

800회 주입을 통해 190종의 농약을 고감도 검출할 수 있는 향상된 지속성과 혁신적인 견고성



저자

Brooke C. Reaser
Agilent Technologies, Inc.

개요

다중 잔류 농약 분석은 가스 크로마토그래피와 질량 분석법을 사용하는 실험실에서 가장 어렵고 중요한 분석 과제 중 하나가 되었습니다. 고효율 소스 2.0(HES 2.0) 업그레이드를 갖춘 Agilent 7010 QQQ 질량 분석기(GC/TQ)와 결합된 Agilent 8890 가스 크로마토그래프(GC)는 복잡한 시료의 다중 잔류 농약 분석을 위한 기기로서 정확한 분석이 가능하고 견고하며 재현 가능합니다. Agilent QuEChERS 추출 키트를 사용하여 800회 주입에 걸쳐 시금치 추출물에 포함된 190종 농약 분석을 수행했습니다. 주입하는 동안 GC 주입구 관리만 필요합니다. 강력한 성능이 가능한 기기 구성에는 멀티모드 주입구, 중간 컬럼 백플러시 구성 및 HES 2.0이 포함되었습니다. 분석법, 감도 또는 기기 성능이 저하되지 않아 시금치 내 농약을 높은 처리량, 정확도 및 높은 감도로 농약을 검출할 수 있었습니다.

소개

다중 잔류 농약 분석은 식품 안전을 위한 중요한 분석 과제로 남아 있습니다.¹⁻⁷ 작물 수확량을 늘리기 위해 사용된 농약이 최종 제품에 포함될 수 있어 소비자 안전에 대한 우려가 높습니다. 결과적으로, 전 세계 여러 규제 기관에서는 제품에 허용되는 최대 법적 잔류물 한도(MRL) 또는 농약 허용량에 대한 요건을 발표했습니다. 그러나 새로운 화학물질이 도입되면서 식품에 사용되는 농약의 수가 계속해서 증가하고 있으며, 이로 인해 다중 잔류 농약 분석이 더욱 복잡해집니다.

특히 까다로운 매트릭스의 경우 QuEChERS (신속성, 간편성, 저렴함, 효과성, 견고성, 안전성의 약칭)가 다중 잔류 농약 분석을 위한 시료 전처리 기법으로 널리 알려지고 있습니다.¹ Agilent QuEChERS 추출 키트는 분산 및 추출 제품, 추출 염, 세라믹 균질기를 사용하기 쉬운 키트 형태로 제공합니다. AOAC (Association of Official Agricultural Chemist)² 및 EN (European Standard)³과 같은 다양한 분석법에 적합하게 제공되어 있습니다.

식품의 QuEChERS 추출물은 질량 분석기(MS)나 Tandem 질량 분석기(MS/MS)와 결합된 GC 또는 고성능 액체 크로마토그래피(HPLC)로 분석할 수 있습니다.^{4,5} 시료 클린업의 정도와 분석 대상 식품에 따라 QuEChERS 추출물은 기기를 오염시켜 데이터 품질을 저하시킬 수 있습니다.⁶ 이러한 오염은 감도 손실, 머무름 시간 이동, 불량한 피크 모양 등으로 나타날 수 있습니다. 분석법 결과의 견고성과 정확성을 보장하려면 GC 주입구 유지보수, GC 컬럼 트리밍, 이온화원 세척을 포함한 정기적인 기기 유지보수가 필요합니다.

백플러싱은 복잡한 매트릭스의 GC/MS/MS 분석을 개선할 수 있는 주요 분석법 중 하나입니다.⁷ 백플러싱은 원치 않는 매트릭스 성분이 검출기로 이동하는 대신 GC 분할 배출구에서 배출되도록 캐필러리 컬럼의 흐름을 역전시키는 것을 의미합니다. 백플러싱은 분석법 견고성을 높이고 질량 분석기에 필요한 유지보수를 최소화하는 데 도움이 됩니다.

애질런트는 7010D QQQ 질량 분석기(TQ)의 일부로 새로운 HES 2.0 이온화원을 출시했으며, 7010A/B/C GC/TQ 기기의 업그레이드에도 사용할 수 있습니다. HES 2.0 이온화원은 시스템 견고성을 향상시켜 GC 유지보수와 이온화원 세척만으로 식품 매트릭스에서 수백 회의 농약 주입을 분석할 수 있습니다. HES 2.0은 극미량 수준 분석에 대해 원래 HES와 동일한 우수한 분석 감도를 제공합니다.

HES 2.0으로 업그레이드된 7010B GC/TQ를 사용하여 시금치 추출물의 다중 잔류 농약 분석을 수행했습니다. 매트릭스 일치 표준물질을 사용하여 50ppb의 다중 잔류 표준물질을 첨가한 어린 시금치 추출물 400회 이상 주입을 분석하고 정량화하여 분석법과 기기의 견고성을 모두 입증했습니다. 멀티모드 주입구(MMI)와 2개의 15m 컬럼 사이의 백플러싱을 통해 GC 주입구 유지보수를 위한 가동 중단을 최소화할 수 있었습니다. 질량 분석기의 유지보수 없이도 우수한 감도와 정확한 정량이 유지되었습니다.

실험

GC/TQ 분석

HES 2.0으로 업그레이드된 7010B TQ 시스템을 갖춘 8890 GC가 분석에 사용되었습니다. 기기와 분석법은 그림 1과 같이 기존 응용 자료⁷에 설명된 대로 구성했습니다.

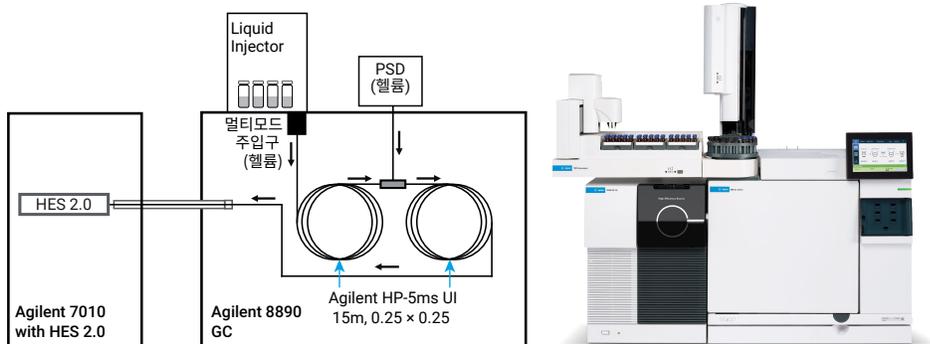


그림 1. HES 2.0으로 업그레이드된 Agilent 8890/7010B GC/TQ 시스템 및 시스템 구성

GC에는 Agilent 7650A 자동 액체 시료 주입기(ALS)와 50-용량 트레이를 장착했습니다. GC에는 온도 프로그래밍 비분할 주입을 위해 MMI를 사용했습니다. 두 개의 동일한 15m 컬럼 사이에 설치된 Agilent Purged Ultimate Union (PUU)을

사용하여 중간 컬럼 백플러싱을 수행했습니다. 8890 GC 기체역학 스위칭 기기(PSD) 모듈을 사용하여 정기적인 유지보수 횟수를 줄일 수 있었습니다. 표 1에 분석법 파라미터를 나타내었습니다.

