

식품의약품안전처 고시 제2020-98호

식품의 기준 및 규격 일부개정고시

2020. 10. 16.

식품의약품안전처

식품의약품안전처 고시 제2020-98호

식품의 기준 및 규격 일부개정고시

1. 개정 이유

코로나-19 장기화로 외식대체 가정간편식 수요가 증가함에 따라 간편조리 세트(소위 밀키트) 식품유형을 신설하고 제품의 특성을 고려한 합리적인 기준·규격 신설을 통해 관련 산업을 활성화하며 식품안전관리를 강화하고자 함

식품원료의 사용기준을 명확히하고, 식용근거가 확인된 수산물 2종을 식품에 사용할 수 있는 원료 목록에 추가하여 식품원료 사용의 편의성을 증진하고, 식품산업 활성화에 기여하고자 함

국내외에서 사용되는 농약 및 동물용의약품에 대한 잔류허용기준을 신설·개정하고, 사료 등으로 인해 축산물에 비의도적으로 잔류되는 농약성분의 잔류허용기준 및 관련 시험법을 개정하여 국민에게 안전한 식품을 공급하고자 함

고령친화식품의 물성(경도 및 점도)시험법을 신설하고, 이물, 비타민 및 올리고당 시험법의 분석조건 등을 최적화하여 시험결과의 정확성 및 신뢰성을 제고하고자 함

2. 주요 내용

가. 간편조리세트 식품유형 신설[안 제2. 4. 31), 제2. 4. 32), 제5. 22. 22-2]

- 1) 코로나-19 장기화로 가정에서 간편하게 조리하여 섭취하는 외식대체 가정간편식 수요가 증가
- 2) 간편조리세트 제품에 대한 식품유형과 보존·유통기준, 제조·가공기준 및 규격을 신설
- 3) 제품의 특성을 고려한 합리적 기준 신설로 관련 산업 활성화 및 식품 안전관리 강화

나. 식품원료 사용기준 개정[안 제2. 1. 1) (24) 및 제2. 3. 11)]

- 1) 식품에 사용할 수 없는 씨앗이 포함된 열매 및 삼(대마)씨의 식품원료 사용을 위해 사용기준 및 조건의 명확화 필요
- 2) 식품원료 중 씨앗을 사용할 수 없도록 정하고 있더라도 섭취 시 씨앗이 제거되는 경우, 씨앗을 포함한 열매로 식품제조에 사용할 수 있도록 기준 신설
- 3) 삼(대마)씨앗 및 삼(대마)씨유에 칸나비디올(CBD) 기준 신설
- 4) 식품에 사용가능한 원료의 사용범위 확대 및 명확화로 식품원료 사용에 따른 현장의 혼란 방지

다. 식품원료 목록 개정[안 별표 1 및 별표 2]

- 1) 식품원료 목록 중 품목명, 기타명칭, 학명, 사용부위 등이 명확하지 않거나, 중복 등재 및 식용근거가 확인된 원료에 대한 식품원료 목록 등재 필요

- 2) 매오징어(*Watasenia scintillans*)와 Japanese sea cucumber(*Stichopus japonicus/ Apostichopus japonicus*) 2품목을 「식품의 기준 및 규격」 [별표 1]의 식품에 사용할 수 있는 원료 목록에 추가
- 3) 식품원료 목록 중 품목명, 기타명칭, 학명, 사용가능부위 등 명확화
- 4) 식품에 사용 가능한 원료의 품목 확대로 다양한 제품 개발 등 식품 산업 활성화에 기여하고 식품원료 사용부위의 명확화 등 식품원료목록 정비를 통해 사용대상 명확화

라. 농산물 중 농약 잔류허용기준 신설 및 개정[안 별표 4 중 (1) 이미
 녹타딘, (3) 글리포세이트, (9) 델타메트린, (21) 디클로르보스, (29) 디플루벤주론, (31) 마이클로뷰타닐, (46) 메틸브로마이드, (50) 베나락실, (54) 베타존, (55) 뷰프로페진, (59) 비터타놀, (61) 비펜트린, (66) 사이퍼메트린, (67) 사이플루트린, (68) 사이할로트린, (78) 알라클로르, (85) 에토펜프록스, (86) 에토프로포스, (99) 이사-디, (110) 카두사포스, (112) 카벤다짐, (114) 카보퓨란, (116) 카답, (118) 캡탄, (133) 테부코나졸, (135) 터부포스, (146) 트리클로피르, (149) 트리플루미졸, (161) 페녹사프로프-에틸, (162) 페니트로티온, (170) 펜토에이트, (171) 펜프로파트린, (173) 포레이트, (178) 폭심, (179) 폴펫, (183) 플루아지포프-뷰틸, (192) 프로피코나졸, (200) 헥사코나졸, (201) 헥시티아족스, (206) 클로르페나피르, (207) 테부페노자이드, (208) 테부펜피라드, (212) 플루페녹수론, (215) 피프로닐, (218) 디메토모르프, (221)

디티아논, (225) 사이프로디닐, (227) 아세타미프리트, (228) 아족시스트로빈, (230) 크레속심메틸, (231) 클로르플루아주론, (233) 펜사이큐론, (234) 펜피록시메이트, (235) 포스티아제이트, (237) 피메트로진, (238) 플루디옥소닐, (239) 플루아지남, (248) 아바멕틴, (249) 에마멕틴 벤조에이트, (251) 에톡사졸, (253) 이미벤코나졸, (259) 피리메타닐, (265) 디메테나미드, (273) 밀베멕틴, (275) 뷰타클로르, (283) 아시벤졸라-에스-메틸, (286) 에트리디아졸, (290) 인독사카브, (299) 티플루자마이드, (301) 펜헥사미드, (308) 플루설파마이드, (309) 플루톨라닐, (321) 디노테퓨란, (323) 보스칼리드, (325) 사이아조파미드, (326) 아세퀴노실, (332) 클로티아니딘, (333) 테부피림포스, (335) 트리플록시스트로빈, (345) 피라클로스트로빈, (349) 노발루론, (352) 메톡시페노자이드, (353) 메트코나졸, (357) 디티오카바메이트, (370) 벤티아발리카브아이소프로필, (380) 피리달릴, (381) 육-비에이, (384) 사이플루페나미드, (386) 플로니카미드, (393) 메트알데하이드, (395) 플루오피콜라이드, (399) 사이플루메토펴, (403) 메타플루미존, (404) 메트라페논, (405) 사이에노피라펜, (408) 스피네토람, (416) 클로란트라닐리프롤, (422) 펜티오피라드, (423) 피콕시스트로빈, (424) 피리플루퀴나존, (427) 이미시아포스, (428) 플루오피람, (430) 설폭사플로르, (431) 아이소피라잠, (433) 사이안트라닐리프롤, (435) 펜피라자민, (436) 플루티아닐, (437) 플록사피록사드, (441) 피리벤카브, (442) 플루피라디퓨론, (450) 발리페날레이트, (452) 아이소페타미드, (453) 만데스트로빈, (454) 플루엔

설폰, (458) 사이클라닐리프롤, (460) 피카뷰트라족스, (467) 플룩사메타
마이드, (468) 티아페나실, (469) 플루트리아폴, (470) 비사이클로피론,
(473) 피라지플루미드, (499) 플루티아셋-메틸, (500) 피디플루메토펜,
(501) 스트렙토마이신, (502) 발리다마이신에이, (511) 옥시테트라사이
클린, (513) 아사이노나피르, (514) 아피도피로펜]

- 1) 「농약관리법」에 따른 등록(예정) 농약 및 수입 농산물에 잔류허용
기준 설정 신청에 따른 농약 잔류허용기준 신설 및 개정 필요
- 2) 아피도피로펜 등 128종의 농약 잔류허용기준 신설 및 개정
- 3) 농산물에 농약 잔류허용기준을 합리적으로 신설 및 개정하여 국민에게
안전한 식품 공급

마. 식품 중 동물용의약품의 잔류허용기준 신설 및 개정[안 별표 5 중

(56) 린코마이신, (82) 세파세트릴, (127) 안티피린, (129) 구아이페네
신, (170) 요오드퀴놀린설펜산, (171) 플루메타손, (172) 클라노부틴]

- 1) 「약사법」에 사용이 허가된 동물용의약품의 안전관리에 따른 관련
기준 신설 필요
- 2) 린코마이신 등 7종의 동물용의약품 잔류허용기준 개정
- 3) 식품 중 동물용의약품 잔류허용기준을 합리적으로 개정하여 국민에
게 안전한 식품 공급

바. 축·수산물 중 잔류물질 잔류허용기준 개정[안 별표 6 중 (2) 글리포

사이트]

- 1) 「농약관리법」에 등록된 농약을 사용한 사료로부터 이행되어 축산물에 잔류되는 농약성분의 잔류관리를 위한 잔류허용기준 개정 필요
- 2) 글리포세이트의 잔류물 정의 및 잔류허용기준 개정
- 3) 축산물 중 농약 성분의 잔류허용기준을 과학적인 근거에 의해 합리적으로 개정함으로써 국민에게 안전한 식품 공급

사. 일반시험법 신설 및 개정[안 제8. 1. 1.2 1.2.2, 제8. 1. 1.5, 제8. 1. 1.5 1.5.2, 제8. 2. 2.1 2.1.5 2.1.5.4, 제8. 2. 2.2 2.2.2 2.2.2.3 나, 제8. 2. 2.2 2.2.2 2.2.2.7, 제8. 2. 2.2 2.2.2 2.2.2.9 가, 제8. 2. 2.2 2.2.2 2.2.2.11, 제8. 2. 2.2 2.2.2 2.2.2.15, 제8. 3. 3.1, 제8.3. 3.4 3.4.1 가 1), 제8. 3. 3.6, 제8. 6. 6.2 6.2.1 가, 제8. 6. 6.2 6.2.1 라, 제8. 6. 6.2 6.2.1 바, 제8. 6. 6.2 6.2.1 사, 제8. 6. 6.6 6.6.4 6.6.4.3 가. 3) 가), 제8. 6. 6.6 6.6.4 6.6.4.3 가. 3) 다), 제8. 6. 6.6 6.6.4 6.6.4.3 가. 5) 가) (3), 제8. 7. 7.1 7.1.4 7.1.4.234, 제8. 7. 7.1 7.1.4 7.1.4.235, 제8. 7.3.2.10, 제8. 7.3.2.16, 제8. 8.3.58, 제8. 9. 9.3 9.3.2, 제8. 9. 9.4 9.4.2, 제8. 9. 9.5 9.5.2, 제8. 9. 9.5 9.5.4, 제8. 9. 9.17]

- 1) 식품별 특성을 반영한 이물 시험법 개정
- 2) 고령친화식품의 물성시험법(경도 및 점도) 신설
- 3) 식용유지류에 대한 지방산 시험법 중 중복된 방법을 정비하고, 시료의 전처리 방법 개선

- 4) 비타민 B₂, 비타민 D, 비타민 B₆, 비타민 B₁₂, 비오틴 시험법 개정
- 5) 보존료 및 타르색소 시험법 적용범위 명확화
- 6) 올리고당 시험법 개정
- 7) 식염의 페로시아나화이온 시험법 중 이동상 명확화
- 8) 농산물 중 아사이노나피르 및 아피도피로펜에 대한 농약 시험법 신설
- 9) 축산물 중 글리포세이트의 잔류물의 정의 개정에 따른 관련 시험법 개정
- 10) 다이옥신 및 PCBs 시험법의 독성등가계수 및 표준물질에 대하여 국제적으로 통용되는 용어로 개정 및 벤조피렌 시험법의 적용범위 및 전처리 카트리지의 사용가능 범위 확대
- 11) 칸나비디올(CBD) 기준 설정에 따른 시험법 신설
- 12) 과학적인 시험법 개정으로 검사 신뢰도를 제고함으로써 국민에게 안전한 식품 공급

3. 기타 참고사항

가. 관계법령 : 「식품위생법」 제7조제1항

나. 예산조치 : 별도조치 필요 없음

다. 합 의 : 해당사항 없음

라. 기 타

- 1) 행정예고 : 공고 제2020-265호(2020. 6. 29. ~ 2020. 7. 20.)
- 2) 식품위생심의위원회

가) 식품위생심의위원회 위생제도분과 심의: 2020. 7. 22.

나) 식품위생심의위원회 유해오염물질분과 심의 : 2020. 7. 23 ~ 7. 27.(서면)

다) 축산물위생심의위원회 잔류물질분과 심의 : 2020. 9. 17.

라) 식품위생심의위원회 잔류물질분과 심의 : 2020. 9. 24.

3) 규제심사

가) 국무조정실 규제심사 대상여부 : 규제심사 비대상 제2020-2729호(2020.6.18.)

식품의약품안전처 고시 제2020-98호

「식품위생법」 제7조제1항에 따른 「식품의 기준 및 규격」을 다음과 같이 개정 고시합니다.

2020년 10월 16일

식품의약품안전처장

식품의 기준 및 규격 일부개정고시

식품의 기준 및 규격 일부를 다음과 같이 개정한다.

제2. 1. 1) 중 (24)를 다음과 같이 신설한다.

(24) 식품원료 중 씨앗을 사용할 수 없도록 정하고 있는 열매는 섭취시 씨앗이 제거되는 경우 씨앗을 포함한 열매를 식품의 제조·가공에 사용할 수 있다.

제2. 3. 중 11)을 다음과 같이 한다.

11) 테트라하이드로칸나비놀(δ -9-Tetrahydrocannabinol, THC) 및 칸나비디올(Cannabidiol, CBD)기준

(1) 삼(대마)씨앗 : THC 5 mg/kg 이하, CBD 10 mg/kg 이하

(2) 삼(대마)씨유 : THC 10 mg/kg 이하, CBD 20 mg/kg 이하

제2. 4. 중 31) 및 32)를 각각 다음과 같이 신설한다.

31) 식육, 기타식육 또는 수산물을 구성재료로 포함하는 간편조리세트(특수의료용도식품 중 간편조리세트형 제품 포함)는 냉장 또는 냉동으로 보존 및 유통하여야 한다.

32) 식품제조·가공업 영업자가 냉동식육 또는 냉동수산물을 단순해동 또는 해동 후 절단하여 간편조리세트(특수의료용도식품 중 간편조리세트형 제품 포함)의 재료로 구성하는 경우로서 냉동식육 또는 냉동수산물을 해동하여 사용하였음을 표시한 경우에는 해동된 냉동식육 또는 냉동수산물을 재냉동하지 않고 냉장으로 보존 및 유통할 수 있다. 단, 식육 함량이 구성재료 함량의 60% 미만(분쇄육의 경우 50% 미만)인 제품에 한한다.

제5. 22. 22-2 1) 중 “즉석조리식품을”을 “즉석조리식품, 간편조리세트를”로 한다.

제5. 22. 22-2 3) 중 (1)을 다음과 같이 신설한다.

(1) 간편조리세트 제품은 아래의 기준을 준수하여야 한다

- ① 가열, 세척 또는 껍질제거 과정 없이 그대로 섭취하도록 제공되는 채소류 또는 과일류는 살균·세척하여야 한다.

- ② ‘식용란’, ‘가금육’ 및 ‘가열조리 없이 섭취하는 농·축·수산물’은 다른 재료와 직접 접촉하지 않도록 각각 구분 포장하여야 하고, 그 외 재료의 경우에도 비가열 섭취재료와 가열 후 섭취재료는 서로 섞이지 않도록 구분하여 포장하여야 한다.
- ③ 식용란을 포함하는 경우 제2. 4. 13)에 따라 물로 세척된 식용란을 사용하여야 한다.
- ④ 다른 제조업자가 포장을 완료한 식품을 포장된 상태 그대로 구성 재료로 사용하는 경우 기준 및 규격에 적합한 것을 사용하여야 한다.

제5. 22. 22-2 4) 중 (1) 및 (2)를 각각 (2) 및 (1)로 한다.

제5. 22. 22-2 4) (2)(중전의 (1)) 중 “그대로”와 “선식”을 각각 “그대로 또는 단순 혼합하여”와 “선식, 비빔밥”으로 한다.

제5. 22. 22-2) 4) 중 (3)을 다음과 같이 한다

(3) 즉석조리식품

동·식물성 원료에 식품이나 식품첨가물을 가하여 제조·가공한 것으로서 단순가열 등의 가열조리과정을 거치면 섭취할 수 있도록 제조된 국, 탕, 수프, 순대 등의 식품을 말한다. 다만, 간편조리세트에 속하는 것은 제외한다.

제5. 22. 22-2 4) 중 (4)를 다음과 같이 신설한다.

(4) 간편조리세트

조리되지 않은 손질된 농·축·수산물과 가공식품 등 조리에는 필요한 정량의 식재료와 양념 및 조리법으로 구성되어, 제공되는 조리법에 따라 소비자가 가정에서 간편하게 조리하여 섭취할 수 있도록 제조한 제품을 말한다.

제5. 22. 22-2 중 5)를 다음과 같이 한다.

5) 규격

항목 \ 유형	신선편의 식품	즉석섭취식품	즉석조리 식품	간편조리세트*1
(1) 세균수	n=5, c=0, m=0(멸균제품에 한한다)			-
(2) 대장균군	-	-	n=5, c=1, m=0, M=10 (살균 제품에 한한다)	-
(3) 대장균	n=5, c=1, m=10, M=100	n=5, c=1, m=0, M=10	n=5, c=1, m=0, M=10 (살균 제품은 제외한다)	n=5, c=1, m=0, M=10
(4) 황색포도상구균	1 g 당 100 이하			
(5) 살모넬라	n=5, c=0, m=0/25 g			
(6) 장염 비브리오	1 g당 100 이하 (살균 또는 멸균처리 되지 않은 해산물 함유 제품에 한한다.)	-	-	1 g당 100 이하 (살균 또는 멸균처리 되지 않은 해산물 함유 제품에 한한다.)
(7) 장출혈성 대장균	n=5, c=0, m=0 /25 g	-	-	n=5, c=0, m=0/25 g (가열조리하지 않고 섭취하는 농·축·수산물 함유제품에 한함)
(8) 바실루스 세레우스	1 g 당 1,000 이하		-	-

(9) 클로스트리디움 퍼프린젠스	1 g 당 100 이하	-	-
-------------------------	--------------	---	---

* 주1. 가열조리하여 섭취하는 재료 중 다른 재료와 교차오염되지 않도록 구분 포장된 농·축·수산물 재료는 제외하고, 나머지 구성 재료를 모두 혼합하여 규격을 적용

제8. 1. 1.2 중 1.2.2를 다음과 같이 한다.

1.2.2 식품별 이물

가. 시험법 적용범위

아래의 개별시험법[가)~호)]에 제시된 식품에 적용한다.

나. 분석원리

식품의 특성에 따라 시험조작한 후 1.2.1 일반이물에 따라 시험한다.

