

Application News

No. SSK-GCMS-2408

GC-MS/MS Gas Chromatograph Mass Spectrometer

GC-MS/MS를 이용한 276종 잔류농약 동시분석

Simultaneous analysis of 276 pesticide residues using GC-MS/MS

■ 서론

국내 농림축산식품부 (농식품부) 및 식품의약품안전처 (식약처)는 소비자에게 잔류농약으로부터 안전한 먹거리 공급을 위해 '농약관리법', '식품 위생법' 및 '농수산물품질관리법' 등의 관련법을 제정하여 부적합 농산물이 시중에 유통되는 사고 등을 미연에 방지하고 있다. 또한 농산물은 신선도에 따라 품질 및 시장 가격 등이 급격히 달라지기 때문에 농산물 중 잔류농약 분석에서는 신속하고 정확한 시험법이 요구된다.

국내 농산물 중 잔류농약의 안전관리는 생산, 유통, 수입 단계에 따라 적용되는 관련법이 다르기 때문에 공정시험법 또한 관련법마다 따로 제정되어 운용되고 있다. 현행법 상 농산물 중 잔류농약의 다성분 동시분석을 위한 공정시험법은 식약처의 '식품공전 : 7.1.2.2 다성분 시험법-제2법 (이하 식약처 시험법)'과 농식품부 농산물품질관리원의 '농산물 잔류농약 분석방법(이하 농품원 시험법)'이 있다.¹⁻²⁾

해당 두 공정시험법 모두 시료의 전처리 방법 및 GC-MS/MS를 이용한 분석 조건은 동일한 방식이며, 시험법 상 기기분석에 필요한 시간 또한 35분으로 동일하다. 하지만 분석 대상 성분의 경우에는 생산, 유통, 수입 단계에 따라 필요한 성분이 추가로 지정되기 때문에 식약처 시험법에서는 272종, 농품원 시험법에서는 237종으로 서로 다르게 설정되어 있다.

본 뉴스레터에서는 잔류농약 분석에 있어서 시험 분석자의 편의성을 고려하고 비용 및 시간 절약으로 효율성 있는 기기 분석 방법을 제공하고자 식약처 시험법의 272종 성분에 농품원 시험법에서만 다루는 4종 성분 (Azinphos-ethyl, Bifenazate, Folpet, Hexachlorobenzene)을 추가하여 총 276종의 잔류농약 성분에 대해 GC-MS/MS분석을 수행한 분석법을 소개한다.

■ 재료 및 방법

분석 장비는 그림 1과 같이 GCMS-TQ8050 NX를 사용하였고 표 1의 분석조건을 이용하였다. 해당 분석 조건은 공정시험법의 분석 조건 상 컬럼 오픈 조건을 변형한 것으로 현행 공정시험법의 35분보다 15분 절약된 시간으로 분석을 진행하였다. 시험법 검증을 위한 검량선 작성 시 사용되는 표준물질은 모두 아세트나이트릴을 용매로 하여 5개의 서로 다른 농도 (5, 10, 20, 50 및 100 ng/mL)로 제조하였고 분석에 이용하였다.



그림 1. GCMS-TQ8050 NX

검량선 작성을 위한 표준용액의 농도는 잔류농약 허용기준을 일률적으로 관리하는 제도인 PLS(Positive List System)에 부합하는 수준 (10 mg/kg)으로 적용하였다.

■ 기기 분석 조건

표 1. GC-MS/MS 분석 조건

| GC System | Nexis GC-2030 |
|-------------------------|---|
| Analytical Column | : SH-I-5MS (30 m x 0.25 mm, 0.25 μm) |
| Carrier Gas | : He (99.999%) |
| Column Flow | : 1.2 mL/min |
| Injection Temp. | : 280 °C |
| Injection Mode | : Splitless |
| Flow Control | : Linear Velocity (40 cm/sec) |
| High pressure injection | : 250 kPa, 1.5 min |
| Oven Temp. | : 60 °C (1 min) → 40 °C/min → 170 °C → 10 °C/min → 310 °C (2.25 min) Total runtime : 20 min |
| Injection Volume | : 1 μL |
| MS/MS System | GCMS-TQ8050 NX |
| Ionization Method | : EI |
| Interface Temp. | : 300 °C |
| Ion Source Temp. | : 250 °C |
| Acquisition Mode | : MRM |