표 1. 농약 분석을 위해 HES 2.0 이온화원 조건으로 업그레이드된 Agilent 8890 GC 및 Agilent 7010B.

| GC | |
|---------------|----------------------------------------------|
| 기기 | 빠른 오븐, 자동 시료 주입기 및 트레이를 갖춘 Agilent 8890 |
| 주입구 | 멀티모드 주입구(MMI) |
| 모드 | 비분할 |
| 분할 배출구 퍼지 유속 | 0.75분에서 15mL/분 |
| 셉텀 퍼지 유속 | 3mL/분 |
| 셉텀 퍼지 유속 모드 | 전환됨 |
| 주입량 | 1.0µL |
| 주입 유형 | 표준물질 |
| L1 공극 | 0.1µL |
| 가스 절약 기능 | 꺼짐 |
| 주입구 온도 | 60°C에서 0.1분, 600°C/분의 속도로 280°C까지 승온 |
| 분석 후 주입구 온도 | 310°C |
| 분석 후 총 유속 | 25mL/분 |
| 운반 가스 | 헬륨 |
| 주입구 라이너 | Agilent Ultra Inert 2mm 덤플 라이너(품번 5190-2297) |
| 오븐 | |
| 초기 오븐 온도 | 60°C |
| 초기 오븐 유지 시간 | 1분 |
| 승온 속도 1 | 40°C/분 |
| 최종 온도 1 | 170°C |
| 최종 유지 시간 1 | 0분 |
| 승온 속도 2 | 10°C/분 |
| 최종 온도 2 | 310°C |
| 최종 유지 시간 2 | 3분 |
| 총 실행 시간 | 20.75분 |
| 분석 후 시간(백플러싱) | 1.5분 |
| 평형 시간 | 3분 |

| 컬럼 1 | |
|----------------------|------------------------------------|
| 유형 | Agilent HP-5ms UI(품번 19091S-431UI) |
| 길이 | 15m |
| 직경 | 0.25mm |
| 필름 두께 | 0.25µm |
| 제어 모드 | 일정 유속 |
| 유속 | 1.00mL/분 |
| 주입구 연결 | 멀티모드 주입구(MMI) |
| 배출구 연결 | PSD(PUU) |
| PSD 퍼지 유속 | 5mL/분 |
| 분석 후 유속(백플러싱) | -7.873mL/분 |
| 컬럼 2 | |
| 유형 | Agilent HP-5ms UI(품번 19091S-431UI) |
| 길이 | 15m |
| 직경 | 0.25mm |
| 필름 두께 | 0.25µm |
| 제어 모드 | 일정 유속 |
| 유속 | 1.200mL/분 |
| 주입구 연결 | PSD(PUU) |
| 배출구 연결 | MSD |
| 분석 후 유속(백플러싱) | 8.202mL/분 |
| MSD | |
| 모델 | Agilent 7010B |
| 소스 | Agilent HES 2.0 |
| 진공 펌프 | 고성능 터보 |
| 튠 파일 | Atunes.eihs.tune.xml |
| 용매 지연 | 3분 |
| 사중극자 온도 (MS1 및 MS2) | 150°C |
| 이온화원 온도 | 280°C |
| 모드 | dMRM 또는 스캔 |
| He 킷치 가스 | 4mL/분 |
| N ₂ 충돌 가스 | 1.5mL/분 |
| MRM 통계 | |
| 총 MRM(dMRM 모드) | 552 |
| 최소 측정 시간(ms) | 2.63 |
| 최소 주기 시간(ms) | 82.42 |
| 최대 동시 MRM | 48 |
| EM 전압 게인 모드 | 10 |

애질런트 농약 및 환경 오염물질(P&EP) 데이터베이스(P&EP 4, 부품 번호 G9250AA)를 사용하여 dMRM(dynamic multiple reaction monitoring) 분석법을 쉽고 빠르게 생성했습니다. 총 552개의 MRM으로 190종의 농약을 분석할 수 있는 이 분석법을 사용하여 그림 2와 같이 최대 48개의 동시 MRM을 생성했습니다.

QuEChERS 시료 전처리

시료 전처리 절차를 그림 3에 요약했습니다. 냉동 유기농 어린 시금치 한 봉지를 향신료 분쇄기를 사용하여 균질화했습니다. 그런 다음 8개의 복제물을 준비했습니다. 각 복제물에 대해 균질화된 시금치 15g을 칭량하여 50mL 시험관에 넣었습니다. 그런 다음, 복제물 중 2개는 시료로 지정되었고 나머지 6개는 통합된 매트릭스 일치 표준물질로 지정되었습니다. 내부 표준물질 혼합물 15마이크로리터(부품 번호 5190-0502)를 50ng/μL로 희석하여 두 개의 시금치 시료에 첨가했습니다. 8회 반복 실험 모두에서 아세토니트릴에 1% 아세트산 15mL를 첨가하고 혼합물이 잘 섞일 때까지 볼텍싱했습니다. 추출을 위해 각 50mL 튜브에 QuEChERS 키트(부품 번호 5982-5755)의 염 패킷과 두 개의 균질기를 첨가했습니다. 이를 1분간 진탕한 다음 4,000rpm에서 최대 반경 17.4cm로 5분간 원심분리했습니다. 시료 및 통합된