다. 시험조작

가) 라면, 국수, 두부, 유과, 건빵, 도넛, 전분 및 이유식

검체 50 ~ 100g을 잘게 잘라 1 L의 와일드만 플라스크(Wildeman flask)에 넣고 석유에테르를 검체가 잠길 정도로 가한다. 1시간동안 10분 간격으로 약 1분씩 흔들어준 후 플라스크를 기울여 상층의 석유에테르를 제거한다.(이때 검체가 따라나와 석유에테르만 제거하기 어려울 경우, 부흐너깔때기(Buchner funnel) 또는 힐슈깔때기(Hirsch funnel)에 검체가 따라오지 않게 주의하며 플라스크를 기울여 상층의 석유에테르를 제거한다. 여과지 상의 검체는 세척병의 증류수로 세척

한 후 와일드만 플라스크로 옮겨 합친다.) 와일드만 플라스크에 증류수 500 mL를 가하고 인화되지 않게 주의하며 끓는 물에서 중탕하는 동안, 10분마다 와일드만 플라스크를 흔들며 검체를 잘게 부수어주고 남아 있는 석유에테르를 완전히 휘발시킨다. 중탕이 끝난 뒤 와일드만 플라스크를 실온에서 방냉한다. 와일드만 플라스크에 염산 농도가 약 1%가 될 때까지 염산을 가하고 끓는 물에서 1시간 동안 10분 간격으로 흔들며 중탕하여 소화시킨다. 1.2.1 일반 이물시험 다. 및 라.에 따라 시험한다.

나) 간장, 식초, 소스, 청량음료수, 유산균음료, 주류, 유가공품(우유, 산양유, 발효유), 탈지유, 가공유 및 유음료

(1) 검방법

검체가 투명한 것은 광원(태양광선 또는 전등)을 향해 백색 또는 흑색 종이를 배경으로 병을 천천히 거꾸로 뒤집으며 검사한다. 이물이 있으면 이물이 흘러나가지 않도록 주의하며 상등액을 기울여 버린다. 부호너깔때기 또는 힐슈깔때기를 이용하여 흡인 여과할 경우 침전물을 잘 섞은 후 흡인 여과하여 여과지 상의 이물 종류를 확인하고, 원심침전할 경우 모세관 피펫으로 침전물을 빨아올려 이물의 종류를 확인한다. 다만, 검체가 투명하더라도 색이 진하거나 점성이 있어 위의 방법으로 침전물 검사가 어려울 경우에는 다음의 (2) 희석법에 따라 시험한다.

(2) 회석법

침전물이 있거나 혼탁한 것은 검체를 대형 비커에 옮기고 증류수로 회석한다. 유리막대 등으로 저으면서 광원을 향해 백색 또는 흑색 종이를 배경으로 이물의 유무를 검사한다. 이물이 있을 경우 이물 종류(광물성, 동·식물성)에 따라 아래의 (가) 또는 (나)의 방법에 따라 이물을 분리한다.

(가) 클로로포름에 의한 분리(주로 광물성 이물에 적용)

비커에 있는 검체 전부를 원심침전한 후 상등액을 기울여 제거한다. 침전물을 다른 비커에 옮겨 건조하고 침전물이 잠길 정도로 클로로포름을 가하고 섞어준다. 유리막대 등을 이용하여 5분 간격으로 조심히 젓고, 30분 후 상층 및 클로로포름 층을 기울여 제거한다. 비커에 남은 침전물을 다시 클로로포름으로 수회 세척하고, 부흐너깔때기 혹은 힐슈깔때기로 흡인 여과하여 여과지상의 이물을 검사한다.

(나) 염산분해에 의한 분리(주로 동·식물성 이물에 적용)

비커에 있는 검체 전부를 원심침전하고 상등액을 기울여 제거한다. 침전물을 삼각플라스크에 옮겨 약 200~300 mL의 1% 염산용액을 가하고 끓는 물에서 1시간 동안 중탕한다. 삼각플라스크를 실온에서 방냉한 후 부흐너깔때기 혹은 힐슈깔때기로 흡인여과하여 여과지상의 이물을 검사한다.

다) 장류(된장, 고추장, 춘장), 케첩, 잼류, 커피, 차, 고춧가루, 후춧가루

및 카레

검체 50 g을 1 L 비커에 넣고 증류수 300 mL를 가하여 유리막대 등으로 균질화 한다. 염산 12 mL를 가하고 끓는 물에서 약 5분간 중탕한 후 방냉한다. 1.2.1 일반 이물시험 다.에 따라 시험하고 침전물이 있을 경우에는 건조 등을 통해 수분을 제거한 후 1.2.1 일반 이물시험 라.에 따라 시험한다.(단, 토마토제품의 경우 검체를 비커에 넣고 5% 제3인산나트륨(Na_3PO_4) 용액 또는 10% 염산 용액을 이용하여 pH를 4.5~5.0으로 조정하고, 셀룰라아제 용액과 펙티나아제 용액을 각각 50 mL씩 가하여 45°C에서 2시간 소화시키는 절차를 선행한 후 시험을 진행한다.)

라) 당류(설탕류, 포도당, 엿류), 벌꿀, 분말청량음료, 인스턴트커피 및 인삼차

검체 50 g을 500 mL 비커에 넣고 열탕 200 mL를 가한다. 검체를 완전히 녹이고 1.2.1 일반 이물시험 나.에 따라 시험한다. 여과가 잘 되지 않을 경우, 열탕을 따로 준비하여 여과지 위에 부어 검체를 완전히 녹인 후 여과지에 부착된 이물을 검사한다(벌꿀의 경우 꽃가루, 벌집 및 꿀벌에서 유래되는 이물은 제외한다).

마) 버터, 식용유지가공품(마가린, 쇼트닝), 식용유지류(참기름, 채종유, 미강유, 대두유) 및 크림

검체 100 g을 1 L 비커에 넣고 2% 염산(HCl)용액 200 mL를 가하여 섞은 후 끓는 물에서 중탕하여 검체를 완전히 녹이고 부흐너갈때기

혹은 힐슈깔때기로 흡인여과한다. 여과지에 지방이 응고되어 잘 여과되지 않으면 열탕을 따로 준비하여 여과지 위에 조심히 가하면서 지방을 완전히 녹이고 여과지에 부착된 이물을 검사한다.

바) 아이스크림분말, 무당연유, 농축유류(가당연유, 가당탈지연유), 분유류(전지분유, 탈지분유, 가당분유) 및 조제유류(분말), 조제식 검체 100 g을 1 L 비커에 넣고 2% EDTA-4Na(Ethylene diamine tetraacetic acid, tetrasodium salt)용액 100 mL를 가하고 유리막대 등으로 균질화 한다. 2% EDTA-4Na용액 400 mL를 천천히 가하여 유리막대 등으로 젖고 약 30분간 방치한다. 이를 부흐너깔때기 또는 힐슈깔때기로 흡인여과하여 여과지상의 이물을 검사한다. 단, 전분이 함유되어 있어 여과가 곤란한 경우, 검체를 증류수 400 mL에 녹이고 판크레아틴(Pancreatin)용액 20 mL를 가하여 유리막대 등으로 균질화한 다음 항온기 등을 이용하여 40°C에서 3시간 동안 소화시키는 과정을 선행한 후 시험한다.

사) 식육가공품, 어육가공품류

검체 50 g을 가로, 세로 각각 약 7 mm의 크기로 잘라 와일드만플라스크에 넣고 1% 염산용액 300 mL를 가하고 끓는 물에서 1시간동안 증탕한다. 수산화나트륨용액, 제3인산나트륨(Na_3PO_4)용액을 이용하여 pH를 7~8로 조정 후 항온기 등을 이용하여 온도를 40°C로 유지한다. 판크레아틴(Pancreatin)용액 50 mL를 가하고 유리막대 등으로 충분히 저은 후 항온기 등을 이용하여 40°C에서 30분간 방치한다. 제3

인산나트륨(Na_3PO_4)용액을 이용하여 pH를 7~8로 보정하고 항온기 등을 이용하여 40°C에서 하룻밤 동안 소화시킨다. 끓는 물에서 1시간 동안 중탕 후 실온까지 방냉하고, 미네랄 오일(Mineral oil) 25 mL를 가하여 1.2.1 일반 이물시험 다.에 따라 시험한다. 침전물이 있을 경우 건조 등을 통해 수분을 제거한 후 1.2.1 일반 이물시험 라.에 따라 시험한다.

아) 소스류(마요네즈)

검체 100 g을 1 L 비커에 넣고 인산(Phosphoric acid) 50 mL를 넣은 후 유리막대 등으로 잘 저어준다. 비커에 증류수 300 mL를 가하고 유리막대 등으로 균질화하고 이를 부흐너깔때기 혹은 힐슈깔때기로 흡인 여과하여 여과지에 부착된 이물을 검사한다.

자) 아이스크림류

검체를 녹였을 때 투명한 액체가 되면 나) 간장 시험법에 따르고, 팔 등 고형물을 가하여 만든 빙과는 다) 된장 시험법에 따라 시험한다. 그 이외의 경우에는 검체 50 g을 1 L 비커에 넣고 증류수를 가하여 100 mL로 한다. 4% EDTA-4Na(Ethylene diamine tetraacetic acid tetrasodium salt)용액을 가한 후 바) 아이스크림분말 시험법에 따라 시험한다.

차) 캔디류(캐러멜, 사탕)

검체 100 g을 500 mL 비커에 넣고 250 mL의 열탕을 가한다. 80°C 물에서 중탕하면서 유리막대 등으로 저으면서 완전히 녹이고 표준망

체($106\ \mu\text{m} \times 106\ \mu\text{m}$)로 여과한다. 약 50°C 의 온탕을 준비하여 체에 부어 잔류물을 잘 세척한 후 이물을 검사한다.

카) 추잉껌

검체 100 g을 환류플라스크에 넣고 300~600 mL의 증류수 또는 150 ~ 600 mL의 2% 염산을 가하여 끓는 물에서 10~12분간(껌베이스가 분리할 때까지) 중탕한다. 환류플라스크를 55°C 이하가 될 때까지 방냉하고 에틸아세테이트 150 mL를 가한다. 환류플라스크에 환류냉각관을 연결한 후 혼합액이 균질화 될 때까지 가열하고, 따뜻할 때 표준망체($106\ \mu\text{m} \times 106\ \mu\text{m}$)로 여과한 후 에틸아세테이트로 씻는다. 체를 통과하지 않은 잔류물을 여과지에 옮겨 이물을 검사한다.

타) 초콜릿류

검체 50 g을 1 L 비커에 넣고 5~10% 붕산(Boric acid)용액 500 mL를 가한 후 끓는 물에서 15분간 중탕한다. 이를 표준망체($106\ \mu\text{m} \times 106\ \mu\text{m}$)로 여과하고 온탕을 부어 충분히 세척한다. 에탄올, 클로로포름의 순서대로 2회 반복하여 세척하고 다시 에탄올로 세척한 후 체를 통과하지 않은 잔류물을 여과지에 옮겨 이물을 검사한다.

파) 빵류 및 생과자류

검체 중 크럼 부분 50 g을 취하여 2% 염산용액 200 mL를 가하여 끓인 후 유리막대로 충분히 젓고 흡인 여과한다. 여과하기 어려울 경우 에탄올 약 100 mL를 가하여 여과하고 여과지는 뜨거운 2% 염산용액으로 씻은 다음 이물을 검사한다.

검체 중 생지(카스테라 및 빵부분) 부분은 별도로 60 g(빵은 100 g)을 취한 후 가)라면 시험법에 따라 시험한다.

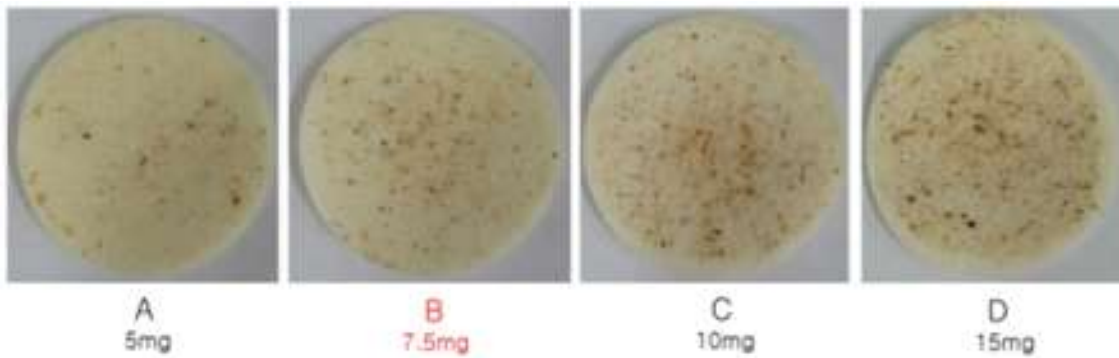
하) 통조림

검체 약 350 g을 깨끗한 비커에 옮기고 통조림 내부를 증류수로 잘 세척한 후 세척액을 비커에 합친다. 세척병 등을 이용하여 증류수로 검체가 부서지지 않게 주의하면서 검체 외부를 충분히 세척한 후 검체를 부서지지 않게 주의하며 비커에서 제거한다. 세척액을 부흐너깔때기 혹은 힐슈깔때기로 흡인 여과하여 여과지상의 이물을 검사한다. 작은 조직이 많을 때는 세척액을 와일드만 플라스크에 옮기고 미네랄 오일(Mineral oil)을 가하여 위의 1.2.1 일반 이물시험 다)에 따라 시험한다. 무거운 이물이 있을 때는 1.2.1 일반 이물시험 라)에 따라 시험한다.

허) 조제유류(영아용 조제유, 성장기용 조제유) 중 탄화물

검체 100 g을 1 L 비커에 넣고 2% EDTA-4Na(Ethylene diamine tetraacetic acid tetrasodium salt) 용액 100 mL를 가하고 덩어리가 없도록 유리막대 등으로 부수면서 균질화 한다. 비커에 2% EDTA-4Na용액 400 mL를 천천히 가하면서 유리막대 등으로 젖고 약 30분 간 방치한다. 이를 여과 필터(Milk Sediment Disk, 직경 : 33 mm)를 이용하여 흡인 여과하고, 비커에 남아있는 잔류물은 증류수로 세척하여 같은 여과 필터에 흡인 여과한다. 여과 필터에 남아있는 탄화물을 판정표와 비교하여 육안으로 판정한다. 단, 전분이 함유되어

있어 여과가 곤란한 경우, 검체를 증류수 400 mL에 녹이고 판크레아틴(Pancreatin)용액 20 mL를 가하여 유리막대 등으로 균질화한 다음 항온기 등을 이용하여 40°C에서 3시간 동안 소화시키는 과정을 선행한 후 시험한다.



[탄화물 표준판정표]

호) 치즈류

검체 100 g을 가로, 세로 각각 약 10 mm의 크기로 잘라 비커에 넣고 열탕 300 mL를 가한 후 끓는 물에서 30분 동안 유리막대 등을 이용하여 균질화하면서 중탕한다. 비커에 염산 12 mL를 가하고 끓는 물에서 검체가 녹을 때까지 중탕한 후, 뜨거운 상태에서 검체를 와일드만플라스크로 옮긴다. 비커를 열탕, 60% 에탄올의 순서대로 세척하고 세척액을 위의 와일드만 플라스크에 합치고 실온까지 방냉한 후 1.2.1 일반 이물시험 다. 및 라.에 따라 시험한다.

제8. 1. 중 1.5를 1.5.1로 하고, “1.5 물성시험법”을 신설한다.

제8. 1. 1.5 중 1.5.2를 다음과 같이 신설한다.

1.5.2 고령친화식품 물성시험

고령친화식품 중 고령자가 섭취하기 편리하도록 경도나 점도를 조정하여 제조된 제품에 적용한다.

1.5.2.1 경도시험법

제1법에 따라 시험하는 것을 원칙으로 한다. 다만, 죽 등 유동성식품, 밥 등 형태를 특정할 수 없는 식품, 면류 등 제1법으로 측정이 불가능한 제품은 제2법에 따라 시험한다.

가. 제1법

1) 시험법 적용 범위

고령친화식품으로서 고령자가 씹기 편하도록 경도를 조정하여 제조된 고체 식품에 적용한다(단, 제2법 적용대상은 제외).

2) 분석원리

막대기 형태의 프로브를 사용하여 일정한 속도로 검체를 뚫어 관통할 때의 힘값(N)을 프로브의 밀면적(m^2)으로 나눈 응력(N/m^2)의 최대값을 측정한다.

3) 장치

물성측정기(Texture analyzer), 물성측정용 프로브(원형, 밀면의 직경 5 mm) 및 물성측정용 아크릴 바닥판(두께 10 mm, 정중앙 직경 10

mm 구멍)



* 물성측정용 바닥판(바닥판의 가로, 세로 크기는 사용 장비에 맞게
조절 가능)

4) 시험조작

가) 검체채취

검체는 너비 20 mm 이상의 크기로 하여 측정하되 가능한 절단 등의 전처리를 하지 않고 그대로 사용한다. 특정한 형태로 절단하여 섭취하도록 명시된 경우 제품의 표시사항에 따라 절단한 것을 시료로 한다. 이때, 여러 종류의 고형물을 포함하거나 시료의 부위별로 경도가 다른 경우 가장 단단한 부위를 측정하며, 단순조리과정을 거쳐 섭취하는 제품의 경우 제품 표시사항의 조리방법에 따라 조리한 것을 시료로 사용한다.

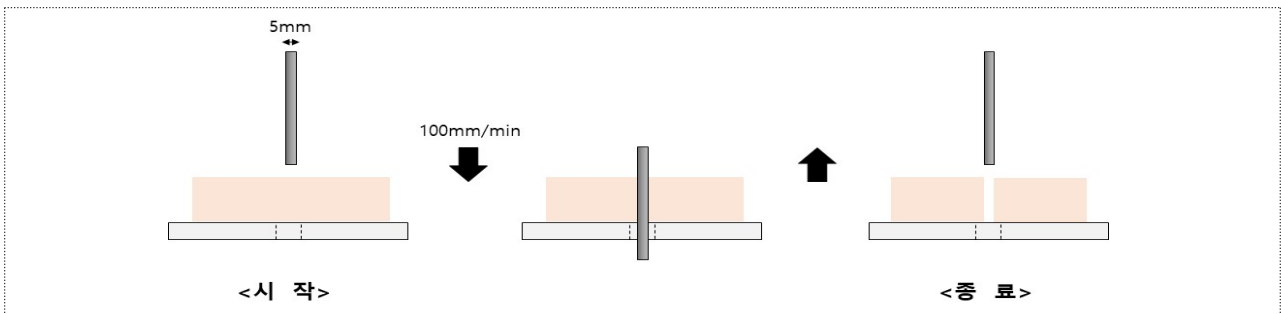
나) 실험

프로브가 바닥판 구멍의 중앙에 위치하도록 바닥판을 고정한다. 시료를 올려놓은 후 표1과 같은 조건에서 프로브가 시료를 완전히 뚫고

지나가는 동안 측정되는 응력 중 최대값을 측정한다.

표 1. 5 mm 프로브 사용시 물성측정기 사용 조건

항목	제1법
프로브(Probe) 형태	◦ 원형(밀면의 직경 5 mm)
천공바닥판	◦ 두께 10 mm ◦ 정중앙 직경 10 mm 구멍
테스트 속도	◦ 100 mm/min
측정온도	◦ 20 ± 2℃
측정깊이	◦ 완전히 관통



5) 판정

가) 프로브(probe)로 시료를 관통할 때 측정되는 힘값(N) 중 최대값을 측정값으로 한다.

나) 측정값을 프로브의 밀넓이로 나눈 응력(N/m²)을 결과 값으로 한다.

* 직경이 5 mm인 프로브의 밀넓이 : 19.6 mm²

$$* \text{응력}(N/m^2) = \frac{\text{측정값}(N)}{19.6(mm^2)} \times 10^6(mm^2/m^2)$$

다) 제품 1 품목당 5개의 검체를 준비하여 반복 실험을 진행하고 최대, 최소값을 제외한 3회 평균값을 경도(N/m^2)로 한다.