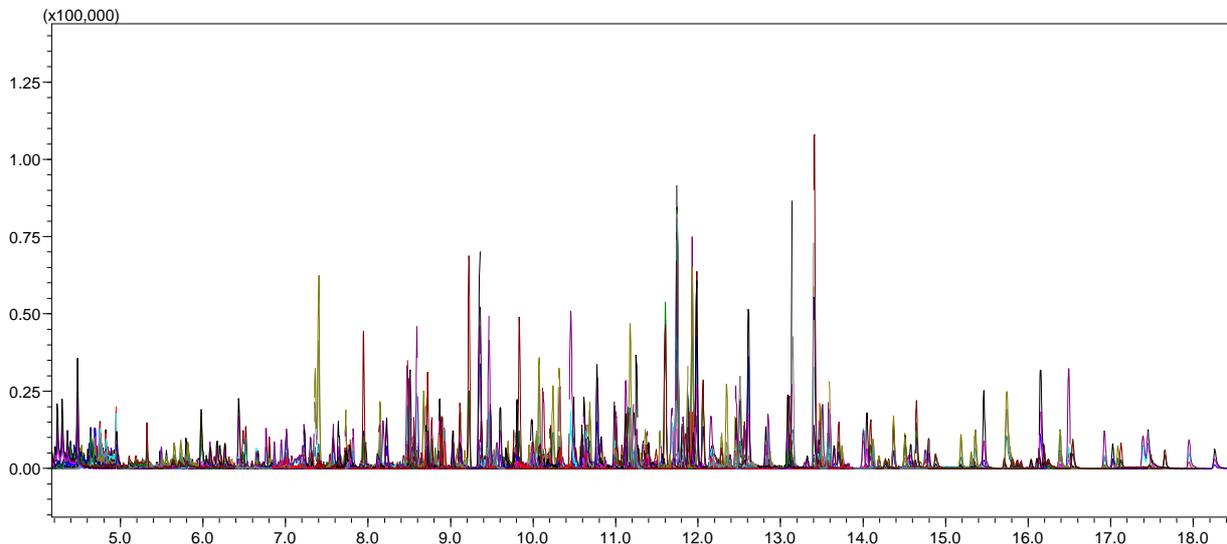


그림 2. GC-MS/MS로 분석한 잔류농약 276 성분 동시 분석 크로마토그램 (10 ng/mL)

■ 결과

분석 대상 농약 276종을 분석한 결과의 TIC 크로마토그램은 그림 2에서 확인할 수 있다. 표준물질 (5, 10, 20, 50, 및 100) $\mu\text{g}/\text{kg}$ 을 분석하여 검량선의 직선성($R^2 \geq 0.995$ 이상)도 우수한 것으로 확인되었다. 분석 성분 중 일부 성분의 검량선을 그림 3에 나타내었다.

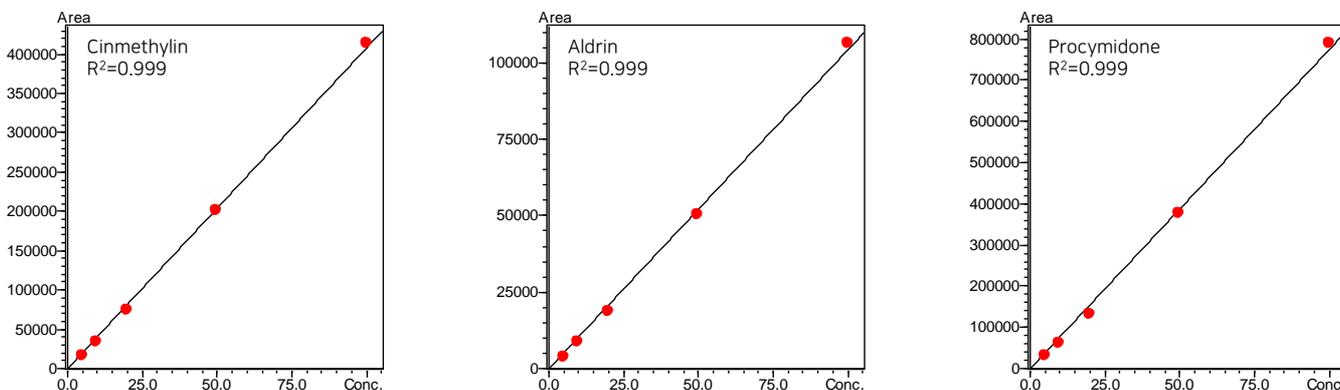


그림 3. 276종 잔류농약 분석 성분 중 일부 성분의 검량선

■ 결론

본 뉴스레터에서는 국내 공정시험법의 관리대상 성분인 잔류농약 총 276종을 Shimadzu GCMS-TQ8050NX로 분석하였다. 기기분석 조건 중 오븐 조건을 변경하여 기존 분석 조건보다 단축된 시간으로 분석하였고, 해당 조건에서 276종 성분이 모두 동시 분석이 가능하였다. 이를 통해 해당 분석방법이 시험 분석자에게 편의성을 제공함은 물론 분석에 필요한 시간 및 비용을 절약할 수 있기 때문에 국내 농산물 중 잔류농약 분석 시 해당 분석방법을 활용하면 보다 효율적인 분석이 가능할 수 있음을 확인하였다.

■ 참고문헌

- 1) 식품의약품안전처 고시 제 2024-22호
- 2) 국립농산물품질관리원 공고 제 2024-150호