared, self-tightening, MSD	G3440-81013
Flexible Metal ferrule, gold-plated, 0.4mm id, for 0.1 to 0.25mm id fused silica tubing, 10/pk	G2855-28501
MS 소모품	
HES Filament for 7010 Triple Quadrupole GC/MS	G7002-60001
Extractor lens, 3mm	G7000-20444
바이알 및 캡	
Agilent A-Line certified amber (screw top) vials, 100/pk	5190-9590
Agilent deactivated vial inserts, 250µL, 100/pk	5181-8872
Agilent screw caps, PTFE/silicone/PTFE septa, cap size: 12mm, 100/pk	5190-7024

참고: 농약 및 환경 오염물질 MRM 데이터베이스에는 GC/MS/MS 분석의 쉽고 빠른 설정을 위한 여러 화합물 계열에 속하는 1,100개 이상의 농약 및 환경 오염물질이 포함되어 있습니다. 제품 번호 G9250AA는 현지 애질런트 담당자에게 문의하세요.

Agilent CrossLab: 잠재적 가치를 현실로

CrossLab은 기기 뿐만 아니라 서비스, 소모품 및 실험실 전체의 리소스 관리 서비스를 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.

자세한 내용을 알아보거나 추가 주문 가이드를 보려면 다음 사이트를 방문하세요.

www.agilent.com/chem/ordering-guides

국가별 애질런트 고객센터 찾기:

www.agilent.com/chem/contactus

미국 및 캐나다

1-800-227-9770

agilent_inquiries@agilent.com

유럽

info_agilent@agilent.com

아시아 태평양 지역

inquiry_lsca@agilent.com

DE52679435

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2023
2023년 5월 4일 한국에서 발행
5994-6119KO

한국애질런트테크놀로지스(주)
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