나. 제2법

1) 시험법 적용 범위

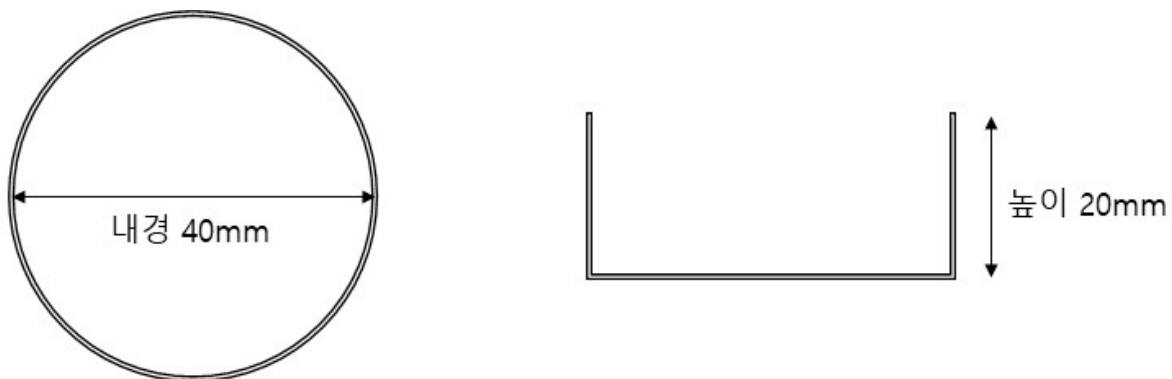
고령친화식품으로서 고령자가 씹기 편하도록 경도를 조정하여 제조된 제품 중 죽 등 유동성식품, 밥 등 형태를 특정할 수 없는 식품 또는 면류 등 제1법으로 측정이 불가능한 제품에 적용한다.

2) 분석원리

막대기 형태의 프로브를 사용하여 일정한 속도로 검체를 압착할 때의 힘값(N)을 프로브의 밀면적(m^2)으로 나눈 응력(N/m^2)의 최대값을 측정한다.

3) 장치

물성측정기(Texture analyzer), 물성측정용 프로브(원형, 밀면의 직경 20 mm) 및 시료 용기(직경 40 mm, 높이 20 mm)



* 물성측정용기

4) 시험조작

가) 검체채취

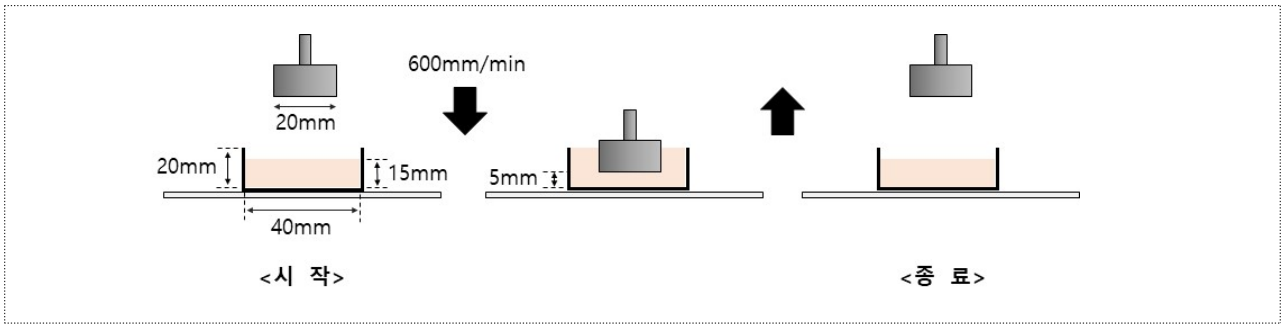
시료를 시료용기에 15 mm 높이로 충전한다. 다만, 측정용기에 담으면 물성이 변화하는 것, 측정용기로 옮겨 담을 수 없는 것 등은 측정에 지장이 없음을 확인하여 클리어런스(최대 압착시 용기바닥과 프로브 사이의 거리)를 시료두께의 30%로 하여 직접 측정할 수 있다. 이때, 여러 종류의 고형물을 포함하는 제품은 가장 단단한 고형물을, 물 등과 혼합하거나 가열하는 등 단순조리과정을 거쳐 섭취하는 제품의 경우 제품 표시사항의 조리방법에 따라 조리한 것을 시료로 사용한다.

나) 실험

시료를 담은 용기가 프로브의 중앙에 위치하도록 한다음 표2와 같은 조건에서 제품을 압착할 때 측정되는 응력 중 최대값을 측정한다.

표 2. 20 mm 프로브 사용시 물성측정기 사용 조건

항목	제2법
프로브(Probe) 형태	◦ 원형(밑면의 직경 20 mm)
시료용기	◦ 직경(내경) 40 mm ◦ 높이 20 mm
테스트 속도	◦ 600 mm/min
측정온도	◦ 20 ± 2℃
측정깊이	◦ 바닥에서 5 mm 까지(또는 직접 측정하는 경우 클리어런스 30%)



5) 판정

가) 프로브(probe)로 압착시 측정되는 힘값(N) 중 최대값을 측정값으로 한다.

나) 측정값을 프로브의 밑넓이로 나눈 응력(N/m^2)을 결과 값으로 한다.

* 직경이 20 mm 프로브의 밑넓이 : 314 mm^2

$$* \text{응력}(N/m^2) = \frac{\text{측정값}(N)}{314(mm^2)} \times 10^6(mm^2/m^2)$$

다) 제품 1 품목당 5개의 검체를 준비하여 반복 실험을 진행하고 최대, 최소값을 제외한 3회 평균값을 경도(N/m^2)로 한다.

1.5.2.2 점도시험법

가. 시험법 적용 범위

고령친화식품 중 경도 $20,000 \text{ N/m}^2$ 미만의 액상제품에 적용한다.

나. 분석원리

회전형 점도계의 스피ن들을 일정한 속도로 회전시킬 때의 점도를 측정한다.

다. 장치 : 회전형점도계(Viscometer)

표 1. 점도계 사용 조건

항목	시험조건
장비	◦ 회전형 점도계(LV형 또는 이와 동등이상의 점도계)
스핀들	◦ 점도 측정용 스팀들
용기	◦ 유리비커 (직경 90 mm, 부피 600 mL) ◦ 시료량 500 mL
측정온도	◦ $20 \pm 2^{\circ}\text{C}$
테스트 속도	◦ 12 rpm

라. 시험조작

가) 검체채취

유리비커(600 mL, 직경 90 mm)에 시료 약 500 mL을 채운다.

나) 실험

시료용액의 중앙에 스팀들을 위치시키고 스팀들의 표시 지점까지 잠기 게 한다. 이때 스팀들 하단에 기포가 발생하지 않도록 주의한다. 시료온 도 $20 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 에서 회전형점도계의 스팀들을 12 rpm으로 회전시켜 2분후 의 값을 측정한다.

마. 판정

- 1) 측정된 점도값(mPa·s)을 결과값으로 한다. 다만, 점도값으로 직접 표 시되지 않는 장비를 사용하는 경우 측정된 수치에 대응하는 계수를 곱하여 환산한 점도값(mPa·s)을 결과값으로 한다.

$$* \text{점도(mPa·s)} = \text{측정값} \times \text{계수}$$

- 2) 제품 1품목당 3개의 검체를 준비하여 각각 실험을 진행한 후 3회 실험의 평균값을 점도(mPas)로 한다.

제8. 2. 2.1 2.1.5 중 2.1.5.4를 다음과 같이 한다.

2.1.5.4 지방산

가. 제1법

1) 시험법 적용범위

식용유지류에 적용한다.

2) 분석원리

유지를 메탄올성 수산화나트륨용액으로 처리하여 알칼리염을 만든 후 트리플루오로보란메탄올 용액을 가하고 가열하여 에스테르화 한다. 생성된 지방산에스테르를 이소옥탄(isooctane)에 녹여 분석을 행한다. 개별 지방산의 함량 및 대표적인 지방산의 합을 계산하여 포화지방, 단일불포화지방, 다중불포화지방 함량을 분석한다.

3) 장치

가) 기체크로마토그래프 : 불꽃이온화검출기(Flame Ionization Detector, FID)

나) 교반기(vortex mixer)

다) 가열기(heating block)

라) 질소농축기

4) 시약 및 시액

- 가) 14% 트리플루오로보란메탄올 용액(125 g BF₃/L MeOH)
- 나) 메탄올성 수산화나트륨용액(0.5 N) : 수산화나트륨 2 g을 메탄올 100 mL로 조제한다. 장시간 방치하는 경우 흰 침전(탄산나트륨)이 생길 수 있으나 이는 무시하여도 된다.
- 다) 이소옥탄
- 라) 무수황산나트륨
- 마) 포화 염화나트륨용액
- 바) 내부표준용액 : 내부표준용액의 농도는 지방산 표준용액의 감응도(피크의 면적 또는 높이)보다 높게 조절한다.
- (1) 지방산 사용시 : Triundecanoin(C_{11:0})을 이소옥탄에 녹여 사용한다.
- (2) 지방산 메틸 에스테르 사용시 : Undecanoic acid methyl ester를 이소옥탄에 녹여 사용한다.
- 사) 표준용액의 조제
- (1) 지방산 사용 시 : 분석하고자 하는 지방산 0.01 g을 이소옥탄 10 mL에 녹여 표준원액으로 한다(1 mg/mL). 지방산 표준원액을 적절한 농도로 희석한 표준용액 1 mL를 유리 튜브에 취하고 내부표준용액 1 mL를 첨가한다. (단, 표준용액과 시험용액의 내부표준물질 농도가 동일한 농도가 되도록 조절한다.) ★이어 0.5 N 메탄올성 수산화나트륨용액 1.5 mL를 가하고 질소를 불어넣은 후 즉시 뚜껑을 덮고 혼합한다. 이어 100°C heating block에서 약 5분간 가온한다. 이를 냉각한 후 14% 트리플루오로보란메탄올 용액 2 mL를 가

하고 다시 질소를 불어넣은 후 즉시 뚜껑을 덮고 혼합하고 100°C에서 30분간 가온한다. 이어 30~40°C로 냉각하여 이소옥탄 1 mL를 가하여 질소를 불어넣은 후 뚜껑을 덮고 이 온도에서 30초간 격렬히 진탕한다. 다음 즉시 포화 염화나트륨용액 5 mL를 가하고 질소를 불어넣은 후 뚜껑을 덮고 진탕한다. 상온으로 냉각한 후 수층으로부터 분리된 이소옥탄층을 무수황산 나트륨으로 탈수하여 표준용액으로 한다.

(2) 개별 지방산 메틸 에스테르 사용 시 : 분석하고자 하는 지방산 메틸 에스테르를 이소옥탄에 녹여 표준원액으로 한다(1 mg/mL). 표준원액을 적절한 농도로 희석한 용액 1 mL에 바) 내부표준용액 (2) 1 mL를 첨가하여 표준용액으로 한다.

(3) 혼합 지방산 메틸 에스테르(FAME mixture 37종)사용 시 : 36종 지방산 메틸 에스테르¹⁾에 내부표준물질 메틸 에스테르가 포함된 표준용액을 사용한다.

- ¹⁾ C_{4:0}-tetraanoic methyl ester,
C_{6:0}-hexanoic methyl ester,
C_{8:0}-octanoic methyl ester,
C_{10:0}-decanoic methyl ester,
C_{12:0}-dodecanoic methyl ester,
C_{13:0}-tridecanoic methyl ester,
C_{14:0}-tetradecanoic methyl ester,

C_{14:1}-9-tetradecenoic methyl ester,
C_{15:0}-pentadecanoic methyl ester,
C_{15:1}-10-pentadecenoic methyl ester,
C_{16:0}-hexadecanoic methyl ester,
C_{16:1}-9-hexadecenoic methyl ester,
C_{17:0}-heptadecanoic methyl ester,
C_{17:1}-10-heptadecenoic methyl ester,
C_{18:0}-octadecanoic methyl ester,
C_{18:1}-elaidic methyl ester,
C_{18:1}-9-octadecenoic methyl ester,
C_{18:2}-6-linolelaidic methyl ester,
C_{18:2}-9,12-octadecadienoic methyl ester,
C_{18:3}-9,12,15-octadecatrienoic methyl ester,
C_{18:3}-6,9,12-octadecatrienoic methyl ester,
C_{20:0}-eicosanoic methyl ester,
C_{21:0}-heneicosanoic methyl ester,
C_{20:1}-8-eicosenoic methyl ester,
C_{20:2}-11,14-eicosadienoic methyl ester,
C_{20:3}-8,11,14-eicosatrienoic methyl ester,
C_{20:3}-11,14,17-eicosatrienoic methyl ester,
C_{20:4}-arachidonic methyl ester,

C_{20:5}-eicosapentaenoic methyl ester,
C_{22:0}-docosanoic methyl ester,
C_{22:1-9}-docosaenoic methyl ester,
C_{22:2}-docosadienoic methyl ester,
C_{22:6}-docosahexaenoic methyl ester,
C_{23:0}-tricosanoic methyl ester,
C_{24:0}-lignoceric methyl ester,
C_{24:1}-nervonic methyl ester

5) 시험용액의 조제

검체 약 25 mg을 유리 튜브에 정밀히 취하고 내부표준용액 1 mL를 첨가한다. 사) 표준용액 (1) 지방산 사용시 ★ 이하에 따라 시험하여 시험용액으로 한다.

6) 시험방법

가) 기체크로마토그래프 조건

지방산 분석시 C_{18:3}(Linolenic acid, n3 cis)과 C_{20:1}(Eicosenic acid) 및 C_{22:1}(Docosaenoic acid), C_{20:3}(Eicosatrienoic acid)와 C_{20:4} (Arachidonic acid)의 분리도는 1.0 이상이어야 한다.

(1) 칼럼 : SP-2560 (100 m × 0.25 mm × 0.2 μm) 또는 이와 동등한 것

(2) 주입부온도 : 225°C

(3) 칼럼온도 : 100°C에서 4분간 유지한 후 3°C/min의 비율로 240°C까지 온도를 상승시키고 이후 15분 이상 유지한다.

(4) 검출기온도 : 285°C

(5) 유량 : 헬륨 0.75 mL/min

(6) split ratio : 200 : 1

나) 지방산 표준물질의 크로마토그램

C_{18:1}(Elaidic acid)과 C_{18:2}(Linolelaidic acid)의 트랜스형의 이성체의 표준물질을 포함한 37종의 지방산 메틸 에스테르 표준물질의 크로마토그램은 그림 1과 같다. 통상적으로 트랜스형의 이성체는 시스형보다 먼저 분리된다. C_{18:3}(Linolenic acid, n3, cis)과 C_{20:1}(Eicosenic acid)의 피크 순서는 칼럼의 종류 및 분석온도에 따라 상이하며 트랜스지방산의 분리조건을 최적화시키는 데에는 C_{20:1}(Eicosenic acid)의 피크가 C_{18:3}(Linolenic acid, n3, cis)의 바로 앞에 나오는 것이 좋다(SP-2560의 경우, 그림 1)

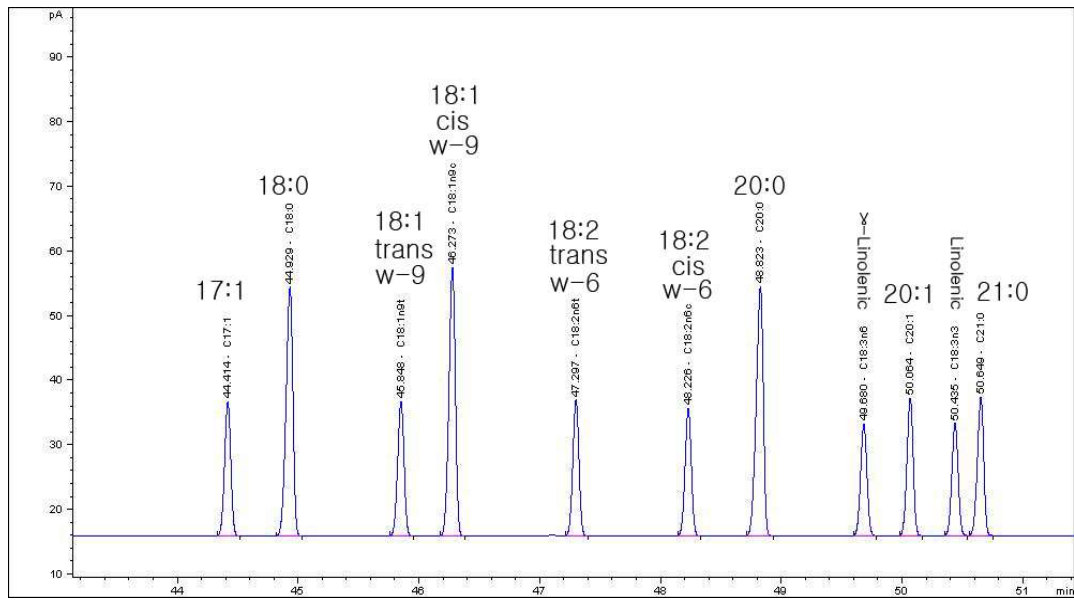
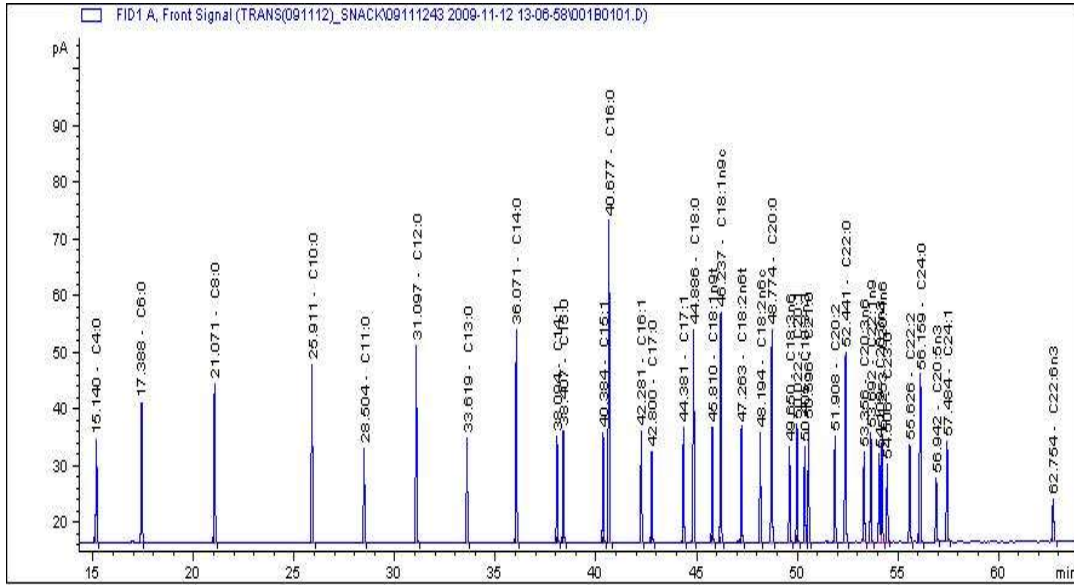


그림 1. 37종 지방산 메틸 에스테르의 크로마토그램

다) 지방산 전환계수

GC-FID상에서의 분석은 각 지방산의 메틸 에스테르이므로 해당 지방산으로 전환해야 한다. 각 지방산별 전환계수는 8)정량시험 표 1.과 같다. 트랜스형의 지방산인 경우 동일한 분자량을 갖는 시스형 지방산의 경우와 동일한 전환계수를 사용한다.