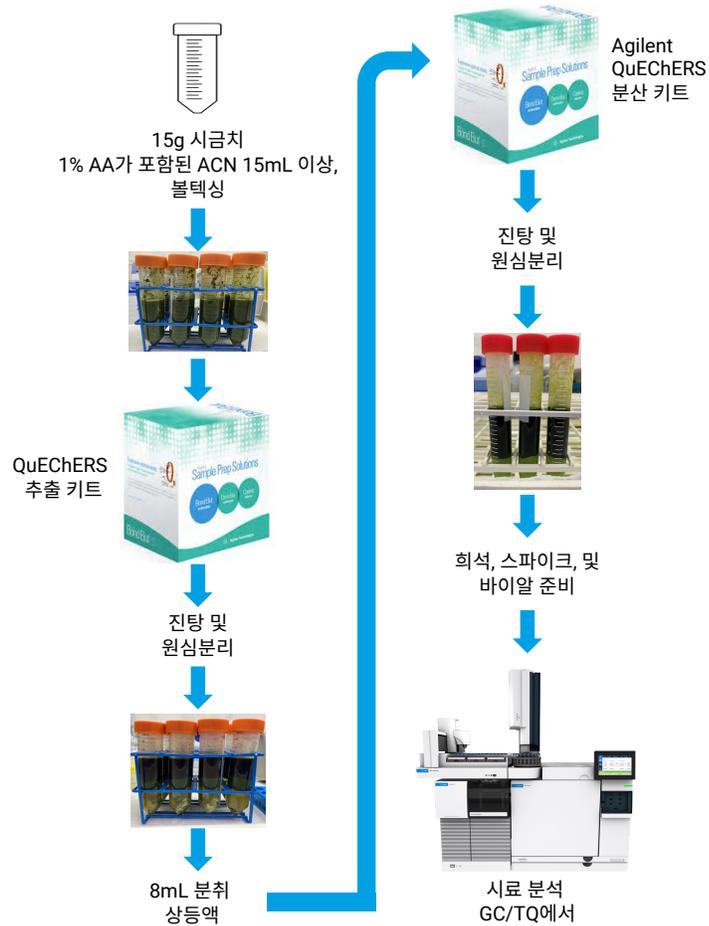


그림 3. 시료 전처리 워크플로

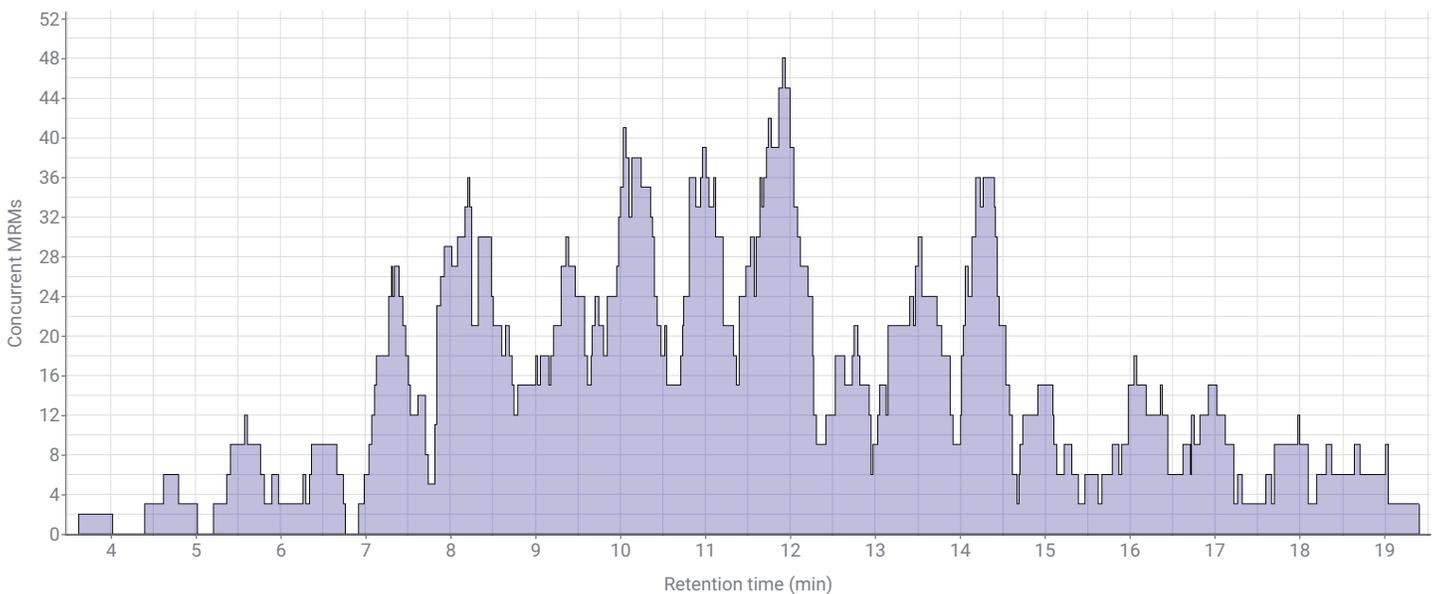


그림 2. 동시 MRM과 머무름 시간 비교

표준물질에 대해 QuEChERS 키트(부품 번호 5982-5058)의 분산용 염을 이용해 튜브로 상등액 8mL를 옮겼습니다. 이를 30초 동안 진탕한 다음 이전과 같이 5분 동안 원심분리했습니다. 각 시료의 상등액을 제거하고 갈색 유리 바이알에 넣었습니다. 혼합된 표준물질의 경우, 모든 복제물의 상등액을 제거하고 표준물질 준비를 위해 큰 갈색 병에 혼합했습니다.

표준물질 준비

다중 잔류물 매트릭스 일치 표준물질은 FDA 분석 참조 표준 키트(부품 번호 PSM-101)를 이용해 만들었습니다. PSM-101 농약 혼합물의 혼합물 A, B, C, D, E, L, M, N, O 및 P를 결합하여 190개의 농약 잔류물이 있는 10ppm stock 표준물질을 만들었습니다. 그런 다음 stock 용액을 아세토니트릴에 공칭 농도로 희석했습니다. 1,000, 100, 10 및 1ppb. GC 바이알에 표준물질을 시금치 추출물과 결합했습니다. parathion-d₁₀와 alpha-BHC-d₆의 내부 표준물질 혼합물과 아세토니트릴을 내부 표준물질의 공칭 농도가 50ppb가 될 때까지 혼합하였고 총 부피 1,500µL에서 매트릭스 일치 표준물질의 공칭 농도는 다음과 같았습니다. 0.1, 0.5, 1, 5, 10, 50, 100, 253.3, 500 및 1,000ppb. 견고성을 테스트하기 위해 50-ppb 매트릭스 일치 표준물질을 넣은 추가 바이알을 만들어 정량 분석에 사용했습니다. 표준물질의 매트릭스 농도와 일치하도록 바이알에서 시료를 3배로 희석했습니다. 이 3x 희석률은 기기가 매트릭스에 의해 과부하가 걸리거나 포화되지 않도록 하기 위해 이전 응용 자료 7에서 설명한 대로 전체 스캔 모드에서 매트릭스만 분석하여 결정되었습니다.

GC 분석을 위해 100µL의 각 표준물질 또는 시료 바이알과 함께 250µL 유리 삽입물이 있는 바이알이 사용되었습니다.

시퀀스

각 시퀀스에는 시료 또는 매트릭스 일치 표준물질로 시금치 추출물 102회 주입이 포함되었습니다. 바탕용액 아세토니트릴을 추가로 주입하여 분석물질 교차 오염 (carryover)이나 추가적인 배경 오염이 없는지 확인함으로써 시스템 청결도를 평가했습니다. 시금치 추출물의 50-ppb 매트릭스 일치 표준물질에 대한 대표적인

MRM 크로마토그램을 그림 4A에 나타내었으며, 확대된 부분은 그림 4B에 표시되어 있습니다. 시퀀스는 다음과 같습니다.

- 매트릭스 일치 검량선(10pts)
- 시금치 시료 2개
- 매트릭스 일치 검량선(10pts)
- 매트릭스 일치 표준물질(50ppb) × 60회
- 매트릭스 일치 검량선(10pts) × 2회, 각 표준물질 복제

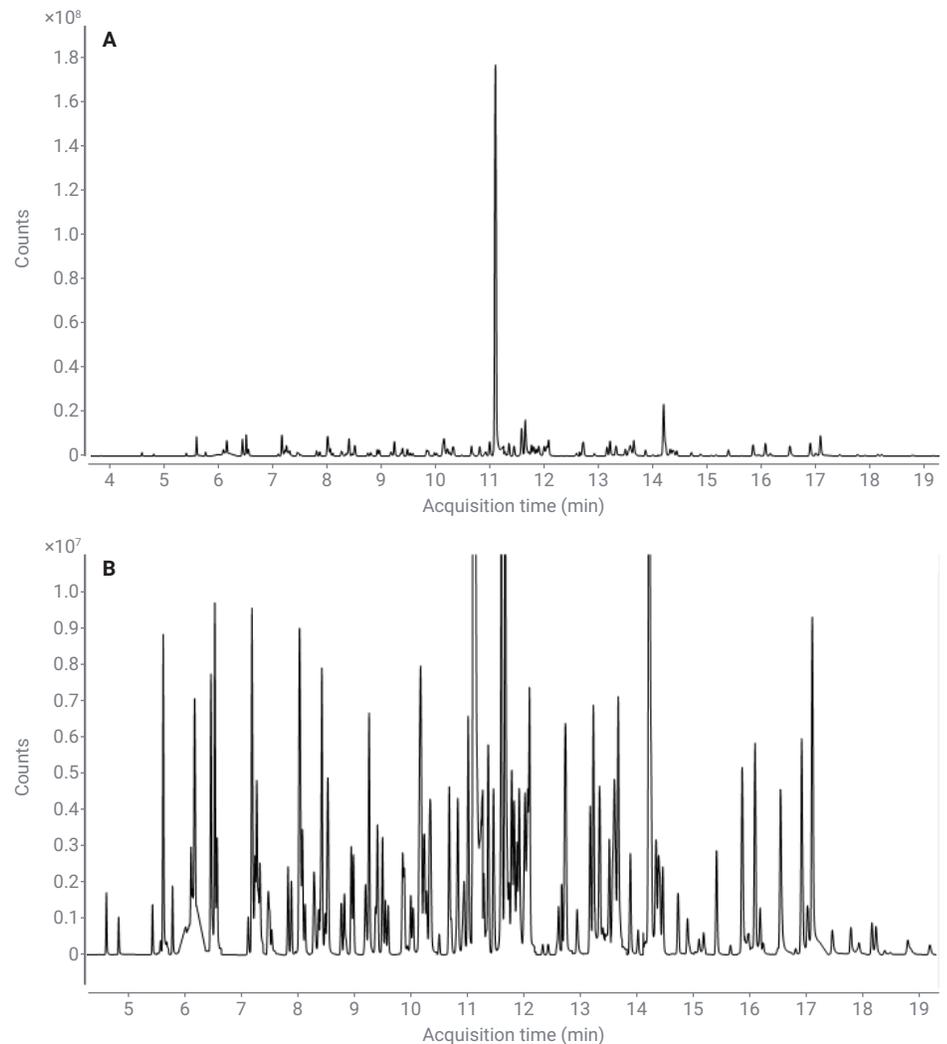


그림 4. 대표적인 크로마토그램(A)과 크로마토그램을 확대한 부분(B)

50ppb 매트릭스 일치 표준물질의 400회 이상 주입을 얻기 위해 총 819회 주입에 대해 7번의 시퀀스가 실행되었으며, 이 중 714회는 시금치 매트릭스 주입입니다. 시퀀스를 각각 실행한 후에 GC 주입구 라이너와 셉텀을 교체하고 필요에 따라 5 μ L 시린지도 교체했습니다. 또한 냉동고에 보관되어 있던 시료와 표준물질로 GC 바이알을 새로 채웠습니다. 추가적인 기기 유지보수는 수행하지 않았습니다.