라) 부분 경화유 중 트랜스지방 크로마토그램

부분 경화유의 크로마토그램 중 트랜스지방의 검출시간은 그림 2와 같다.

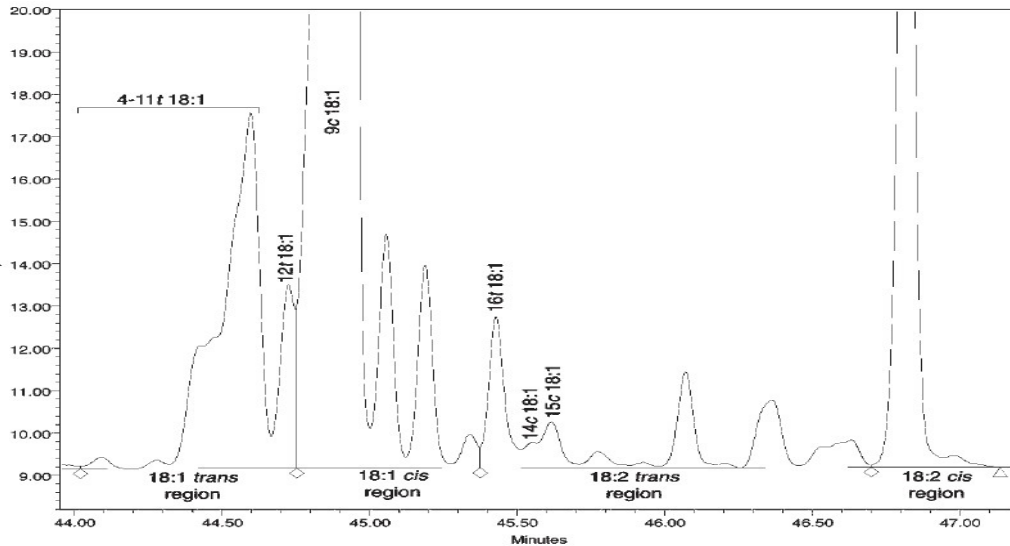


그림 2. 부분 경화유의 크로마토그램

7) 정성시험

시험용액 및 지방산표준용액을 각각 1~2 μL 를 주입하여 RRT (Relative Retention Time; 내부표준물질에 대한 각 지방산들의 머무름 시간의 비)를 사용하여 각각의 지방산을 확인한다.

8) 정량시험

정성시험법에 의해 얻은 각 지방산의 피크면적, 내부표준물질의 피크면적으로부터 다음과 같이 정량을 한다.

가) 개별 지방산 메틸 에스테르의 함량 계산

$$W_{\text{FAME}i} = \frac{P_{t_i} \times W_{\text{C}_{11:0}} \times 1.0067}{P_{\text{C}_{11:0}} \times R_i}$$

$W_{\text{FAME}i}$: 지방산 i 의 메틸 에스테르로서의 양(mg)

P_{t_i} : 시험용액 중 지방산 i 의 피크면적

$W_{\text{C}_{11:0}}$: 시험용액 중 내부표준물질($\text{C}_{11:0}$ triundecanoin) 첨가량 (mg)

1.0067 : 내부표준물질($\text{C}_{11:0}$ triundecanoin)의 트리글리세라이드로부터 지방산 메틸 에스테르로의 전환계수

$P_{\text{C}_{11:0}}$: 시험용액 중 내부표준물질(undecanoic acid methyl ester)의 피크면적

R_i : 지방산 i 의 반응계수(response factor)

$$\ast R_i = \frac{P_{S_i}}{P_{\text{SC}_{11:0}}} \times \frac{W_{\text{C}_{11:0}}}{W_i}$$

P_{S_i} : 표준용액 중 지방산 메틸 에스테르 i 의 피크면적

$P_{\text{SC}_{11:0}}$: 표준용액 중 내부표준물질(undecanoic acid methyl ester)의 피크면적

$W_{\text{C}_{11:0}}$: 표준용액 중 내부표준물질(undecanoic acid methyl ester)의 양(mg)

W_i : 표준용액 중 지방산 메틸 에스테르 i 의 양(mg)

나) 개별 지방산 및 지방 함량 계산

(1) 개별 지방산

$$\text{지방산(g/100 g)} = \frac{W_{FAi} \times 100}{W_{spl}}$$

$$W_{FAi} = W_{FAMEi} \times f_{FAi}$$

f_{FAi} : 지방산 i(메틸 에스테르로서)의 지방산 전환계수(표 1.)

W_{spl} : 검체량(mg)

(2) 포화지방

$$\text{포화지방(g/100 g)} = \frac{\sum \text{포화지방산}_i \times 100}{W_{spl}}$$

포화지방산_i : C_{4:0}(Butyric acid), C_{6:0}(Caproic acid), C_{8:0}(Caprylic acid) 등 이중결합이 없는 지방산

(3) 단일불포화지방

$$\text{단일불포화지방(g/100 g)} = \frac{\sum \text{단일불포화지방산}_i \times 100}{W_{spl}}$$

단일불포화지방산_i : C_{16:1}(Palmitic acid), C_{17:1}(Margaroleic acid), C_{18:1}(Oleic acid) 등 하나의 시스형 이중결합이 있는 지방산

(4) 다중불포화지방

$$\text{다중불포화지방(g/100 g)} = \frac{\sum \text{다중불포화지방산}_i \times 100}{W_{spl}}$$

다중불포화지방산_i : C_{18:2}(Linoleic acid), C_{18:3}(Linolenic acid), C_{20:2}(Eicosadienoic acid) 등 시스형 이중결합이 두 개 이상인 지방산

(5) 트랜스지방

$$\text{트랜스지방(g/100 g)} = \frac{\sum \text{트랜스지방산}_i \times 100}{W_{\text{spl}}}$$

트랜스지방산_i : C_{18:1}(Elaidic acid), C_{18:2}(Linolelaidic acid) 등 트랜스 구조를 1개 이상 가지고 있는 모든 불포화지방산을 말한다. 이중결합이 2개 이상일 때에는 메틸렌기에 의해 분리되거나 또는 비공액형의 이중결합을 가지고 있는 지방산으로 한정한다.

표 1. 각 지방산 Methyl ester의 지방산 전환계수

지방산명	f_{FAi}
C _{4:0} Butyric acid	0.8627
C _{6:0} Caproic acid	0.8923
C _{8:0} Caprylic acid	0.9114
C _{10:0} Capric acid	0.9247
C _{11:0} Undecanoic acid	0.9300
C _{12:0} Lauric acid	0.9346
C _{13:0} Tridecanoic acid	0.9386
C _{14:0} Myristic acid	0.9421
C _{14:1} Tetradecenenoic	0.9417
C _{15:0} Pentadecanoic acid	0.9453
C _{15:1} Pentadecenoic acid	0.9449
C _{16:0} Palmitic acid	0.9481
C _{16:1} Hexadecenoic acid	0.9477
C _{17:0} Margaric acid	0.9507

C _{17:1}	Margaroleic acid	0.9503
C _{18:0}	Stearic acid	0.9530
C _{18:1}	Octadecenoic acid	0.9527
C _{18:2}	Octadecadienoic acid	0.9524
C _{18:3}	Linolenic acid	0.9520
C _{20:0}	Arachidic acid	0.9570
C _{20:1}	Eicosenic acid	0.9568
C _{20:2}	Eicosadienoic acid	0.9565
C _{20:3}	Eicosatrienoic acid	0.9562
C _{20:4}	Arachidonic acid	0.9560
C _{20:5}	Eicosapentaenoic acid	0.9557
C _{21:0}	Heneicosanoic acid	0.9588
C _{22:0}	Behenic acid	0.9604
C _{22:1}	Docosaenoic acid	0.9602
C _{22:2}	Docosadienoic acid	0.9600
C _{22:3}	Docosatrienoic acid	0.9598
C _{22:4}	Docosatetraenoic acid	0.9595
C _{22:5}	Docosapentaenoic acid	0.9593
C _{22:6}	Docosahexaenoic acid	0.9590
C _{23:0}	Tricosanoic acid	0.9620
C _{24:0}	Lignoceric acid	0.9563
C _{24:1}	Nervonic acid	0.9632

나. 제2법

1) 시험법 적용범위

식품 등에 적용한다.

2) 분석원리

식품 중 지방 및 지방산을 산분해 및 염기분해하여 에테르로 추출하고 트리플루오로보란메탄을 용액으로 지방산을 메틸 에스테르화하여 가스 크로마토그래프로 분석한다. 개별 지방산의 함량 및 대표적인 지방산의 함을 계산하여 포화지방, 단일불포화지방, 다중불포화지방 함량을 분석한다.

3) 장치

가) 기체크로마토그래프 : 불꽃이온화검출기(Flame Ionization Detector, FID)

나) 교반기(vortex mixer)

다) 수조(shaking water bath)

라) 원심분리기(centrifuge)

마) 가열기(heating block)

바) 질소농축기

사) 드라이오븐

4) 시약 및 시액

가) 피로갈롤(Pyrogallol)

나) 8.3 M 및 12 M 염산 용액: 8.3 M의 염산 용액을 제조할 경우, 12 M

염산 용액 250 mL를 물 110 mL에 용해하고 혼합하여 사용한다.

다) 수산화암모늄 용액 : 28~30%(w/w)

라) 디에틸에테르

마) 무수 석유에테르(Petroleum ether)

바) 에탄올

사) 톨루엔

아) 클로로포름

자) 무수 황산나트륨

차) 7% 트리플루오로보란메탄올 용액: 14% 트리플루오로보란메탄올 용액을 메탄올로 희석하여 사용한다.

카) 헥산

타) 내부표준용액 : 내부표준용액의 농도는 지방산 표준용액의 감응도 (피크의 면적 또는 높이)보다 높게 조절한다.

(1) 지방산 사용시 : Triundecanoin($C_{11:0}$)을 클로로포름에 녹여 사용한다.

(2) 지방산 메틸 에스테르 사용시 : Undecanoic acid methyl ester를 클로로포름에 녹여 사용한다.

파) 표준용액의 조제

(1) 지방산 사용시 : 분석하고자 하는 지방산 0.01 g을 클로로포름 10 mL에 녹여 표준원액으로 한다(1 mg/mL). 지방산 표준원액을 적절한 농도로 희석한 표준용액 1 mL를 15mL 시험관에 취하고 내부표

준용액 1 mL를 첨가한다. (단, 표준용액과 시험용액의 내부표준물질 농도가 동일한 농도가 되도록 조절한다.) 시험관에 2~3 mL 클로로포름과 2~3 mL 디에틸에테르를 넣어 혼합한 후 ★40°C 수조에서 질소 농축하고 2 mL 7% 트리플루오로보란메탄올 용액과 1 mL의 톨루엔을 첨가한다. 테프론/실리콘 재질의 마개로 잘 밀봉하여 100°C 오븐에서 45분간 가열한 후 실온으로 냉각한다. 5 mL 물, 1 mL 헥산 및 약 1 g 무수 황산나트륨을 첨가한 후 진탕하여 정치하고 분리된 상층액을 취하여 약 1 g의 무수 황산나트륨을 담은 다른 바이알(Vial)에 넣고 탈수한 후 표준용액으로 한다.

(2) 개별 지방산 메틸 에스테르 사용 시 : 분석하고자 하는 지방산 메틸 에스테르를 클로로포름에 녹여 표준원액으로 한다(1 mg/mL). 표준원액을 적절한 농도로 희석한 용액 1 mL에 타) 내부표준용액 (2) 1 mL를 첨가하여 표준용액으로 한다.

(3) 혼합 지방산 메틸 에스테르(FAME mixture 37종)사용 시 : 36종 지방산 메틸 에스테르에 내부표준물질 메틸 에스테르가 포함된 표준용액을 사용한다.

5) 지방 추출

지방 추출에 앞서 검체를 균질화한다. 내부표준물질로 사용하는 undecanoic acid에 대한 간섭을 확인하기 위하여 내부표준물질 없이 시험용액을 조제하여 분석하고 해당 피크가 발견되면 내부표준물질 피크 면적을 계산 시 보정한다. 이를 위해 내부표준용액 대신 클로로포름 1

mL을 사용한다.

가) 우유 등 유제품 및 치즈를 제외한 식품

균질화된 검체를 약 50~100 mg의 지방을 포함하는 양으로 정확히 칭량하여 시험관에 넣고 약 50 mg의 피로갈롤을 첨가한 후, 1 mL의 내부표준용액을 첨가한다. 시험관에 끓임쪽을 넣고 1 mL 에탄올을 첨가하여 혼합한다. 8.3 M 염산용액 5 mL를 넣고 혼합한다. 시험관의 마개를 테프론테이프로 밀봉한 후, 70~80°C의 수조에서 적당한 속도로 교반하면서 40분간 분해한다. 시험관의 벽면에 붙어있는 입자들이 잘 혼합될 수 있도록 매 10분마다 교반기로 혼합한다. 분해 후, 실온으로 냉각하고 에테르 추출 시 분액이 용이하도록 에탄올 2 mL를 첨가하여 혼합한다.

나) 우유 등 유제품

균질화된 검체를 약 50~100 mg의 지방을 포함하는 양으로 정확히 칭량하여 시험관에 넣고 약 50 mg의 피로갈롤을 첨가한 후, 1 mL의 내부표준용액을 첨가한다. 시험관에 끓임쪽을 넣고 1 mL 에탄올을 첨가하여 혼합한다. 2 mL의 물, 1 mL의 수산화암모늄 용액을 첨가하여 교반하고 시험관의 마개를 테프론테이프로 밀봉한 후, 70~80°C의 수조에서 적당한 속도로 교반하면서 10분간 분해한다. 시험관의 벽면에 붙어있는 입자들이 잘 혼합될 수 있도록 매 5분마다 교반기로 혼합한다. 분해 후 페놀프탈레인 용액을 몇 방울 넣고 염기성(분홍색)이 유지될 수 있도록 수산화암모늄 용액을 첨가한다. 에테르 추출 시 분액이 용이

하도록 에탄올 2mL를 첨가하여 혼합한다.

다) 치즈

균질화된 검체를 약 50~100 mg의 지방을 포함하는 양으로 정확히 칭량하여 시험관에 넣고 약 50 mg의 피로갈롤을 첨가한 후, 1 mL의 내부표준용액을 첨가한다. 시험관에 끓임쪽을 넣고 1 mL 에탄올을 첨가하여 혼합한다. 2 mL의 물, 1 mL의 수산화암모늄 용액을 첨가하여 교반하고 시험관의 마개를 테프론테이프로 밀봉한 후, 70~80°C의 수조에서 적당한 속도로 교반하면서 20분간 분해한다. 시험관의 벽면에 붙어있는 입자들이 잘 혼합될 수 있도록 매 5분마다 교반기로 혼합한다. 12 M 염산용액 5 mL를 추가하여 첨가하고 20분간 분해한다. 시험관의 벽면에 붙어있는 입자들이 잘 혼합될 수 있도록 매 10분마다 교반기로 혼합한다. 에테르 추출 시 분액이 용이하도록 에탄올 2mL를 첨가하여 혼합한다.

라) 에테르 추출

가), 나) 및 다)에서 준비된 시험관의 분해물에 12.5 mL 디에틸에테르를 첨가하고 5분간 진탕하여 추출한다. 12.5 mL의 무수 석유에테르를 추가하여 5분간 다시 진탕 추출하고 50 × g에서 5분간 원심분리한다. 원심분리가 어려울 경우, 상층이 깨끗해질 때까지 적어도 1시간 이상 방치하여 분리한다. 15 mL 시험관에 에테르 층을 분액한 후 질소를 사용하여 35~40°C 수조에서 에테르를 천천히 증발시킨다.

6) 시험용액의 조제

시험관에 2~3 mL 클로로포름과 2~3 mL 디에틸에테르를 첨가해 추출한 지방을 녹인 후 4) 시약 및 시액 과) 표준용액 (1) 지방산 사용시 ★ 이하에 따라 시험하여 시험용액으로 한다.

7) 시험방법

2.1.5.4. 가. 제1법 6) 시험방법에 따라 시험한다.

8) 정성시험

2.1.5.4. 가. 제1법 7) 정성시험에 따라 시험한다.

9) 정량시험

2.1.5.4. 가. 제1법 8) 정량시험에 따라 시험한다.

제8. 2. 2.2 2.2.2 2.2.2.3 중 나.를 다음과 같이 한다.

나. 액체크로마토그래프에 의한 정량법

1) 장치

액체크로마토그래프 : 형광검출기를 사용한다.

2) 시약 및 시액

가) 메탄올 : 액체크로마토그래프용

나) 10 mM NaH_2PO_4 용액 : 1 N 수산화나트륨용액으로 pH 5.5로 조정한다.

다) 표준용액의 조제

(1) 리보플라빈 표준용액 : 2.2.2.3 비타민B₂ 가. 루미플라빈 형광법과 동일하게 조제하고 사용 시 물로 희석하여 0.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 의 용액으로

만든다.

(2) FMN(Flavin mononucleotide) 표준용액 : FMN을 물에 녹여 0.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (리보플라빈으로 환산: $\times 0.7868^*$ 또는 $\times 0.7317^{**}$)의 용액으로 만든다.

* $376.36(\text{리보플라빈 분자량})/478.33(\text{FMN 무수물 분자량})$

** $376.36(\text{리보플라빈 분자량})/514.36(\text{FMN 이수화물 분자량})$

(3) FAD(Flavin adeninedinucleotide) 표준용액 : FAD를 물에 0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (리보플라빈으로 환산: $\times 0.4537^*$)의 용액으로 만든다.

* $376.36(\text{리보플라빈 분자량})/829.51(\text{FAD 무수물 분자량})$

3) 시험용액의 조제

검체 일정량을 달아 소량의 물을 가해 균질기 또는 막자사발에서 가능한 한 미세하게 분쇄하고 지방이 많은 경우에는 미리 탈지한다. 이에 물을 가해 수욕중($70\sim 80^\circ\text{C}$)에서 잘 혼합하여 12~20분간 추출한다. 추출액은 식힌 후 1 mL 중 비타민B₂ 0.05~0.5 μg 이 되도록 일정용량으로 하여 시험용액으로 한다.

4) 시험방법

가) 액체크로마토그래프 조건

(1) 칼럼 : 역상 분배형(μ -Bondapak C₁₈, Micropak-CH, Cosmosil 5 C₁₈, Develsil ODS 등)

(2) 이동상 : 메탄올 : 10 mM NaH₂PO₄용액(pH 5.5) (35 : 65)

(3) 유속 : 0.8 mL/분

(4) 검출기 : 형광검출기(여기파장 : 445 nm, 측정파장 : 530 nm)

5) 측정 및 계산

시험용액 및 각 형의 표준용액을 각 10 μL씩 주입하여 앞의 조건에서 시험한다. 표준용액 각 형의 피크 면적 또는 높이에 의해 구한 검량선을 사용하여 시험용액의 비타민B₂의 농도(μg/mL)를 구하고, 다음 식에 의해 검체중 비타민B₂ 함량(mg/100 g)을 산출한다.

$$\text{비타민B}_2(\text{리보플라빈, FMN, FAD})(\text{mg}/100 \text{ g}) = S \times \frac{a \times b}{\text{검체채취량}(g)} \times \frac{100}{1,000}$$

S : 시험용액중의 비타민B₂의 농도(μg/mL)

a : 시험용액의 전량(mL)

b : 시험용액의 희석배수

제8. 2. 2.2 2.2.2 중 2.2.2.7을 다음과 같이 한다.

2.2.2.7 비타민D

가. 액체크로마토그래프(육방전환밸브시스템)/자외부검출기 또는 액체크로마토그래프/질량분석기에 의한 정량

1) 시험법 적용범위

영아용 조제식 및 성장기용 조제식, 조제유류 등에 적용한다.

2) 분석원리

시료를 비누화하여 헥산으로 추출하고 그 추출물을 역상 분배형 칼럼을 이용한 육방전환밸브시스템으로 분리하여 264 nm 파장에서 자외

부검출기로 정량하는 방법 또는 액체크로마토그래프/질량분석기로 정량하는 방법이다.

3) 장치

가) 액체크로마토그래프(육방전환밸브시스템)/자외부검출기(LC/UV)

나) 액체크로마토그래프/질량분석기(LC-MS/MS)

4) 시약 및 시액

가) 증류수: 크로마토그래프용 혹은 이와 동등한 것

나) hexan, 메탄올: 액체크로마토그래프용 혹은 이와 동등한 것

다) 수산화칼륨, 피로갈롤, 페놀프탈레인, 무수황산나트륨: 특급시약 또는 이와 동등한 것

5) 표준용액의 조제

가) 표준원액: 비타민D₂와 비타민D₃ 각각 100 mg을 메탄올 100 mL에 녹여 조제한다.(1,000 µg/mL)

나) 표준용액: 표준원액을 이동상으로 적절히 희석하여 표준용액으로 한다.

6) 시험용액의 조제

검체가 고체인 경우에는 분쇄기 등으로 잘게 마쇄하여 비타민D를 2 IU(0.05 µg)이상 함유한 검체를 비누화 플라스크에 정밀히 취한다. 고체시료의 경우, 물 3 mL로 충분히 녹인 후, 피로갈롤·에탄올(1→10) 용액 40 mL를 가하여 약하게 진탕 혼합한다. 수산화칼륨(9→10) 10 mL를 가하고, 환류냉각기를 부착하여 끓는 물에서 중탕으로 30분간 가

열하여 비누화한다. 즉시 실온으로 냉각하고 갈색 분액깔때기로 옮긴 후, 헥산 50 mL를 가하여 10분간 강하게 진탕 혼합한다. 침전이 생기면 이것이 가라앉을 때까지 방치하여 헥산층을 250~300 mL 새로운 분액깔때기로 옮긴다. 50 mL 헥산 추출을 2회 더 반복하여 이전의 추출용매와 합하고 1N 수산화칼륨용액 100 mL를 가하여 15초간 강하게 진탕한다. 이를 방치하여 분리하고(헥산층은 투명하지 않아도 된다) 혼탁한 물층을 버린다. 헥산층에 0.5N 수산화칼륨용액 40 mL를 가하여 진탕한 후 물층을 다시 버린다. 헥산층을 세척하여 세척액이 페놀프탈레인시액으로 알칼리의 반응을 나타내지 않을 때까지 수회 세척한다. 세척 시 매회 15초간 격렬하게 진탕한다. 수세한 헥산층을 무수황산나트륨으로 탈수하여 갈색 플라스크로 옮기고 무수황산나트륨을 헥산 10 mL로 2회 세척한 후 탈수한 헥산용매와 합하고 이를 40°C 이하에서 감압농축한다. 잔류물에 메탄올 5 mL를 가하여 녹여 이를 막여과지(membrane filter)(PTFE 0.45 μ m)로 여과하여 시험용액으로 한다.

7) 시험방법

가) 육방전환밸브를 이용한 액체크로마토그래프 조건

(1) 칼럼

(가) 전처리칼럼: Capcellpak MF C₈ SG 80(4.6 mm × 150 mm, 5 μ m) 또는 이와 동등한 것

(나) 농축칼럼: Capcellpak C₁₈ UG 120V(2.0 mm × 35 mm, 5

μm) 또는 이와 동등한 것

(다) 분석칼럼: Cadenza CD-C₁₈(1.5 mm × 250 mm, 3 μm) 또는 이와 동등한 것

(2) 이동상

(가) 전처리칼럼 이동상: 80%(v/v) 메탄올

(나) 분석칼럼 이동상: 96%(v/v) 메탄올

(3) 유속

(가) 전처리칼럼 이동상: 300 μL/min

(나) 분석칼럼 이동상: 90 μL/min

(4) 육방전환밸브의 조작

전처리칼럼에서 비타민D의 피크 용출시간을 확인하고 농축을 위한 육방전환밸브의 조작시간을 설정한다.

(5) 주입량: 100 μL

(6) 검출기: 자외부(UV) 검출기(264 nm)

나) 액체크로마토그래프/질량분석기의 측정조건

(1) 액체크로마토그래프 조건

(가) 칼럼: C₁₈(2.1 × 100 mm, 1.7 μm) 또는 이와 동등한 것

(나) 이동상: 5 mM 초산암모늄/메탄올(5/95)

(다) 이동상유량: 0.45 mL/min

(라) 칼럼온도: 40°C

(마) 주입량: 1 μL

(2) 질량분석기 조건

(가) Ionization: ESI positive

(나) Source temperature: 120 °C

(다) Collision gas: N₂(질소 또는 비활성기체)

(라) Capillary voltage: 3.5 kV

(마) 질량분석기 분석을 위한 이온

성분	Precursor ion(m/z)	Fragment ion(m/z)
비타민D ₂	397	107, 105, 91
비타민D ₃	385	107, 105, 79

다) 검량선 작성

검량곡선 표준용액을 액체크로마토그래프 또는 액체크로마토그래프/질량분석기에 각각 주입하여 얻어진 크로마토그램 상의 각 피크의 넓이를 구하여 검량선을 작성한다.

라) 표준용액 및 시험용액의 크로마토그램

(1) 액체크로마토그래프(육방전환밸브시스템)/자외부검출기

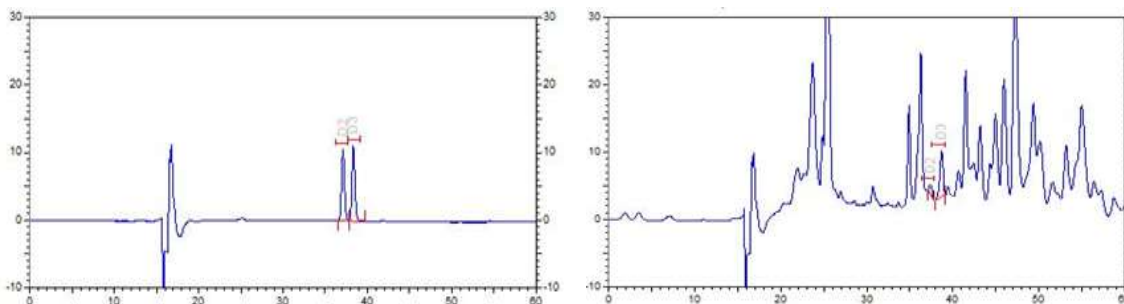


그림 1. 표준용액 및 시험용액의 크로마토그램.

(2) 액체크로마토그래프/질량분석기

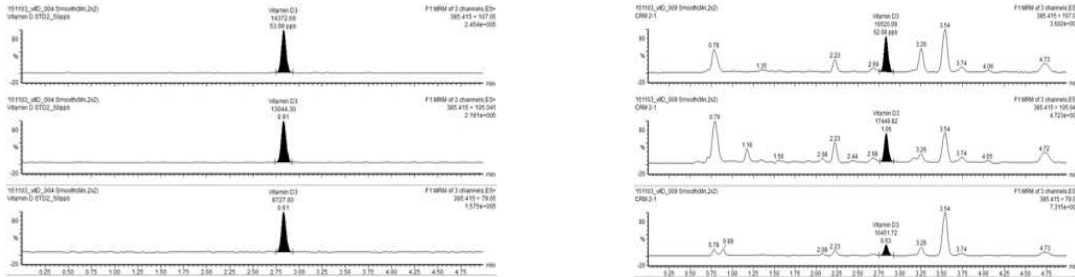


그림 2. 비타민D₃ 표준용액(100 µg/L) 및 시험용액의 크로마토그램

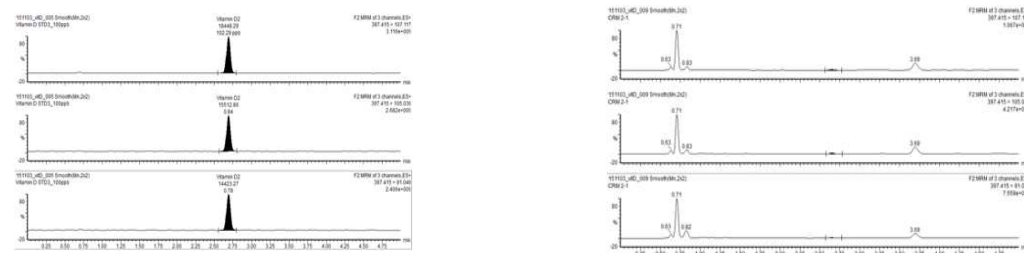


그림 3. 비타민D₂ 표준용액(100 µg/L) 및 시험용액의 크로마토그램

8) 정성시험

위의 조건에서 얻어진 크로마토그램 상의 피크는 어느 측정조건에서도 표준용액 피크의 머무름 시간과 일치하여야 한다.

9) 정량시험

정성시험과 똑같은 조건에서 얻어진 시험결과에 의해 피크 면적법에 따라 정량한다.

가) 계산방법

$$\text{비타민 D}_2 \text{ 또는 D}_3 \text{ 함량}(\mu\text{g}/100 \text{ g}) = C \times \frac{(a \times b)}{S} \times 100$$

C: 시험용액 중의 비타민 D의 농도($\mu\text{g}/\text{mL}$)

a: 시험용액의 전량(mL)

b: 희석배수

S: 시료 채취량(g)

※ 비타민D의 함량은 비타민D₂와 비타민D₃를 구분하여 계산하고 합한 값으로 한다.

$$\text{비타민D } 1 \mu\text{g} = 40 \text{ IU}$$

제8. 2. 2.2 2.2.2 2.2.2.9 가. 중 “액체크로마토그래피”를 “액체크로마토그래프”로 한다.

제8. 2. 2.2 2.2.2 2.2.2.9 가. 1) 중 “액체크로마토그래피”를 “액체크로마토그래프”로 한다.

제8. 2. 2.2 2.2.2 2.2.2.9 가. 3) 중 “검체 적당량”을 “검체 0.5 ~ 1.5 g”으로 하고, “3,000 rpm”을 “3,500 × g”로 한다.

제8. 2. 2.2 2.2.2 2.2.2.9 가. 4) 중 “액체크로마토그래피”를

“액체크로마토그래프”로 한다.

제8. 2. 2.2 2.2.2 중 2.2.2.11을 다음과 같이 한다.

2.2.2.11 비타민B₁₂

가. 액체크로마토그래프(육방전환밸브시스템)/자외부검출기 또는 액체크로마토그래프/질량분석기에 의한 정량

1) 시험법 적용범위

특수용도식품 등에 적용한다.

2) 분석원리

식품 중의 비타민B₁₂를 추출용매로 추출한 후 면역친화성컬럼으로 정제하여 자외부검출기 또는 질량분석기가 부착된 액체크로마토그래프로 분석한다.

3) 장치

가) 액체크로마토그래프(육방전환밸브시스템)/자외부검출기

나) 액체크로마토그래프/질량분석기

다) 정제용 컬럼: 비타민B₁₂용 면역친화성컬럼(Immunoaffinity column)(회수율 및 재현성 등이 검증된 것)

4) 시약 및 시액

가) 5 mM 인산이수소칼륨 용액: 인산이수소칼륨 0.68 g을 증류수에 녹이고 전량을 1 L가 되게 한다.

나) 0.2 M 초산나트륨 용액: 초산나트륨 16.41 g을 증류수에 용해시킨

후 초산을 이용하여 pH 4로 맞춘 후 증류수에 녹여 1 L로 정용한다.

다) 1%(w/v) 시안화나트륨 용액: 시안화나트륨 1 g을 증류수에 녹여 100 mL로 정용한다.

라) 20 mM 개미산암모늄: 개미산암모늄 1.26 g을 증류수에 녹이고 전량을 1 L가 되게 한다(질량분석기로 분석시 사용)

마) 표준용액의 조제

비타민B₁₂(Cyanocobalamin)을 5 mM 인산이수소칼륨 용액에 녹여 표준원액(100 µg/mL)을 조제하고, 표준원액을 증류수로 적당량 희석하여 표준용액을 만든다.

바) 기타시약: 잔류농약 시험용 또는 HPLC용

5) 시험용액의 조제

가) 추출

균질화한 검체 약 1~5 g을 달아 갈색원심분리관에 취하고 0.2 M 초산나트륨 용액 49.5 mL와 1% 시안화나트륨 0.5 mL를 넣고 상온에서 10분간 초음파 추출한 다음 100°C 수욕 상에서 30분간 추출하고 상온으로 냉각한다. 이어서 여과지(Whatman No.2 또는 이와 동등한 것)로 여과한 것을 추출액으로 한다.

나) 정제

냉장보관 된 정제용 컬럼은 실온에 30분 방치한 후 컬럼 내부의 완충용액을 완전히 제거한다. 증류수 3 mL를 정제용 컬럼에 주입하여 활성화시킨 후 추출액 9 mL를 정제용 컬럼에 주입하여

추출액 중 비타민B₁₂을 정제용 컬럼에 흡착시킨다. 이어서 증류수로 3 mL씩 3회 주입하여 불순물을 제거하고 공기를 주입하여 컬럼 내에 남아 있는 용액을 제거한다. 정제용 컬럼에 흡착된 비타민B₁₂를 메탄올 3 mL로 시험관에 용출시킨다. 용출액을 70°C에서 질소로 건조시키고 잔류물에 증류수 0.5 mL를 가하여 녹인 것을 시험용액으로 한다.

6) 시험방법

가) 액체크로마토그래프(육방전환밸브시스템)의 측정조건

(1) 칼럼

(가) 전처리컬럼: Capcellpak MF C₈(4.6 mm × 150 mm, 5 μm)

또는 이와 동등한 것

(나) 농축컬럼: Capcellpak MG C₁₈(2.0 mm × 35 mm, 5 μm)

또는 이와 동등한 것

(다) 분석컬럼: Capcellpak UG C₁₈(1.5 mm × 250 mm, 5 μm)

또는 이와 동등한 것

(2) 이동상

(가) 전처리컬럼 이동상: 5 mM 인산이수소칼륨 용액

(나) 분석컬럼 이동상: 5 mM 인산이수소칼륨 용액/메탄올(80:20, v/v)

(3) 유속

(가) 전처리컬럼 이동상: 500 $\mu\text{L}/\text{min}$

(나) 분석컬럼 이동상: 120 $\mu\text{L}/\text{min}$

(4) 육방전환밸브의 조작

전처리 컬럼에서 비타민B₁₂의 피크 용출시간을 확인하고
농축을 위한 육방전환밸브의 조작시간을 설정한다.

(5) 주입량: 400 μL

(6) 검출기: 자외부검출기(550 nm)

나) 액체크로마토그래프/질량분석기의 측정조건

(1) 액체크로마토그래프 조건

(가) 컬럼: ACQUITY UPLC®BEH(2.1 mm x 50 mm, 1.7 μm)

또는 이와 동등한 것

(나) 이동상

① 이동상 A: 20 mM 개미산암모늄

② 이동상 B: 아세토니트릴

시간(분)	이동상 A(%)	이동상 B(%)
0.0	95	5
0.7	95	5
1.2	80	20
1.6	80	20
1.7	20	80
3.7	20	80
3.8	95	5

6.0	95	5
-----	----	---

(다) 이동상 유속: 0.4 mL/min

(라) 컬럼온도: 35°C

(마) 주입량: 10 μ L

(2) 질량분석기 조건

(가) Ionization: ESI positive

(나) Source temperature: 120 °C

(다) Collision gas: N₂(질소 또는 비활성기체)

(라) Capillary voltage: 3.5 kV

(마) 질량분석기 분석을 위한 이온

성분	Precursor ion(m/z)	Fragment ion(m/z)
비타민B ₁₂	678	147, 359

다) 검량선 작성

표준용액을 농도별로 일정량 취하여 액체크로마토그래프(육방전환밸브시스템)/자외부검출기 또는 액체크로마토그래프/질량분석기에 각각 주입한다. 얻어진 크로마토그램 상의 각 피크 높이 또는 피크 면적을 구하여 검량선을 작성한다.

7) 정성시험

위의 조건에서 얻어진 크로마토그램상의 피크는 어느

측정조건에서도 표준용액 피크의 머무름 시간과 일치하여야 한다.

8) 정량시험

정성시험과 똑같은 조건에서 얻어진 시험결과에 의해 피크면적법에 따라 정량한다.

가) 계산방법

$$\text{비타민B}_{12} \text{ 함량}(\mu\text{g}/100 \text{ g}) = C \times \frac{(a \times V_2 \times b)}{(S \times V_1)} \times 100$$

C: 검량곡선에 얻은 시험용액의 농도($\mu\text{g}/\text{mL}$)

a: 시료 추출에 사용된 용액의 부피(mL)

V_1 : 정제용 컬럼에 주입한 추출액의 부피(mL)

V_2 : 정제 후 시험용액의 최종부피(mL)

b: 시험용액의 희석배수

S: 검체 채취량(g)

제8. 2. 2.2 2.2.2 중 2.2.2.15를 다음과 같이 한다.

2.2.2.15 비오틴

가. 액체크로마토그래프(육방전환밸브시스템)/자외부검출기 또는 액체크로마토그래프/질량분석기에 의한 정량

1) 시험법 적용범위

영아용 조제식, 성장기용 조제식 등에 적용한다.

2) 분석원리

식품 중의 비오틴을 추출용매로 추출한 후 면역친화성컬럼으로 정제하여 자외부검출기 또는 질량분석기가 부착된 액체크로마토그래프로 분석한다.

3) 장치

가) 액체크로마토그래프(육방전환밸브시스템)/자외부검출기

나) 액체크로마토그래프/질량분석기

다) 정제용 컬럼: 비오틴용 면역친화성컬럼(Immunoaffinity column)(회수율 및 재현성 등이 검증된 것)

라) 질소농축기

4) 시약 및 시액

가) 0.01 M 인산이수소칼륨 용액(pH 4.8): 인산이수소칼륨 1.36 g을 증류수에 녹여 1 L로 한다.

나) 표준원액: 비오틴 표준품(99.9%)를 0.01 M 인산이수소칼륨 용액에 녹여 100 mg/L이 되도록 조제한다.(4°C 이하 암소 보관)

다) 표준용액: 표준원액을 0.01 M 인산이수소칼륨용액으로 적절히 희석하여 표준용액으로 한다.(사용 시 제조)

라) 0.15 M 인산나트륨 완충액: 제일인산나트륨($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 8.07 g과 제이인산나트륨($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 18.36 g을 물에 녹인 것을 2 M 수산화나트륨 용액을 이용하여 pH 7.0으로 조정 한 후 1 L로 한다.