결과 및 토의

GC/TQ로 분석된 190종의 농약 잔류물 중 114종이 분석 반응 및 결과를 바탕으로 추가 연구를 위해 선택되었습니다. 이러한 114개 잔류물은 검량선이 7개 시퀀스 전체에 걸쳐 선형 또는 2차 곡선이었기 때문에 선택되었습니다. 이러한 곡선에는 수동 적분과 같이 분석가의 개입이 필요하지 않았으며 50ppb 포인트를 포함하는 검량선이 있어 견고성을 위한 50ppb 매트릭스 일치 표준물질을 시료로 계산할 수 있었습니다. 신호 대 잡음비(S/N)가 3 미만이거나, 오염물질에 의해 방해받거나, 정확도가 $\pm 25\%$ 이상인 검량선의 모든 포인트는 제외되었습니다($\geq \pm 25\%$). 이러한 잔류물을 요약한 표는 표 2의 응용 자료 끝부분에서 확인할 수 있습니다.

S/N > 10 및 정량 정확도 < 25%를 유지하면서 많은 농약 잔류물을 0.5 또는 0.1ppb까지 정확하게 정량화할 수 있었습니다. 예를 들어, 그림 5A, 5B 및 5C는 각각 DCPA의 0.1ppb 피크, 해당 정성 피크 및 검량선을 보여줍니다. 데이터는 0.1-1,000ppb의 검량 범위에 걸쳐 4차수 크기의 2차 곡선으로 쉽게 정의됩니다. 미국 FDA가 정의한 바에 따라 DCPA는 다양한 과일과 채소에 대해 최저 50ppb까지 대량의 MRL을 가지고 있습니다.

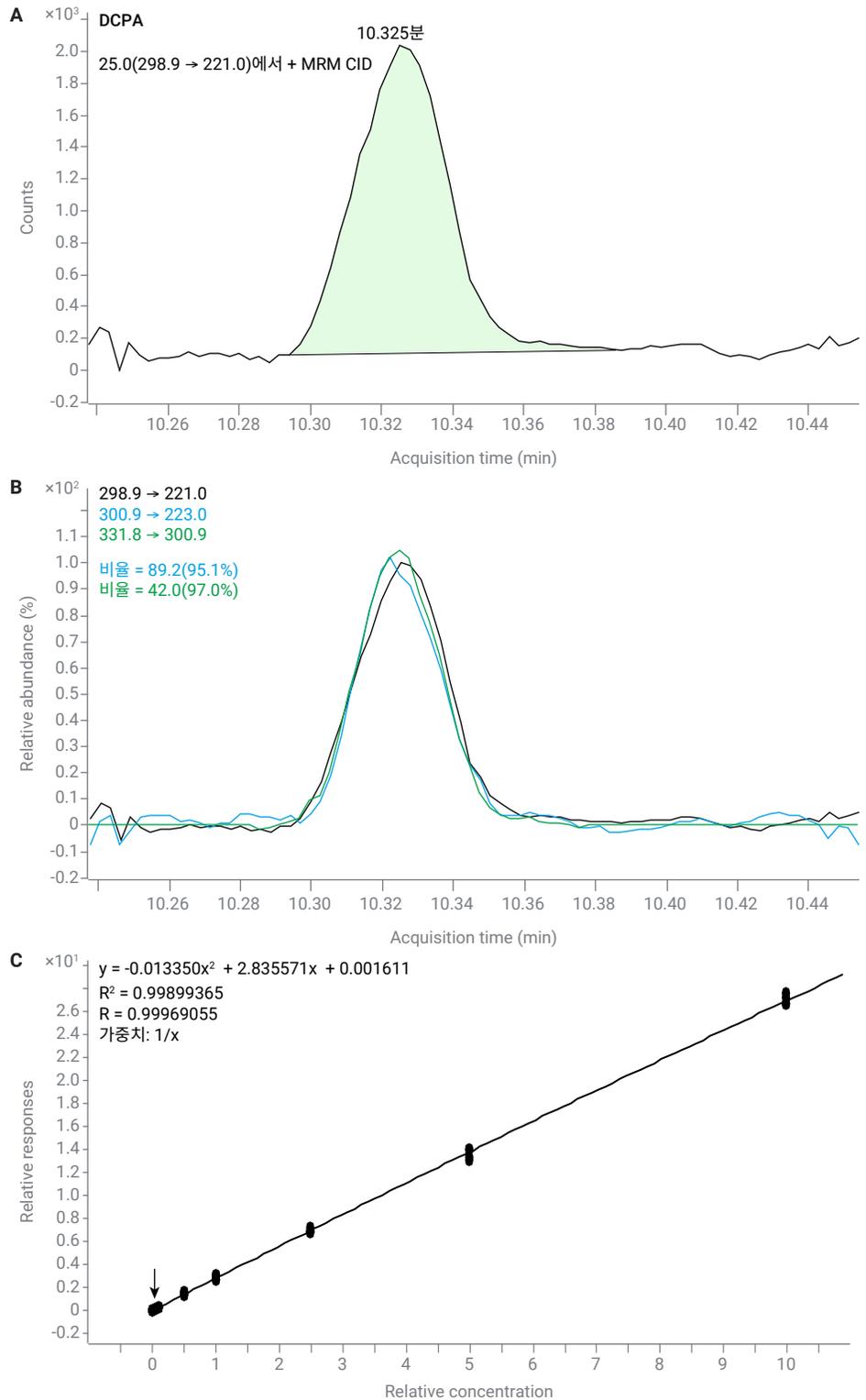


그림 5. DCPA 0.1ppb 피크의 통합 피크(A)와 정성 피크(B) 및 전체 검량선(C)

그림 6A와 6B는 각각 chlorpyrifos 0.5ppb 피크와 정성 피크를 보여주며, 그림 6C는 해당 검량선입니다. 곡선은 3.5차수 크기까지 선형이며 chlorpyrifos는 다양한 식품에서 MRL을 가지고 있고, 그 중 가장 낮은 MRL은 계란, 무화과, 포도, 사과와 같은 식품에서 0.01ppm입니다.