마) PBS(Phosphate buffered saline) 용액: 시판되는 PBS 완충제 정제(tablet) 또는 파우치(pouch) 형태를 사용하여 제조한다.(최종

완충액 0.01 M phosphate buffer saline, 0.138 M NaCl, 0.0027 M KCl, pH 7.4, 25°C)

바) 0.1% 포름산: 포름산을 200 μ L를 넣은 후 증류수로 녹여 200 mL로 한다.(질량분석기로 분석시 사용)

사) 0.1% 포름산이 함유된 아세토니트릴: 포름산을 200 μ L 넣은 후 아세토니트릴로 녹여 200 mL로 한다.(질량분석기로 분석시 사용)

아) 기타시약: 잔류농약 시험용 또는 HPLC용

5) 시험용액의 조제

가) 추출

균질화한 검체 약 1~5 g을 달아 갈색원심분리관에 취하고 0.15 M 인산나트륨 완충액 25 mL을 넣고 상온에서 5분간 초음파 추출한 다음 100°C 수욕 상에서 30분간 추출하고 상온으로 냉각한다. 0.15 M 인산나트륨 완충액을 가하여 50 mL로 정용하고 균질화 후 0°C에서 22,000 \times g으로 20분간 원심분리한다. 이어서 여과지(Whatman No.2 또는 이와 동등한 것)로 여과한 것을 추출액으로 한다.

나) 정제

냉장보관 된 정제용 컬럼은 실온에 30분 방치한 후 컬럼 내부의 완충용액을 완전히 제거한다. 추출액 10 mL를 정제용 컬럼에 주입하여 추출액 중 비오틴을 정제용 컬럼에 흡착시킨다. 이어서 PBS 용액 10 mL와 증류수 10 mL 주입하여 불순물을 제거하고

공기를 주입하여 컬럼 내에 남아 있는 용액을 제거한다. 정제용 컬럼에 흡착된 비오틴을 메탄올 4 mL로 시험관에 용출시킨다. 용출액을 70°C에서 질소로 건조시키고 잔류물에 0.01 M 인산이수소칼륨 용액 1 mL를 가하여 녹인 것을 시험용액으로 한다.

6) 시험방법

가) 액체크로마토그래프의 측정조건

(1) 컬럼

(가) 전처리컬럼: Capcellpak MF C₈ SG80(4.6 mm × 150 mm, 5 μm) 또는 이와 동등한 것

(나) 농축컬럼: Capcellpak C₁₈ UG120V(2.0 mm × 35 mm, 5 μm) 또는 이와 동등한 것

(다) 분석컬럼: Capcellpak C₁₈ UG120V(1.5 mm × 250 mm, 5 μm) 또는 이와 동등한 것

(2) 이동상

(가) 전처리컬럼 이동상: 0.01 M 인산이수소칼륨용액

(나) 분석컬럼 이동상: 0.01 M 인산이수소칼륨용액/메탄올(90:10, v/v)

(3) 유속

(가) 전처리컬럼 이동상: 500 μL/min

(나) 분석컬럼 이동상: 100 μL/min

(4) 육방전환밸브의 조작

전처리 칼럼에서 비오틴의 피크 용출시간을 확인하고 농축을 위한 육방전환밸브의 조작시간을 설정한다.

(5) 주입량: 200 μ L

(6) 검출기: 자외부검출기(200 nm)

나) 액체크로마토그래프/질량분석기의 조건

(1) 액체크로마토그래프 조건

(가) 컬럼: ACQUITY UPLC®BEH(2.1 mm x 100 mm, 1.7 μ m)

또는 이와 동등한 것

(나) 이동상

① 이동상 A: 0.1% 포름산

② 이동상 B: 0.1% 포름산이 함유된 아세토니트릴

시간(분)	이동상 A(%)	이동상 B(%)
0.0	100	0
5.0	80	20
5.2	0	100
6.2	0	100
7.0	100	0
11.0	100	0

(다) 이동상 유속: 0.2 mL/min

(라) 컬럼온도: 40°C

(마) 주입량: 2 μ L

(2) 질량분석기 조건

- (가) Ionization: ESI positive
- (나) Source temperature: 120 °C
- (다) Collision gas: N₂(질소 또는비활성기체)
- (라) Capillary voltage: 3.5 kV
- (마) 질량분석기 분석을 위한 이온

성분	Precursor ion(m/z)	Fragment ion(m/z)
비오틴	245	227, 166

다) 검량선 작성

표준용액을 농도별로 일정량 취하여 액체크로마토그래프 또는 액체크로마토그래프/질량분석기에 각각 주입한다. 얻어진 크로마토그램 상의 각 피크 높이 또는 피크 면적을 구하여 검량선을 작성한다.

라) 표준용액 및 시험용액의 크로마토그램

(1) 액체크로마토그래프(육방전환밸브시스템)/자외부검출기

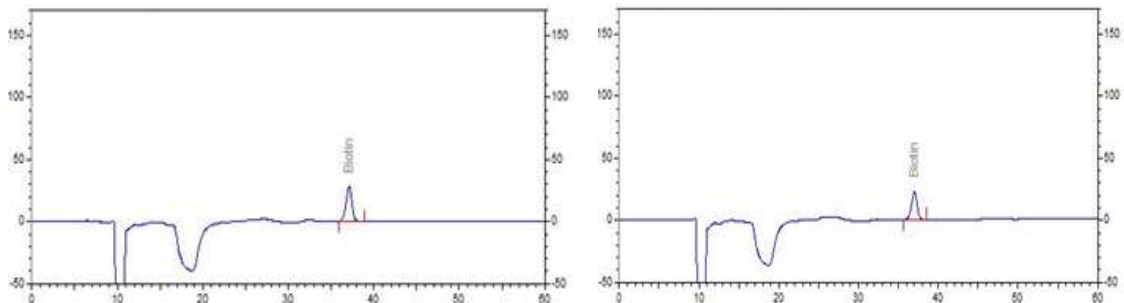


그림 1. 표준용액 및 시험용액의 크로마토그램

(2) 액체크로마토그래프/질량분석기

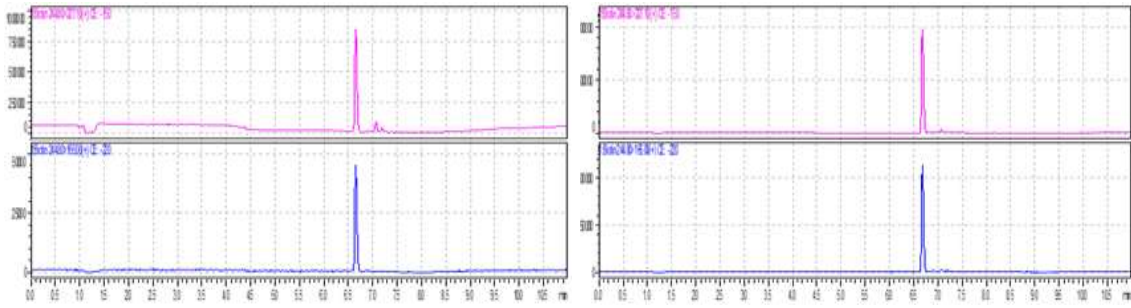


그림 2. 표준용액 및 시험용액의 크로마토그램.

7) 정성시험

위의 조건에서 얻어진 크로마토그램상의 피크는 어느 측정조건에서도 표준용액 피크의 머무름 시간과 일치하여야 한다.

8) 정량시험

정성시험과 똑같은 조건에서 얻어진 시험결과에 의해 피크면적법에 따라 정량한다.

가) 계산방법

$$\text{비오틴 함량}(\mu\text{g}/100 \text{ g}) = C \times \frac{(a \times V_2 \times b)}{(S \times V_1)} \times 100$$

C: 검량곡선에 얻은 시험용액의 농도($\mu\text{g}/\text{mL}$)

a: 시료 추출에 사용된 용액의 부피(mL)

V_1 : 정제용 컬럼에 주입한 추출액의 부피(mL)

V_2 : 정제 후 시험용액의 최종부피(mL)

b: 시험용액의 희석배수

S: 검체 채취량(g)

제8. 3. 3.1 중 “식육”을 “식육가공품”으로 한다.

제8. 3. 3.4 3.4.1 가. 1) 중 “식육”을 “식육가공품”으로 한다.

제8. 3. 3.6 중 “식육”을 “식육가공품”으로 한다.

제8. 6. 6.2 중 6.2.1 중 가.를 다음과 같이 한다.

가. 프락토올리고당

1) 장치

액체크로마토그래프-시차굴절검출기(Refractive Index detector, RI)

2) 시약 및 시액

가) 표준당

1-케스토즈(GF₂)

니스토즈(GF₃)

1-F 프락토피라노실니스토즈(GF₄)

나) 물: HPLC용

다) 에탄올: HPLC용

라) 아세토니트릴: HPLC용

3) 표준용액의 조제

각 표준당을 물로 녹여 20 mg/mL 농도가 되도록 조제한 후 혼합하여

표준원액으로 한다. 표준원액을 물로 희석하여 312.5~5,000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 범위로 조제하여 표준용액으로 한다.

4) 시험용액의 조제

프락토올리고당으로서 0.2~2 g이 되도록 검체를 취해 물 20 mL에 용해한 후 100 mL로 정용한다(필요시 1,000 \times g에서 10분간 원심분리한다). 상등액 25 mL를 취하여 50 mL 메스플라스크에 옮겨 넣고 에탄올로 정용한다. 이 용액을 0.45 μm 의 필터로 여과하여 시험용액으로 사용한다.

5) 시험방법

가) 액체크로마토그래프 조건

(1) 칼럼: Asahipak NH₂P-50 4E(4.6 mm i.d. \times 250 mm \times 5 μm) 혹은 이와 동등한 것

(2) 온도: 40°C

(3) 이동상: 65% 아세토니트릴

(칼럼의 종류나 상태에 따라 조성을 달리 할 수 있다. 아세토니트릴과 물의 비율을 65 : 35 에서 70 : 30 정도의 차이로 조정한다.)

(4) 유속: 1.0 mL/min

(5) 검출기: 시차굴절검출기(RI)

6) 정성시험

위의 조건에서 얻어진 크로마토그램 상의 피크는 어느 측정조건에서도 시험용액과 표준용액 피크의 머무름 시간이 일치하여야 한다.

7) 정량시험

표준용액과 시험용액을 각각 10 μ L씩 주입하여 위의 조건에서 시험한다. 표준용액의 피크 면적 또는 높이에 의해 구한 검량선을 사용하여 프락토올리고당의 농도(mg/mL)를 구하고, 다음 식에 의해 프락토올리고당 함량(%)을 계산한다.

$$\text{프락토올리고당 함량(\%)} = \frac{(A+B+C)}{\text{시료채취량(g)}} \times a \times b \times \frac{100}{1,000}$$

A: 시험용액 중의 GF₂의 농도(mg/mL)

B: 시험용액 중의 GF₃의 농도(mg/mL)

C: 시험용액 중의 GF₄의 농도(mg/mL)

a: 시험용액의 전량(mL)

b: 시험용액의 희석배수

제8. 6. 6.2 중 6.2.1 중 라.를 다음과 같이 한다.

라. 갈락토올리고당(라피노스, 스타치오스)

1) 장치

액체크로마토그래프-시차굴절검출기(Refractive Index detector, RI)

2) 시약 및 시액

가) 표준당

Raffinose

Stachyose

나) 물: HPLC용

다) 20%(w/v) 설포살리실린산용액: 설포살리실산(Sulfosalicylic acid)

20 g에 물을 넣어 용해시켜 100 mL로 한다.

라) 아세토니트릴: HPLC용

3) 표준용액의 조제

각 표준당을 물로 녹여 10 mg/mL 농도가 되도록 조제한 후 혼합하여 표준원액으로 한다. 표준원액을 물로 희석하여 312.5~5,000 $\mu\text{g/mL}$ 범위로 조제하여 표준용액으로 한다.

4) 시험용액 조제

각 갈락토올리고당으로서 0.01~0.1 g이 되도록 검체를 취해 물 20 mL에 용해한 후 50 mL로 정용한다. 단, 단백질 제거 조작이 필요한 시료에 대해서는 20% 설포살리실산용액을 여러 방울 첨가하여 생긴 불용성 단백질을 1,000 \times g에서 10분간 원심분리하여 제거한다. 이 용액을 0.45 μm 의 필터로 여과하여 시험용액으로 한다.

5) 시험방법

가) 액체크로마토그래프 조건

(1) 칼럼: Asahipak NH₂P-50 4E(4.6 mm i.d \times 250 mm \times 5 μm)

혹은 이와 동등한 것

(2) 칼럼온도: 35°C

(3) 이동상: 65% 아세토니트릴

(4) 유속: 1.0 mL/min

(5) 검출기: 시차굴절검출기(Refractive Index detector, RI)

6) 정성시험

위의 조건에서 얻어진 크로마토그램 상의 피크는 어느 측정조건에서도 시험용액과 표준용액 피크의 머무름 시간이 일치하여야 한다.

7) 정량시험

표준용액과 시험용액을 각각 10 µL씩 주입하여 위의 조건에서 시험한다. 표준용액의 피크 면적 또는 높이에 의해 구한 검량선을 사용하여 갈락토올리고당의 비율(%)을 구하고, 다음 식에 의해 갈락토올리고당 함량(%)을 계산한다.

$$\text{갈락토올리고당 함량(\%)} = \frac{A+B}{\text{시료채취량(g)}} \times a \times b \times \frac{100}{1,000}$$

A: 시험용액 중의 라피노스의 농도(mg/mL)

B: 시험용액 중의 스타치오스의 농도(mg/mL)

a: 시험용액의 전량(mL)

b: 시험용액의 희석배수

제8. 6. 6.2 중 6.2.1 중 바. 및 사.를 각각 다음과 같이 한다.

바. 자일로올리고당

1) 장치

액체크로마토그래프-시차굴절검출기(Refractive Index detector, RI)

2) 시약 및 시액

가) 표준당

이당류 - xylobiose

삼당류 - xylotriose

사당류 - xylotetraose

오당류 - xylopentaose

육당류-xylohexaose

나) 물: HPLC용

다) 아세토니트릴(Acetonitrile): HPLC용

3) 표준용액의 조제

각 표준당을 물로 녹여 100 mg/mL 농도가 되도록 조제한 후 혼합하여 표준원액으로 한다. 표준원액을 물로 희석하여 1~5 mg/mL 범위로 조제하여 표준용액으로 한다.

4) 시험용액의 조제

자일로올리고당이 약 100 mg 되도록 검체를 취해 물 20 mL에 용해한 후 50 mL로 정용한다. 이 용액을 0.45 μm 의 필터로 여과하여 시험용액으로 한다.

5) 시험방법

가) 액체크로마토그래프 조건

(1) 칼럼: RSpak DC613 column(6.0 mm i.d × 150 mm × 6 μm)

혹은 이와 동등한 것

(2) 칼럼온도: 50°C

(3) 이동상: 67% 아세토니트릴(칼럼의 종류나 상태에 따라 조성을 달리 할 수 있다.)

(4) 유속: 0.8 mL/min

(5) 검출기: 시차굴절검출기(RI)

6) 정성시험

위의 조건에서 얻어진 크로마토그램 상의 피크는 어느 측정조건에서도 시험용액과 표준용액 피크의 머무름 시간이 일치하여야 한다.

7) 정량시험

표준용액과 시험용액을 각각 5 μL씩 주입하여 위의 조건에서 시험한다. 표준용액의 피크 면적 또는 높이에 의해 구한 검량선을 사용하여 자일로올리고당의 농도(mg/mL)를 구하고, 다음 식에 의해 자일로올리고당 함량(%)을 계산한다.

$$\text{자일로올리고당 함량(\%)} = \frac{(A+B+C+D+E)}{\text{시료채취량(g)}} \times a \times b \times \frac{100}{1,000}$$

A: 시험용액 중의 xylobiose의 농도(mg/mL)

B: 시험용액 중의 xylotriose의 농도(mg/mL)

- C: 시험용액 중의 xyloetraose의 농도(mg/mL)
- D: 시험용액 중의 xylopentaose의 농도(mg/mL)
- E: 시험용액 중의 xylohexaose의 농도(mg/mL)
- a: 시험용액의 전량(mL)
- b: 시험용액의 희석배수

사. 겐티오올리고당

1) 장치

액체크로마토그래프-시차굴절검출기(Refractive Index detector, RI)

2) 시약 및 시액

가) 표준당

단당류(DP1): Glucose, Fructose

이당류(DP2): Gentiobiose, Cellobiose, Maltose

나) 물: HPLC용

다) 0.3 M Sodium hydroxide solution

라) 0.5 M PMP 용액(1-phenyl-3-methyl-5-pyrazolone, PMP): PMP

시약 4.36 g을 메탄올에 녹여 50 mL가 되도록 한다.

마) 0.3 M Hydrochloride solution

바) Chloroform

사) 0.01 M Potassium phosphate monobasic buffer: Potassium

phosphate monobasic 2.7218 g을 물에 녹여 2L가 되도록 한다.

아) 0.01 M Potassium phosphate dibasic buffer: Potassium phosphate dibasic 3.4836 g을 물에 녹여 2L가 되도록 한다.

자) 0.01M Potassium phosphate buffer(pH6.7): 사)용액에 아)용액을 첨가하여 pH 6.7로 조정한다.

차) 아세토니트릴: HPLC용

카) Methanol

3) 표준용액의 조제

가) 배제형 이온교환계

Glucose, fructose, maltose, gentiobiose, cellobiose를 각각 물로 녹여 50,000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 농도가 되도록 조제한 후 혼합하여 표준원액으로 한다. 표준원액을 물로 희석하여 500~4,000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 범위로 조제하여 표준용액으로 한다.

나) 역상분배계

Glucose, maltose, gentiobiose, cellobiose를 각각 물로 녹여 1,000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 농도가 되도록 조제한 후 혼합하여 표준원액으로 한다. 표준원액을 물로 희석하여 25~200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 범위로 조제하여 표준용액으로 한다.

4) 시험용액의 조제

가) 배제형 이온교환계

겐티오올리고당으로서 약 100 mg이 되도록 검체를 취해 물 10 mL에 용해한 후 물을 사용하여 적당한 농도로 희석한다. 이 용액을

0.45 μm 의 필터로 여과하여 이를 시험용액으로 한다.

나) 역상분배계

겐티오올리고당으로서 약 10 mg이 되도록 검체를 취해 물 10 mL에 용해한다. 시료 및 각 농도의 표준용액 100 μL 를 각각 1.5 mL tube에 취하고 0.3 M NaOH 100 μL 를 첨가한다. 0.5 M PMP 100 μL 를 첨가하고 혼합하여 70°C 수조에서 1시간 유도체화 후 냉각한다. 0.3 M HCl 100 μL 를 첨가하여 중화한 후 CHCl_3 1 mL를 넣고 20,000 \times g에서 5분간 원심분리한다. 상층액을 취해 CHCl_3 1 mL를 첨가하고 혼합하여 20,000 \times g에서 5분간 원심분리한다(2회 반복). 상층액을 취해 0.45 μm 의 필터로 여과하여 이를 시험용액으로 한다.