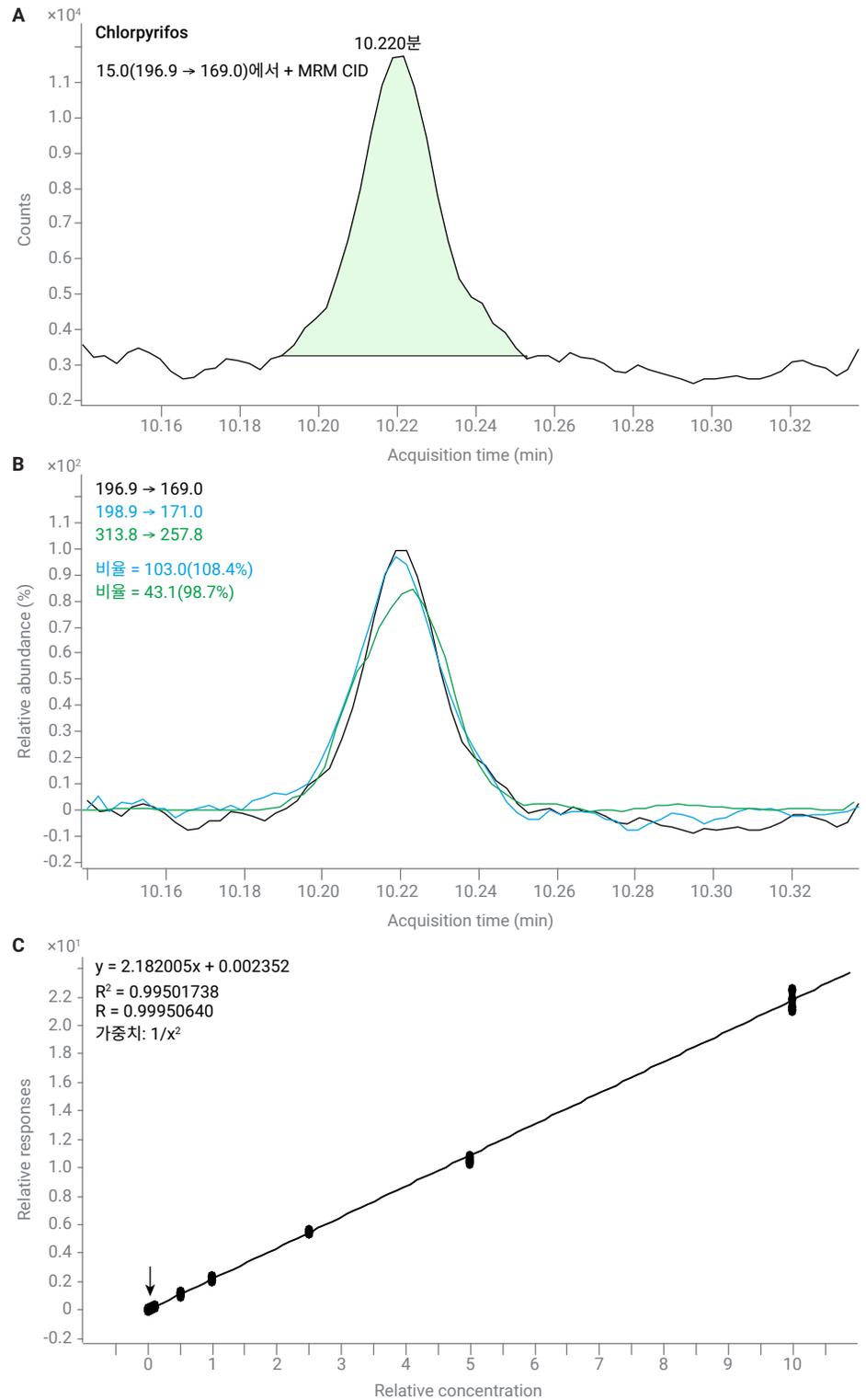


그림 6. chlorpyrifos 0.5ppb 피크의 통합 피크(A), 정성 피크(B) 및 전체 검량선(C)

시금치 MRL과 관련하여 그림 7, 8, 9에 세 가지 예가 나와 있습니다. 그림 7은 비펜트린에 대한 결과로, 3.5차수 크기에서 0.5ppb까지 2차 곡선이며 시금치의 MRL은 0.2ppm입니다. 3.5차수 크기에서 0.5ppb까지 선형인 diazinon은 그림 8에 나와 있으며 시금치의 MRL은 0.7ppm입니다.

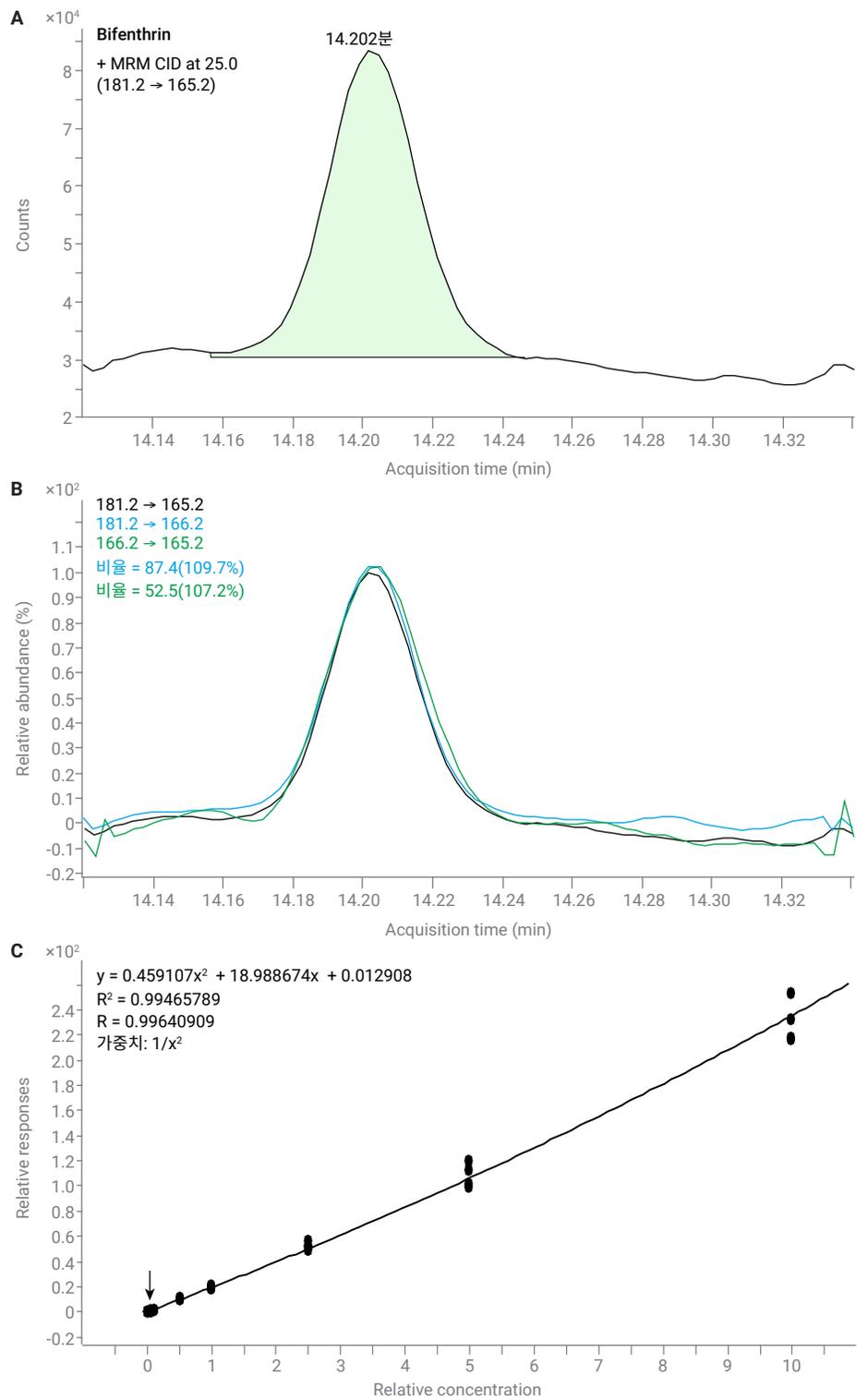


그림 7. 비펜트린 0.5ppb 피크의 통합 피크(A), 정성 피크(B) 및 전체 검량선(C)

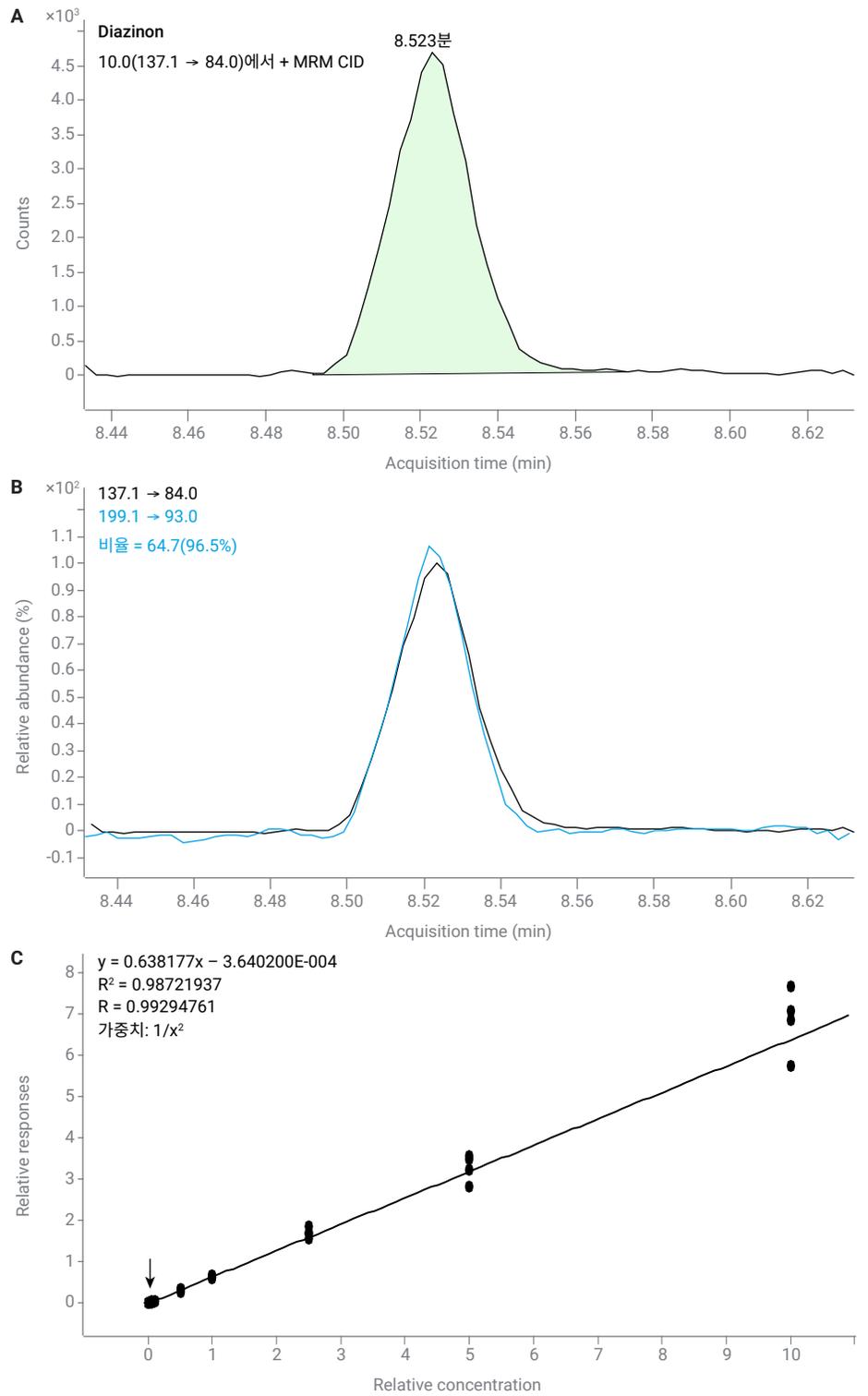


그림 8. diazinon 0.5ppb 피크의 통합 피크(A), 정성 피크(B) 및 전체 검량선(C)

마지막으로, 그림 9에는 MRL이 1ppb인 Boscalid가 나와 있습니다. 이는 0.1ppb까지 4차수 크기의 2차 곡선으로 쉽게 정의됩니다. 시금치 시료에서 세 가지 잔류물은 모두 분석법의 정량 한계(LOQ) 미만이고 해당 시금치 MRL 미만이었습니다. 시금치 시료에서 Boscalid와 비펜트린 모두 어느 잔류물에서도 피크가 검출되지 않았기 때문에 검출 한계(LOD) 미만이었습니다. 그러나 바탕 용매에는 존재하지 않는 소량의 diazinon이 검출되었습니다. 하지만 피크 면적은 LOQ보다 훨씬 미만이었고 S/N은 3에 매우 가까워 LOD에 근접하거나 미만이었습니다.

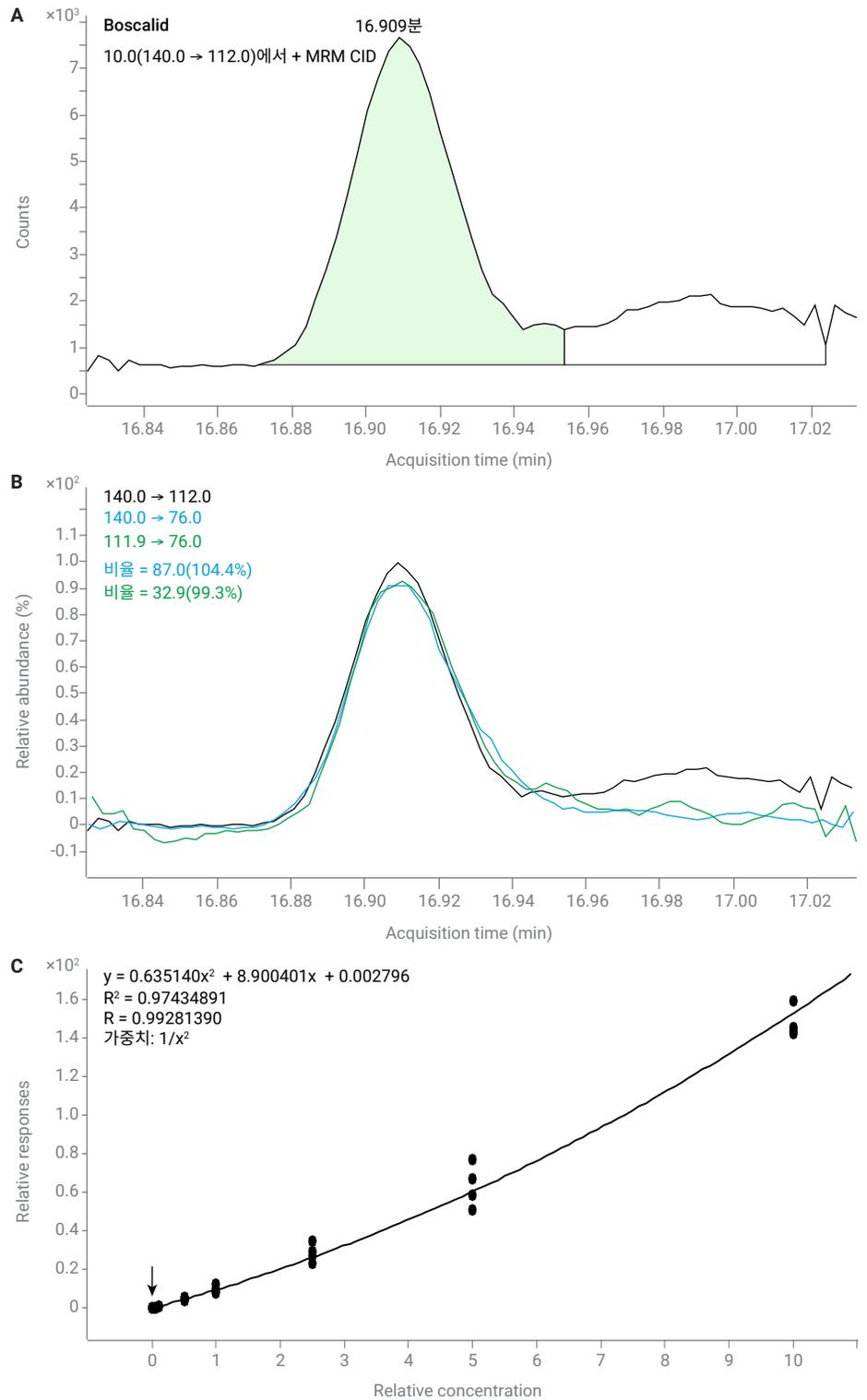


그림 9. Boscalid 0.1ppb 피크의 통합 피크(A), 정성 피크(B) 및 전체 검량선(C)

혁신적인 HES 2.0 소스는 총 800회 이상 주입되는 시퀀스 내에서 분석된 50ppb에서 매트릭스 일치 검량 표준물질을 400회 이상 반복 주입했을 때 분석된 농약에 대한 반응 안정성을 향상시켰습니다. 그림 10은 6 시퀀스에 걸쳐 해당 검량선의 시료로 계산된 50ppb 매트릭스 일치 표준물질의 400회 반복 분석을 보여줍니다. 상단의 X축은 견고성을 위한 50ppb 매트릭스 일치 표준물질의 주입 횟수에 해당합니다. 하단의 X축은 시금치 QuEChERS 매트릭스의 총 주입 횟수에 해당하므로 바탕시료 주입은 제외됩니다. ppb 농도 대 주입 횟수 플롯은 분석의 견고성과 정확성을 보여줍니다. 이 결과는 하나의 포인트를 제외한 모든 포인트가 $\pm 20\%$ 오차(GC/TQ 데이터에서 제공되는 일반적인 % 오차) 내이고 대부분의 포인트가 실제 $\pm 10\%$ 내라는 사실을 보여줍니다. 전체 114개 잔류물의 400회 반복 분석에 대한 %RSD가 요약된 표 2를 보면, 114개 잔류물 중 거의 80%의 %RSD가 10% 미만이고, 5개의 %RSD만 20%를 넘었습니다. 분석 및 기기의 견고성이 명확하게 입증되며, 시퀀스 사이에 주입구 유지보수만 필요하고 기기에 대한 추가 유지보수는 필요하지 않습니다.