5) 시험방법

가) 배제형 이온교환계

- (1) 칼럼: Shodex KS801 Column(8.0 mm i.d \times 300 mm \times 6 μm)
혹은 이와 동등한 것
- (2) 칼럼온도: 80°C
- (3) 이동상: 물
- (4) 유속: 0.8 mL/min
- (5) 검출기: 시차굴절검출기(RI)

나) 역상분배계

- (1) 칼럼: Shiseido UG120 C_{18} Column(4.6 mm i.d \times 250 mm \times 5

μm) 혹은 이와 동등한 것

(2) 칼럼온도: 35°C

(3) 이동상: A : B = 83 : 17

A: 0.01 M Potassium phosphate buffer(pH 6.7)

B: Acetonitrile

(4) 유속: 0.8 mL/min

(5) 검출기: PDA

6) 정성시험

위의 조건에서 얻어진 크로마토그램 상의 피크는 어느 측정조건에서도 시험용액과 표준용액 피크의 머무름 시간이 일치하여야 한다.

7) 정량시험

표준용액과 시험용액을 각각 5 μL씩 주입하여 위의 조건에서 시험한다. 표준용액의 피크 면적 또는 높이를 구하여 검량선을 작성한다.

가) 배제형 이온교환계에서 분석한 피크의 면적 또는 높이에 의해 각 중합도의 함유량(mg)이 구해지며 그 결과는 다음과 같다.

DP1(단당류): A

DP2(이당류): B

DP3 이상(3당류 이상): C

나) 역상분배계에서 시료를 분석한 Data의 각 당분함유율(%)은 다음과 같다.

DP1 Fructose	A_1
DP1 Glucose	A_2
DP2 Maltose	B_1
DP2 Gentiobiose	B_2
DP2 Cellobiose	B_3
DP3 이상	C

$$\text{DP2 Gentiobiose } B \text{ mg} \times \frac{B_2}{B_1+B_2+B_3} = b_2 \text{ mg}$$

$$\text{DP2 Cellobiose } B \text{ mg} \times \frac{B_3}{B_1+B_2+B_3} = b_3 \text{ mg}$$

$$\text{겐티오올리고당 함량(\%)} = \frac{b_2 + b_3}{\text{시료채취량(mg)}} \times d \times 100$$

d: 시험용액의 희석배수

제8. 6. 6.6 6.6.4 6.6.4.3 가. 3) 중 가)를 다음과 같이 한다.

가) 이동상 : 0.2 M 과염소산나트륨과 0.02 M 수산화나트륨이 함유된 용액(과염소산나트륨(순도 98% 이상) 25 g과 수산화나트륨(순도 97% 이상) 0.82 g을 정밀히 달아 물을 가하여 1,000 mL로 한다. 다만, 시약의 순도에 따라 첨가량을 조정할 수 있다.)

제8. 6. 6.6 6.6.4 6.6.4.3 가. 3) 다) 중 “0.1 ~ 10 mg/mL”을 “0.1 ~ 10 ug/mL”로 한다.

제8. 6. 6.6 6.6.4 6.6.4.3 가. 5) 가) 중 (3)을 다음과 같이 한다.

(3) 이동상 : 0.2 M 과염소산나트륨과 0.02 M 수산화나트륨이 함유된 용액

제8. 7. 7.1 7.1.4 중 7.1.4.234부터 7.1.4.235를 다음과 같이 신설한다.

7.1.4.234 아사이노나피르(Acynonapyr)

가. 시험법 적용범위

곡류, 서류, 두류, 과일류, 채소류 등의 식품에 적용한다.

나. 분석원리

검체 중 아사이노나피르 및 대사산물(AP, 3 - e n d o - [2 - p r o x y - 4 - (t r i f l u o r o m e t h y l) p h e n o x y] - 9 - a z a b i c y c l o [3 , 3 , 1] n o n a n e) 을 아세트니트릴로 추출한 후 d-SPE(dispersive-solid phase extraction)로 정제하여 액체크로마토그래프-질량분석기로 분석한다.

다. 장치

1) 액체크로마토그래프-질량분석기(LC-MS/MS)

라. 시약 및 시액

1) 용매: 잔류농약 시험용 또는 특급

- 2) 물: 3차 증류수 또는 이와 동등한 것
- 3) 표준원액: 아사이노나피르 및 대사산물(AP) 표준품을 각각 아세토니트릴에 녹여 1,000 mg/L가 되게 한다.
- 4) 표준용액: 표준원액을 무처리 시료 추출물을 이용하여 적당한 농도로 혼합, 희석한다(무처리 시료 추출물 90% 이상 포함).
- 5) d-SPE: 무수황산마그네슘(MgSO₄, Anhydrous magnesium sulfate), 1차 2차 아민(PSA, Primary secondary amine)
- 6) 기타시약: 잔류농약 시험용 또는 특급
- 7) 특이사항: 대사산물(AP)은 유리 벽면에 흡착할 가능성이 있으므로 모든 시험과정은 폴리프로필렌으로 된 용기를 사용한다.

마. 시험용액의 조제

1) 추출

검체를 분쇄하여 균질화한 후 5 g(곡류 및 두류는 약 1 kg을 혼합하여 표준체 420 μm를 통과하도록 분쇄한 후 5 g, 서류, 과일류 및 채소류는 약 1 kg을 분쇄한 후 5 g)을 정밀히 달아 50 mL 원심분리관에 넣고 (곡류 및 두류의 경우 증류수 5 mL 첨가 후 30 분간 방치) 아세토니트릴 20 mL를 가하고 1 N 수산화나트륨 용액을 첨가하여 추출용액의 pH를 10으로 조절한 뒤 10분간 진탕한다. 진탕 후 추출물에 염화나트륨 4 g을 추가하여 1분간 흔들고 4°C, 4,000 G에서 10분간 원심분리하여 상층액 1 mL를 취한다.

2) 정제

무수황산마그네슘 150 mg과 1차 2차 아민 25 mg이 담긴 2 mL 원심 분리관에 '1)추출'로부터 얻은 아세토니트릴 상층액을 30초간 와류교반기 등을 이용하여 충분히 혼합한 후 이를 4°C, 4,000 G에서 10분간 원심 분리한다. 정제된 상층액을 멤브레인 필터(PTFE, 0.2 μm)로 여과한 후 시험용액으로 한다.

바. 시험조작

1) 액체크로마토그래프 분석조건

가) 컬럼: C₁₈계 역상 컬럼 또는 이와 동등한 것

나) 컬럼 온도: 40°C

다) 이동상

(1) 이동상 A: 0.1% 포름산 함유 메탄올

(2) 이동상 B: 0.1% 포름산 함유 물

(3) 농도구배조건

시간(분)	A(%)	B(%)
0.0	50	50
2.0	50	50
4.0	80	20
8.0	100	0
9.0	100	0
9.1	50	50
12.0	50	50

라) 이동상 유속: 0.3 mL/분

마) 주입량: 2 μL

2) 질량분석기 분석조건

가) 이온화 방법: ESI positive-ion mode

나) Capillary voltage: 1.0 kV

다) Collision gas: 아르곤(Ar)

표. 액체크로마토그래프-질량분석기 분석을 위한 특성이온

분석성분 (Compound)	평균 분자량 (MW)	관측질량 (Exact mass)	선구이온 (Precursor ion, [M+H] ⁺ , <i>m/z</i>)	생성이온 (Product ion, <i>m/z</i>)	충돌에너지 (Collision energy, eV)
아사이노나피르 (Acynonapyr)	504.5	504.18	505	342 ¹⁾	10
				96	26
				122	32
AP	343.4	343.17	344	82 ¹⁾	32
				96	32
				124	24

¹⁾ 정량이온이며, 그 외는 정성이온임.

※ 각 생성이온에 대한 질량분석기의 기기조건은 사용기기의 최적값으로 변경하여 사용할 수 있으며, 제시된 이외의 생성이온도 적용이 가능함.

3) 검량선 작성

표준용액을 농도별로 일정량 취하여 액체크로마토그래프-질량분석기에 각각 주입하여 얻은 크로마토그램상의 각 피크 높이 또는 면적 값으로 검량선을 작성한다.

4) 표준품의 크로마토그램

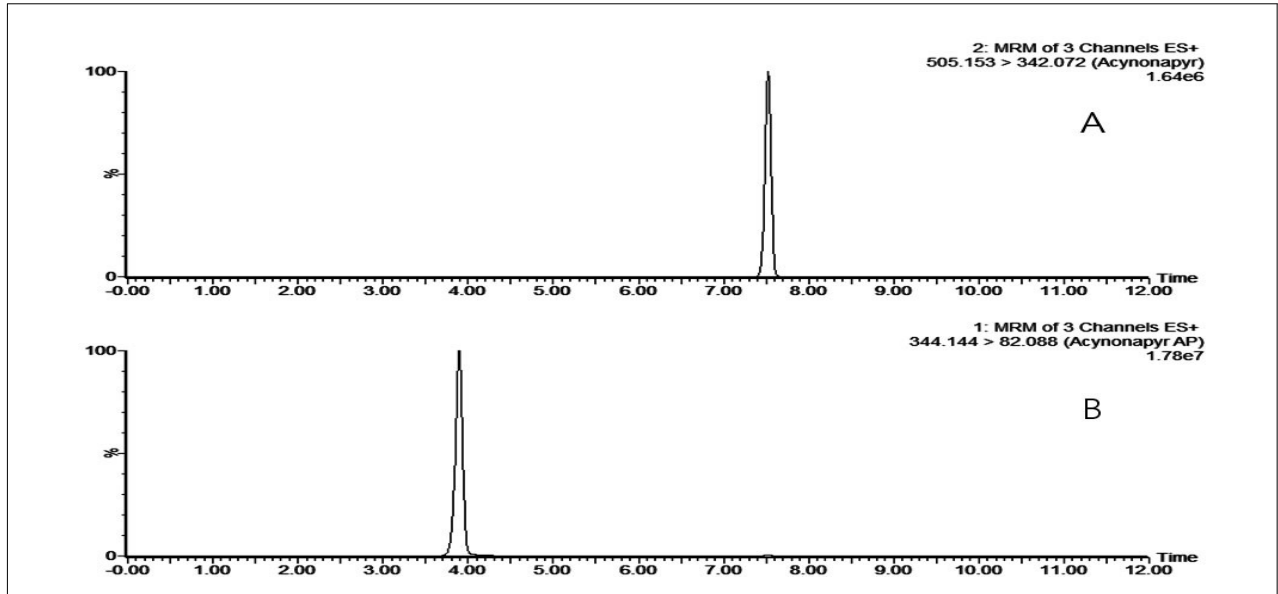


그림. 액체크로마토그래프-질량분석기에서 표준품의 크로마토그램

A: 아사이노나피르(7.5분), B: AP(3.9분)

* 분석기기: LC(Waters® Acquity UPLC), MS/MS(Waters® Xevo TQ-S),
컬럼(Capcell Pak C₁₈ MG II(3.0 mm I.D. × 150 mm L., 3.0 μm))

5) 정량한계

0.01 mg/kg

사. 정량시험

위 조건으로 얻어진 크로마토그램상의 피크가 표준용액 피크의 머무름 시간과 일치할 때 피크 높이 또는 면적을 검량선에 대입하여 정량한다.

* 아사이노나피르의 잔류량 = 아사이노나피르의 잔류량 + (환산계수 × 대사산물(AP)의 잔류량)

* 환산계수 = 1.47(아사이노나피르 분자량 505/AP 분자량 343)

아. 확인시험

액체크로마토그래프-질량분석기상의 머무름 시간과 특성이온으로 아사

이노나피르 및 대사산물(AP)을 확인한다.

7.1.4.235 아피도피로펜(Afidopyropen)

가. 시험법 적용범위

곡류, 서류, 두류, 과일류, 채소류 등의 식품에 적용한다.

나. 분석원리

검체 중 아피도피로펜을 포름산 함유 아세토니트릴로 추출한 후 d-SPE(dispersive-solid phase extraction)로 정제하여 액체크로마토그래프-질량 분석기로 분석한다.

다. 장치

1) 액체크로마토그래프-질량분석기(LC-MS/MS)

라. 시약 및 시액

1) 용매: 잔류농약 시험용 또는 특급

2) 물: 3차 증류수 또는 이와 동등한 것

3) 표준원액: 아피도피로펜 표준품을 아세토니트릴에 녹여 1,000 mg/L가 되게 한다.

4) 표준용액: 표준원액을 무처리 시료 추출물을 이용하여 적당한 농도로 혼합, 희석한다(무처리 시료 추출물 90% 이상 포함).

5) d-SPE: 무수황산마그네슘(MgSO₄, Anhydrous magnesium sulfate), 1차 2차 아민(PSA, Primary secondary amine), C₁₈(Octadecyl bonded silica)

6) 기타시약: 잔류농약 시험용 또는 특급

마. 시험용액의 조제

1) 추출

검체를 분쇄하여 균질화한 후 5 g(곡류 및 두류는 약 1 kg을 혼합하여 표준체 420 μm 를 통과하도록 분쇄한 후 5 g, 서류, 과일류 및 채소류는 약 1 kg을 분쇄한 후 5 g)을 정밀히 달아 50 mL 원심분리관에 넣고 (곡류 및 두류의 경우 증류수 5 mL 첨가 후 30분간 방치) 0.1% 포름산 함유 아세트니트릴 20 mL를 가한 뒤 10분간 진탕한다. 진탕 후 추출물에 무수황산마그네슘 4 g과 염화나트륨 1 g, 구연산이나트륨·1.5수화물 0.5 g, 구연산삼나트륨·2수화물 1 g을 추가하여 1분간 흔들고 4°C, 4,000 G에서 10분간 원심분리하여 상층액 1 mL를 취한다.

2) 정제

무수황산마그네슘 150 mg과 1차 2차 아민 25 mg, C₁₈ 25 mg이 미리 담겨져 있는 2 mL 원심분리관에 '1)추출'로부터 얻은 상층액 1 mL를 가하고 30초간 와류교반기 등을 이용하여 충분히 혼합한 후 이를 4°C, 4,000 G에서 10분간 원심분리한다. 정제된 상층액을 멤브레인 필터(Nylon, 0.2 μm)로 여과한 후 시험용액으로 한다.

바. 시험조작

1) 액체크로마토그래프 분석조건

가) 컬럼: C₁₈계 역상 컬럼 또는 이와 동등한 것

나) 컬럼 온도: 40°C

다) 이동상

(1) 이동상 A: 0.1% 포름산 함유 아세트니트릴

(2) 이동상 B: 0.1% 포름산 함유 물

(3) 농도구배조건

시간(분)	A(%)	B(%)
0.0	5	95
1.0	5	95
6.0	90	10
8.0	90	10
8.1	5	95
10.0	5	95

라) 이동상 유속: 0.3 mL/분

마) 주입량: 2 μ L

2) 질량분석기 분석조건

가) 이온화 방법: ESI positive-ion mode

나) Capillary voltage: 3.0 kV

다) Collision gas: 아르곤(Ar)

표. 액체크로마토그래프-질량분석기 분석을 위한 특성이온

분석성분 (Compound)	평균 분자량 (MW)	관측질량 (Exact mass)	선구이온 (Precursor ion, [M+H] ⁺ , m/z)	생성이온 (Product ion, m/z)	충돌에너지 (Collision energy, eV)
아피도피로펜 (Afidopyropen)	593.7	593.26	594	148 ¹⁾	43
				202	45
				106	45

¹⁾ 정량이온이며, 그 외는 정성이온임.

※ 각 생성이온에 대한 질량분석기의 기기조건은 사용기기의 최적값으로 변경하여 사용할 수 있으며,

제시된 이외의 생성이온도 적용이 가능함.

3) 검량선 작성

표준용액을 농도별로 일정량 취하여 액체크로마토그래프-질량분석기에 각각 주입하여 얻은 크로마토그램상의 각 피크 높이 또는 면적 값으로 검량선을 작성한다.

4) 표준품의 크로마토그램

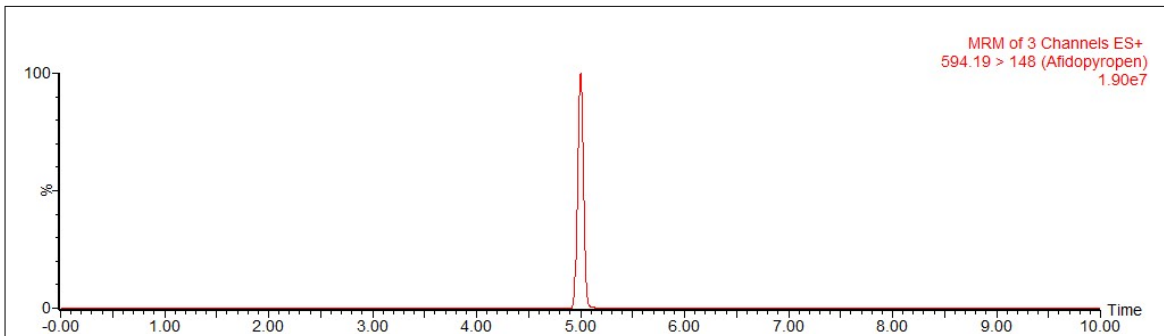


그림. 액체크로마토그래프-질량분석기에서 표준품의 크로마토그램

아피도피로펜(5.0분)

* 분석기기: LC(Waters® Acquity UPLC), MS/MS(Waters® Xevo TQ-S), 컬럼(Unison UK-C₁₈, 2.0 mm I.D. × 100 mm L., 3.0 μm)

5) 정량한계

0.01 mg/kg

사. 정량시험

위 조건으로 얻어진 크로마토그램상의 피크가 표준용액 피크의 머무름 시간과 일치할 때 피크 높이 또는 면적을 검량선에 대입하여 정량한다.

아. 확인시험

액체크로마토그래프-질량분석기상의 머무름 시간과 특성이온으로 아피

도피로펜을 확인한다.

제8. 7. 7.3 7.3.2 중 7.3.2.10 글리포세이트(Glyphosate)를 다음과 같이 한다.

가. 시험법의 적용범위

소고기, 돼지고기, 가금류고기, 유, 알 등의 축산물에 적용한다.

나. 분석원리

검체 중 글리포세이트와 대사산물(N-acetylglyphosate)을 1% 포름산 함유 용액으로 추출하여 HLB 카트리지로 정제한 후 액체크로마토그래프-질량분석기로 분석한다.

다. 장치

1) 액체크로마토그래프 : 질량분석기(LC-MS/MS)

라. 시약 및 시액

1) 용매 : 잔류농약 시험용 또는 이와 동등한 것

2) 물 : 3차 증류수 또는 이와 동등한 것

3) 표준원액 : 글리포세이트와 대사산물인 N-아세틸글리포세이트 표준품을 1% 포름산 함유 용액에 녹여 1,000 mg/L이 되게 한다.

4) 표준용액 : 표준원액을 무처리 시료 추출물을 이용하여 적당한 농도로 혼합, 희석한다(무처리 시료 추출물 90% 이상 포함)

5) 기타시약 : 잔류농약 시험용 또는 특급

마. 시험용액의 조제

1) 추출

검체를 분쇄하여 균질화한 후 5 g을 정밀히 달아 원심분리관에 넣고 1% 포름산 용액 5 mL과 아세토니트릴 15 mL을 가한 뒤 1분간 심하

게 흔들어 추출한 후 여과지(Whatman 6)로 여과 후 10 mL 아세트니 트릴로 여과지를 씻어준다(추출액이 여과지를 통과하지 못하는 경우는 10,000 G 이상으로 원심분리 후 상등액 전량을 취한다). 이후 40°C 이하에서 질소가스를 사용하여 유기용매층을 증발시키고 물층만을 남긴 후 1% 포름산 함유 용액으로 10 mL 정용한다.