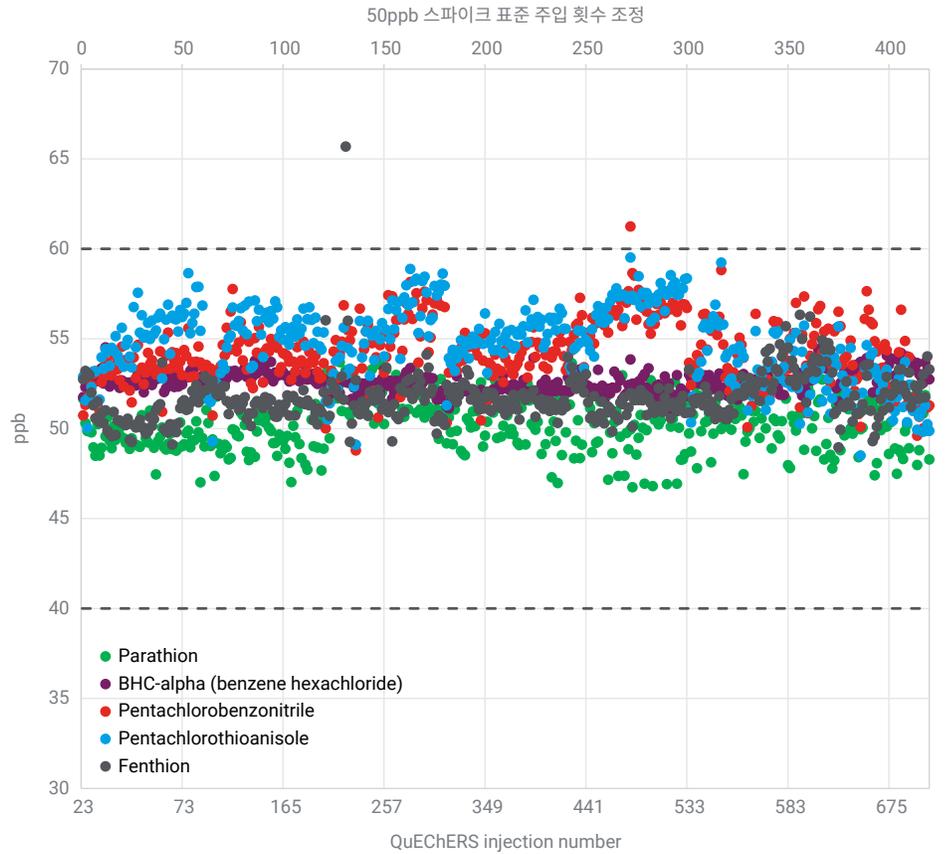


그림 10. 시금치 QuEChERS 추출물 714회 주입 과정에서 50ppb 매트릭스 일치 표준물질의 계산된 농약 농도

표 2. 견고성을 위한 50ppb 매트릭스 일치 표준물질 주입의 400회 주입에 대한 검량 범위, 검량선 피팅 및 %RSD 등 114개 잔류물의 요약 정보. %RSD > 20%인 결과는 빨간색으로 강조 표시했습니다.

| 명칭 | 머무름 시간(분) | 최소 검량 (ppb) | 최대 검량 (ppb) | 곡선 피팅 | 곡선 가중치 | %RSD |
|----------------------------------|-----------|-------------|-------------|-------|------------------|------|
| Ethiolate | 4.609 | 0.5 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 7.6 |
| Dichlorvos | 4.826 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x | 10.4 |
| Nicotine | 5.424 | 0.5 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 11.9 |
| Biphenyl | 5.615 | 1 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 6.2 |
| 2-Phenylphenol | 6.457 | 5 | 1,000 | 2차 | 1/x | 7.5 |
| Pentachlorobenzene | 6.566 | 0.1 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 4.8 |
| Tecnazene | 7.118 | 0.1 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 3.9 |
| Diphenylamine | 7.186 | 0.1 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 6.5 |
| Ethoprophos | 7.238 | 5 | 1,000 | 2차 | 1/x | 12.3 |
| 2,3,5,6-Tetrachloroaniline | 7.297 | 0.5 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 4.9 |
| Chlorpropham | 7.325 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x | 7.5 |
| Trifluralin | 7.462 | 1 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 6.6 |
| Benfluralin | 7.496 | 0.1 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 7.2 |
| BHC-alpha (Benzene Hexachloride) | 7.881 | 1 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 1.0 |
| 2,6-Diisopropyl-naphthalene | 8.02 | 5 | 1,000 | 2차 | 1/x | 5.5 |
| Hexachlorobenzene | 8.024 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x | 4.5 |
| Ethoxyquin | 8.034 | 0.1 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 25.3 |
| Dichloran | 8.04 | 1 | 250 | 선형 | 1/x ² | 7.7 |
| Simazine | 8.043 | 5 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 7.0 |
| Pentachloroanisole | 8.073 | 0.1 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 3.3 |
| Atrazine | 8.124 | 1 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 5.5 |
| Beta-BHC | 8.278 | 1 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 4.9 |
| Terbuthylazine | 8.363 | 1 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 14.6 |
| BHC-gamma (Lindane, Gamma HCH) | 8.398 | 1 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 4.5 |
| Pentachloronitrobenzene | 8.478 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 33.7 |
| Pentachlorobenzonitrile | 8.515 | 0.1 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 3.1 |
| Diazinon | 8.526 | 0.5 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 5.8 |
| Pyrimethanil | 8.53 | 0.1 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 5.0 |
| BHC-delta | 8.763 | 1 | 1,000 | 2차 | 1/x | 11.4 |
| Triallate | 8.817 | 1 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 4.4 |
| Iprobenfos | 8.942 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 17.3 |
| Pirimicarb | 8.976 | 1 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 8.9 |
| Pentachloroaniline | 9.178 | 0.1 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 4.6 |
| Propanil | 9.193 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 11.4 |
| Metribuzin | 9.256 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 5.8 |
| Dimethachlor | 9.255 | 0.5 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 6.0 |
| Vinclozolin | 9.372 | 0.1 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 9.5 |
| Chlorpyrifos-methyl | 9.404 | 0.1 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 8.4 |
| Parathion-methyl | 9.403 | 5 | 1,000 | 2차 | 1/x | 9.3 |
| Ametryn | 9.495 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 6.5 |
| Tolclofos-methyl | 9.496 | 5 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 5.8 |
| Prometryn | 9.541 | 0.1 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 6.9 |
| Pirimiphos-methyl | 9.85 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 8.9 |
| Fenitrothion | 9.855 | 0.1 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 10.2 |

| 명칭 | 머무름 시간(분) | 최소 검량 (ppb) | 최대 검량 (ppb) | 곡선 피팅 | 곡선 가중치 | %RSD |
|-----------------------------------|-----------|-------------|-------------|-------|------------------|------|
| Ethofumesate | 9.877 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 6.5 |
| Malathion | 9.995 | 10 | 1,000 | 2차 | 1/x | 20.0 |
| Pentachlorothioanisole | 10.032 | 0.1 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 3.5 |
| Metolachlor | 10.166 | 5 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 6.2 |
| Fenthion | 10.187 | 0.5 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 2.4 |
| Chlorpyrifos | 10.224 | 0.5 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 4.5 |
| Parathion | 10.242 | 1 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 2.7 |
| Triadimefon | 10.275 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x | 11.6 |
| Tetraconazole | 10.319 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 7.5 |
| DCPA(Dacthal, Chlorthal-dimethyl) | 10.328 | 0.1 | 1,000 | 2차 | 1/x | 7.3 |
| Isocarbophos | 10.346 | 0.1 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 4.7 |
| Butralin | 10.496 | 0.5 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 5.7 |
| Cyprodinil | 10.672 | 0.5 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 7.8 |
| MGK-264 | 10.709 | 0.1 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 7.3 |
| Pendimethalin | 10.797 | 0.5 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 4.6 |
| Penconazole | 10.826 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 9.8 |
| Heptachlor Exo-epoxide | 10.904 | 10 | 1,000 | 2차 | 1/x | 14.1 |
| Fipronil | 10.915 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x | 10.7 |
| Triadimenol | 11.008 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 7.1 |
| Quinalphos | 11.01 | 1 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 3.3 |
| Chlordane-trans | 11.326 | 100 | 1,000 | 2차 | 1/x | 13.6 |
| DDE-o,p' | 11.363 | 0.1 | 500 | 2차 | 1/x ² | 11.8 |
| Mepaniprim | 11.458 | 0.5 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 7.1 |
| Flutriafol | 11.596 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x | 6.6 |
| Flutolanil | 11.664 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 4.6 |
| Napropamide | 11.697 | 0.5 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 8.5 |
| Hexaconazole | 11.73 | 0.5 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 8.6 |
| Isoprothiolane | 11.776 | 0.1 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 4.8 |
| Prothiofos | 11.782 | 0.5 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 5.2 |
| Fludioxonil | 11.819 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 6.9 |
| DEF | 11.871 | 0.5 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 7.4 |
| DDE-p,p' | 11.91 | 0.1 | 500 | 2차 | 1/x ² | 9.8 |
| Oxyfluorfen | 11.988 | 0.5 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 5.2 |
| Myclobutanil | 12.013 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 8.2 |
| Buprofezin | 12.066 | 1 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 6.2 |
| Bupirimate | 12.089 | 0.5 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 6.7 |
| Kresoxim-methyl | 12.093 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x | 5.9 |
| Chlorfenapyr | 12.326 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 4.8 |
| Endrin | 12.425 | 5 | 1,000 | 2차 | 1/x | 10.3 |
| Ethion | 12.718 | 5 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 7.5 |
| Benalaxyl | 13.167 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 7.7 |
| Trifloxystrobin | 13.223 | 0.5 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 5.3 |
| Quinoxifen | 13.222 | 0.1 | 1,000 | 선형 | 1/x ² | 7.7 |
| Endosulfan Sulfate | 13.328 | 1 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 13.2 |
| Tebuconazole | 13.565 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 6.6 |
| Nuarimol | 13.595 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 6.4 |
| Triphenyl Phosphate | 13.659 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 6.1 |

| 명칭 | 머무름 시간(분) | 최소 검량 (ppb) | 최대 검량 (ppb) | 곡선 피팅 | 곡선 가중치 | %RSD |
|--------------------|-----------|-------------|-------------|-------|------------------|------|
| Piperonyl butoxide | 13.662 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 5.9 |
| Epoxiconazole | 13.876 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 8.5 |
| Spiromesifen | 14.014 | 1 | 1,000 | 2차 | 1/x | 15.5 |
| Tetramethrin I | 14.207 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x | 7.4 |
| Bifenthrin | 14.179 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 4.4 |
| EPN | 14.226 | 10 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 5.8 |
| Bromopropylate | 14.221 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 5.2 |
| Etoazole | 14.375 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 6.3 |
| Tebufenpyrad | 14.398 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 6.9 |
| Fenamidone | 14.449 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 7.4 |
| Tetradifon | 14.72 | 5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 9.2 |
| Metrafenone | 15.648 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 6.4 |
| Bitertanol I | 15.857 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 9.7 |
| Spirodiclofen | 15.976 | 5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 49.3 |
| Pyridaben | 16.081 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 5.8 |
| Cyfluthrin I | 16.484 | 5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 22.2 |
| Fenbuconazole | 16.535 | 5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 9.5 |
| Cypermethrin I | 16.8 | 5 | 1,000 | 2차 | 1/x | 23.8 |
| Boscalid | 16.909 | 0.1 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 8.4 |
| Ethofenprox | 17.096 | 0.5 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 5.9 |
| Difenoconazole I | 18.148 | 1 | 1,000 | 2차 | 1/x | 12.4 |
| Azoxystrobin | 18.787 | 10 | 1,000 | 2차 | 1/x ² | 11.2 |
| Dimethomorph I | 19.175 | 5 | 1,000 | 2차 | 1/x | 15.3 |

결론

HES 2.0 전자 이온화(EI) 소스로 업그레이드된 Agilent 7010 Series QQQ 질량 분석기 (GC/TQ)의 분석 성능이 다중 잔류 농약 분석에 대해 입증되었습니다. 이 시스템은 분석 감도가 원래 HES와 동일하거나 더 우수하고 정확하고 견고한 것으로 나타났습니다. HES 2.0을 갖춘 7010 GC/TQ를 MMI 주입구와 15m × 15m 중간 컬럼 백플러시 구성을 갖춘 Agilent 8890 GC와 결합하면 가열된 영역을 냉각할 필요 없이 주입구 유지보수가 가능하여 기기 가동 중단이 최소화됩니다. 분석법에 영향을 주지 않거나 기기 성능이 저하되지 않는 이 응용 구성은 까다로운 매트릭스를 포함하여 기기가 강력하고 신뢰할 수 있는 분석 결과를 제공할 수 있음을 보여줍니다.

참고 문헌

1. Anastassiades, M.; Lehotay, S. J.; Stajnbaher, D.; Schenck, F. J. Fast and Easy Multiresidue Method Employing MeCN Extraction/Partitioning and “Dispersive Solid-Phase Extraction” for the Determination of Pesticide Residues in Produce. *J. AOAC Int.* **2003**, *86*, 412–431.
2. Pesticide Residues in Foods by MeCN Extraction and Partitioning with Magnesium Sulfate. Official Methods of Analysis of AOAC International; AOAC International: Gaithersburg, MD, **2007**; Method 2007.1.
3. Lehotay, S. J. QuEChERS Sample Preparation Approach for Mass Spectrometric Analysis of Pesticide Residues in Foods. *Methods Mol. Biol.* **2011**, *747*, 65–91. doi: 10.1007/978-1-61779-136-9_4. PMID: 21643905.
4. Alder, L.; Greulich, K.; Kempe, G.; Vieth, B. Residue Analysis of 500 High Priority Pesticides: Better by GC-MS or LC-MS/MS? *Mass Spectrom. Rev.* **2006**, *25*, 838–865.
5. Chamkasem, N.; Ollis, L. W.; Harmon, T.; Lee, S.; Mercer, G. Analysis of 136 Pesticides in Avocado Using a Modified QuEChERS Method with LC-MS/MS and GC-MS/MS. *J. Agric. Food Chem.* **2013**, *61*(10), 2315–2329. DOI: 10.1021/jf304191c
6. Lehotay, S. J.; Han, L.; Sapozhnikova, Y. Automated Mini-Column Solid-Phase Extraction Cleanup for High-Throughput Analysis of Chemical Contaminants in Foods by Low-Pressure Gas Chromatography-Tandem Mass Spectrometry. *Chromatographia* **2016**, *79*(17), 1113–1130. DOI: 10.1007/s10337-016-3116-y.
7. Andrianova, A.; Zhao, L. GC/MS/MS 로 까다로운 식품 매트릭스 속 200여 개의 농약 성분을 분석할 때 최고의 성능을 발휘하기 위한 5가지 중요 사항. *Agilent Technologies 응용 자료*, 발행 번호 5994-4965KO, **2022**.

www.agilent.com

DE34182072

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2024
2024년 5월 3일 한국에서 발행
5994-7385KO

한국에질런트테크놀로지스(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