2) 정제

HLB SPE 카트리지를(200 mg)를 0.1% 포름산 함유 용액 6 mL로 활성화한 후, '1) 추출'로부터 얻은 추출물 2 mL을 카트리지에 넣고 흘러 내려 받는다. 카트리지가 마르기 전에 0.1% 포름산 함유 용액 2 mL을 용출하여 앞서 받은 추출액과 합하여 4 mL로 만들고 멤브레인 필터(nylon, 0.2 μ m)로 여과한 후 시험용액으로 한다.

바. 시험조작

1) 액체크로마토그래프의 측정조건

가) 컬럼 : 용매피크의 용리시간이 1분 이내이면서 글리포세이트와 N-아세틸글리포세이트의 머무름 시간이 1.5분 이상 분리 가능한 컬럼

나) 컬럼 온도 : 35°C

다) 이동상

(1) 이동상 A : 0.1% 포름산 함유 물

(2) 이동상 B : 0.1% 포름산 함유 메탄올

(3) 농도구배조건

시간(분)	A (%)	B (%)
0.00	90.0	10.0
5.00	10.0	90.0
6.00	10.0	90.0
7.00	90.0	10.0

10.00

90.0

10.0

라) 이동상 유속 : 0.25 mL/분

마) 주입량 : 5 µL

2) 질량분석기 분석조건

가) 이온화 방법 : ESI negative-ion mode

나) Capillary voltage : 3.5 kV

다) Collision gas : 아르곤(Ar) 또는 질소(N₂)

표. 액체크로마토그래프-질량분석기 분석을 위한 특성이온

분석성분 (Compound)	평균 분자량 (MW)	관측질량 (Exact mass)	선구이온 (Precursor ion, [NH] ⁺ , m/z)	생성이온 (Product ion, m/z)	충돌에너지 (Collision energy, eV)
Glyphosate	169.1	168.10	168	<u>63</u> 150	3 9
N-Acetyl glyphosate	211.1	209.86	210	<u>150</u> 124	7 5

※ 밑줄 표시 되어 있는 것은 정량이온이며 그 외 이온들은 정성이온임

※ 각 생성이온에 대한 질량분석기의 기기조건은 사용기기의 최적값으로 변경하여 사용할 수 있으며, 제시된 이외의 생성이온도 적용이 가능함

3) 검량선 작성

표준용액을 농도별로 일정량 취하여 액체크로마토그래프-질량분석기에 각각 주입하여 얻은 크로마토그램상의 각 피크 높이 또는 면적을 구하여 검량선을 작성한다.

4) 표준품의 크로마토그램

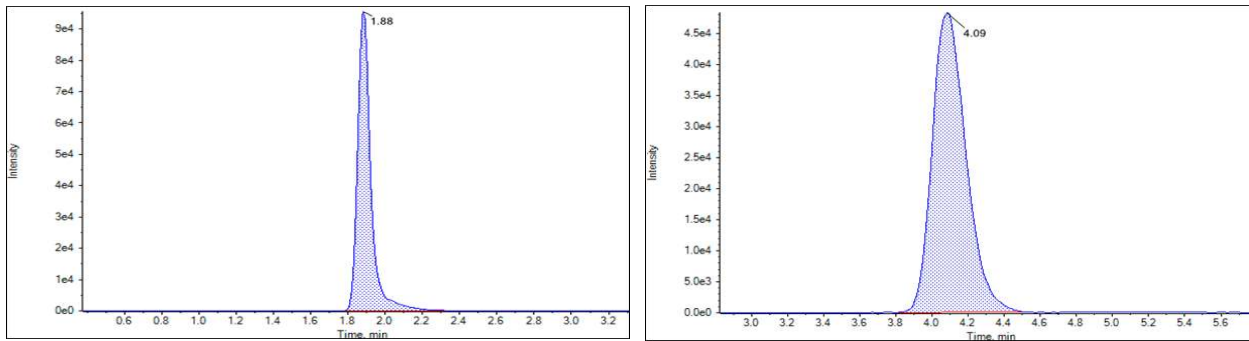


그림. 액체크로마토그래프-질량분석기 크로마토그램

Glyphosate(1.9분), N-acetylglyphosate(4.1분)

* 분석기기: LC(SHISEIDO[®] Nanospace Nasca 2 system), MS/MS(AB SCIEX QTRAP 4500)

컬럼 : Hypercarb[™] (2.1 mm I.D. × 100 mm L., 5 μm), 농도 : 100 μg/L

5) 정량한계

글리포세이트(Glyphosate) : 0.05 mg/kg

N-아세틸글리포세이트(N-acetylglyphosate) : 0.05 mg/kg

사. 정량시험

위 조건으로 얻어진 크로마토그램상의 피크가 표준용액 피크의 머무름 시간과 일치할 때 피크 높이 또는 면적을 검량선에 대입하여 정량한다.

* 글리포세이트의 잔류량 = 글리포세이트의 잔류량 + (환산계수 × N-아세틸글리포세이트의 잔류량)

* 환산계수 = 0.80(글리포세이트의 분자량 169 / N-아세틸글리포세이트의 분자량 211)

아. 확인시험

액체크로마토그래프-질량분석기상의 머무름 시간과 특성이온으로 글리포세이트와 N-아세틸글리포세이트를 확인한다.

제8. 7. 7.3 7.3.2 중 7.3.2.16 프로클로라즈(Prochloraz)를 다음과 같이 한다.

가. 시험법의 적용범위

소고기, 돼지고기, 가금류고기, 유, 알 등의 축산물에 적용한다.

나. 분석원리

검체 중 프로클로라즈와 대사산물(BTS 44595, BTS 44596, 2,4,6-트리클로로페놀)을 pyridine hydrochloride를 사용하여 2,4,6-트리클로로페놀로 변환 후 기체크로마토그래프-전자포획검출기로 분석한다.

다. 장치

1) 기체크로마토그래프 : 전자포획검출기(GC-ECD)

라. 시약 및 시액

1) 용매 : 잔류농약 시험용 또는 이와 동등한 것

2) 물 : 3차 증류수 또는 이와 동등한 것

3) 표준원액 : 2,4,6-트리클로로페놀(2,4,6-trichlorophenol; 2,4,6-TCP) 표준품을 아세톤에 녹여 100 mg/L이 되게 한다.

4) 표준용액 : 표준원액을 에틸아세테이트를 이용하여 적당한 농도로 희석한다.

5) 기타시약 : 잔류농약 시험용 또는 특급

6) 특이사항: 글리포세이트는 유리 벽면에 흡착할 가능성이 있으므로 모든 시험과정에서 폴리프로필렌 재질의 용기를 사용한다.

마. 시험용액의 조제

1) 추출

가) 고기류 등 지방 많이 함유한 검체: 검체를 균질화한 시료 10 g을 정밀히 달아 아세톤 100 mL을 넣은 뒤 30분간 추출하고 흡입여과한다. 아세톤 50 mL로 잔류물과 흡입여과에 사용한 용기를 씻어 합한 후 감압농축하고 '1% 포름산 함유된 n-헥산:아세토니트릴(1:1, v/v) 50 mL'을 넣고 분배추출을 2회 반복 후 아래층을 모아 감압농축한다. 잔류물을 디클로로메탄 10 mL에 녹인 후 질소가스를 사용하여 1 mL로 농축한 뒤, 2)의 과정으로 진행한다.

나) 알과 유: 균질화한 시료 10 g을 정밀히 달아 아세톤 20 mL을 넣고 30분간 추출하고 3,500 rpm으로 5분간 원심분리한다. 상층액을 전량 취한 후 물 100 mL와 포화 염화나트륨 용액 50 mL을 넣고 디클로로메탄 50 mL로 2회 분배 추출한 후 아래층을 무수황산나트륨에 통과시켜 탈수한 다음 감압농축 한다. 잔류물을 디클로로메탄 10 mL에 녹여 1 mL로 질소농축한 뒤, 2)의 과정을 거쳐 시험용액으로 한다.

2) 2,4,6-TCP로 변환

'1) 추출' 과정에서 얻은 용액에 pyridine hydrochloride 5 g을 넣고 20 °C에서 2시간 동안 분해시킨다. 이후 0.2 M HCl 20 mL을 넣고 물 100 mL과 포화 염화나트륨 용액 50 mL을 넣은 뒤, 디클로로메탄 50 mL로 2회 분배추출하여 아래층을 무수황산나트륨을 통과시켜 탈수 후 감압농축한다. 유와 알은 에틸아세테이트 10 mL에 녹여 멤브레인 필터 (PTFE, 0.2 μ m)로 여과한 후 시험용액으로 하고, 고기류 등 지방 많은 검체는 '3) 정제' 과정을 따른다.

3) 정제

고기류를 추출 및 2,4,6-TCP로 변환 후 감압농축한 잔류물을 디클로로메탄 6 mL로 녹여, 디클로로메탄 10 mL로 활성화시킨 아미노프로필 카트리지(1 g)에 넣고 1% 포름산 함유 메탄올 10 mL로 용출하여 받은 후 감압농축한다. 잔류물을 에틸아세테이트 10 mL에 녹여 멤브레인 필터 (PTFE, 0.2 μ m)로 여과한 후 시험용액으로 한다.

바. 시험조작

1) 기체크로마토그래프의 분석조건

가) 컬럼 : DB-5 capillary column (0.53 mm I.D. \times 30 m L., 0.50 μ m)

또는 이와 동등한 것

나) 이동상 가스(Carrier gas) 및 유속 : 질소(N₂), 7.0 mL/분

다) 주입부 온도 : 300°C

라) 오븐온도

100°C에서 시료를 주입하고 2분간 유지한 후 15°C/분의 비율로 190°C까지 온도를 상승시켜 1분간 유지하고 20°C/분의 비율로 290°C까지 온도를 상승시켜 2분 이상 유지한다.

마) 주입량 : 1 μ L, splitless

바) 검출기 온도 : 300°C

2) 검량선 작성

표준용액을 농도별로 일정량 취하여 기체크로마토그래프-전자포획검출기에 각각 주입하여 얻은 크로마토그램상의 각 피크 높이 또는 면적 값으로 검량선을 작성한다.

3) 표준품의 크로마토그램

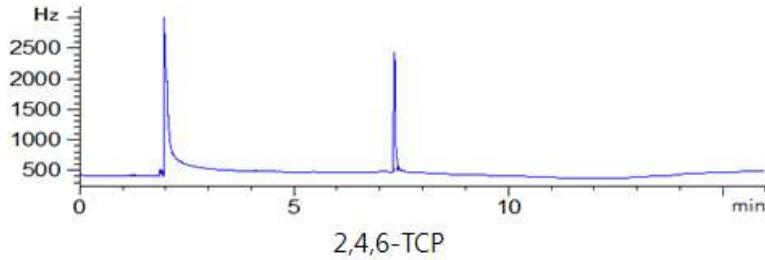


그림. 기체크로마토그래프-전자포획검출기에서 표준품의 크로마토그램.

2,4,6-트리클로로페놀 (7.3분)

* 분석기기 : GC (Agilent 6890), ECD (Agilent),

컬럼 : DB-5 capillary column (0.53 mm I.D. × 30 m L., 0.50 μm), 농도 : 20 μg/L

4) 정량한계

0.02 mg/kg

사. 정량시험

위 조건으로 얻어진 크로마토그램상의 피크가 표준용액 피크의 머무름 시간과 일치할 때 피크 높이 또는 면적을 검량선에 대입하여 정량한다.

* 프로클로라즈의 잔류량 = 환산계수 × 2,4,6-TCP의 잔류량

* 환산계수 = 1.91 (프로클로라즈의 분자량 377/2,4,6-TCP의 분자량 197)

아. 확인시험

기체크로마토그래프-질량분석기상의 머무름 시간과 질량분석 스펙트럼으로 대상성분을 확인한다.

1) 기체크로마토그래프-질량분석기의 분석조건

가) 컬럼: DB-5MS(Agilent, 0.25 mm i.d. x 30 m L., 0.25 μm) 또는 이와 동등한 것

나) 이동상가스 및 유속: 헬륨, 1.0 mL/분

다) 오븐 온도: 80°C에서 2분간 유지한 후 15°C/분의 속도로 180°C까지 승온하고 10°C/분의 속도로 250°C까지 승온한다.

- 라) 주입부 온도: 250°C
- 마) 인터페이스 온도: 280°C
- 바) 이온화: 전자충격(EI), 70 eV
- 사) 주입모드: splitless
- 아) 주입량: 1 µL

표. 기체크로마토그래프-질량분석기 분석을 위한 특성이온

분석성분 (Compound)	평균분자량 (MW)	관측이온 (Monitoring ion, m/z)
2,4,6-trichlorophenol	197.5	196, 132

※ 관측이온에 대한 질량분석기의 기기조건은 사용기기의 최적값으로 변경하여 사용할 수 있으며, 제시된 이외의 관측이온도 적용이 가능함.

제8. 8. 8.3.58 플로르페니콜(Florfenicol)을 다음과 같이 한다.

1) 시험법 적용범위

축·수산물 등에 적용한다.

2) 분석원리

검체 중 플로르페니콜과 플로르페니콜아민을 암모니아수(Ammonia water), 아세토니트릴로 추출하고 PSA, C₁₈, MgSO₄ 으로 정제하여 액체크로마토그래프/질량분석기로 분석한다.

3) 측정기기

액체크로마토그래프/질량분석기(LC-MS/MS)

4) 시약 및 시액

가) 용매 : 액체크로마토그래프용 또는 이와 동등한 것

나) 물 : 3차 증류수 또는 이와 동등한 것

- 다) 표준원액 : 100 mL 용량플라스크에 표준품을 정밀히 달아 아세트니트릴에 각각 녹여 1,000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 이 되게 한다.
- 라) 표준용액 : 표준원액을 아세트니트릴로 희석하여 0.25, 0.5, 1, 2, 4 mg/L 농도가 되게 한다. 다만, 기기의 특성 등 필요에 따라 농도를 조정하여 사용할 수 있다.
- 마) 0.1% 개미산 함유 용액 : 1,000 mL 용량플라스크에 개미산(Formic acid) 1 mL을 넣고 물로 표시선까지 채운다.
- 바) 0.1% 개미산 함유 메탄올 용액 : 1,000 mL 용량플라스크에 개미산 1 mL을 넣고 메탄올로 표시선까지 채운다.
- 사) 기타시약 : 특급 또는 이와 동등한 것

5) 첨가시료의 조제

정량을 하는 경우 조직표준곡선(Tissue standard curve) 작성을 위하여 각 해당 물질이 검출되지 않은 음성대조시료(Negative control sample) 2 g씩 준비한 후 Blank를 제외하고 각 표준용액을 0.2 mL씩 가하여 0.025, 0.05, 0.1, 0.2, 0.4 mg/kg 농도가 되게 한다.

6) 시험용액의 조제

균질화한 검체 2 g을 정밀히 달아 50 mL 폴리프로필렌 원심분리관에 취한다. 아세트니트릴 10 mL와 암모니아수 100 μL 를 가하여 10분간 진탕한 후 4,700 G, 4°C에서 10분간 원심분리한다. 원심분리한 상층액을 모두 취하여 150 mg PSA, 150 mg C₁₈과 900 mg MgSO₄가 담겨진 50 mL 원심분리관에 옮기고 1분간 진탕한 후 4,700 G, 4°C에서 10분간 원심분리한다. 원심분리한 상층액 중 5 mL를 취하여 40°C 수욕상에서 질소농축한다. 잔류물에 아세트니트릴/물 (30/70, v/v) 1 mL을 가하여 재용해하고, 멤브레인 필터(PTFE, 0.2 μm)로 여과하여 시험용액으로 한다.

7) 시험조작

가) 액체크로마토그래프 측정조건

(1) 칼럼 : C18(X-SELECT-HSS, 2.1 mm i.d. × 150 mm, 3.5 μm)
또는 이와 동등한 것

(2) 이동상

(가) 이동상 A: 0.1% 개미산 용액

(나) 이동상 B: 0.1% 개미산 함유 메탄올 용액

시간(분)	이동상 A(%)	이동상 B(%)
1	90	10
3	10	90
5	10	90
5.1	90	10
10	90	10

(3) 유속 : 0.25 mL/분

(4) 칼럼온도 : 40°C

(5) 주입량 : 5 μL

나) 질량분석기 조건

(1) Ionization : ESI (positive, negative)

(2) Capillary temperature : 350°C

(3) Capillary voltage: 3.8 kV

(4) Collision gas : 아르곤(Ar)

(5) 분석대상물질의 조건

물질명 (Compound)	머무름 시간(분)	이온화 (Ionization mode)	분자량 (Molecular weight)	선구이온 (Precursor ion, m/z)	생성이온 (Product ion, m/z)	충돌에너지 (Collision Energy, eV)
플로르페니콜 (Florfenicol)	4.23	-	357.00	356	336	10
					185	16
					152	19
플로르페니콜 아민 (Florfenicol amine)	1.75	+	247.07	248	230	11
					130	21
					91	48

- ※ 밑줄 표시 되어 있는 것은 정량이온이며 그 외 이온들은 정성이온임
- ※ 각 생성이온(Product ion)에 대한 질량분석기의 기기조건은 사용기기의 최적값으로 변경하여 사용할 수 있으며, 제시된 이외의 생성이온도 적용이 가능함

8) 정성시험

가) 정성

위의 조건으로 얻어진 크로마토그램상의 피크는 표준용액 피크의 머무름 시간과 비교하여 일치하여야 한다. 또한 표준용액과 시험용액의 선구이온(Precursor ion) 및 생성이온(Product ion)이 일치하여야 하고, 표준용액과 시험용액의 생성이온간 반응세기의 비율(Ion ratio)을 비교하여 그 비율은 주1)과 일치하여야 한다.

주1. 생성이온간 반응세기의 비율 허용범위

이온간 반응세기의 비율(%)	허용범위
> 50 %	≤ 20 %
> 20 %, ≤ 50 %	≤ 25 %
> 10 %, ≤ 20 %	≤ 30 %

나) 표준품 크로마토그램

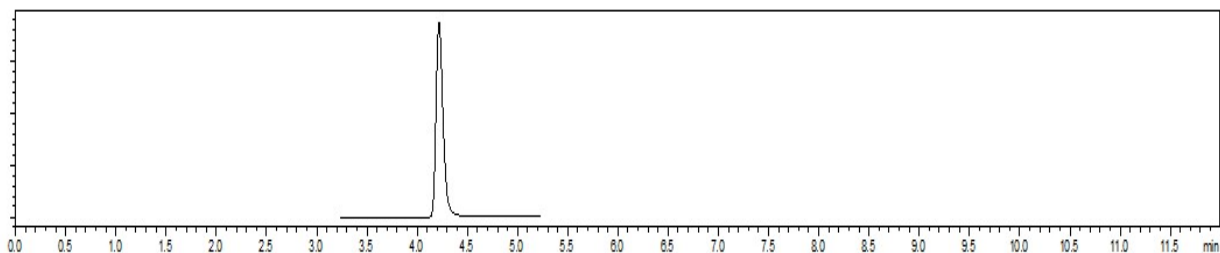


그림 1. 플로르페니콜 표준용액(0.1 mg/L, 4.23분) 크로마토그램

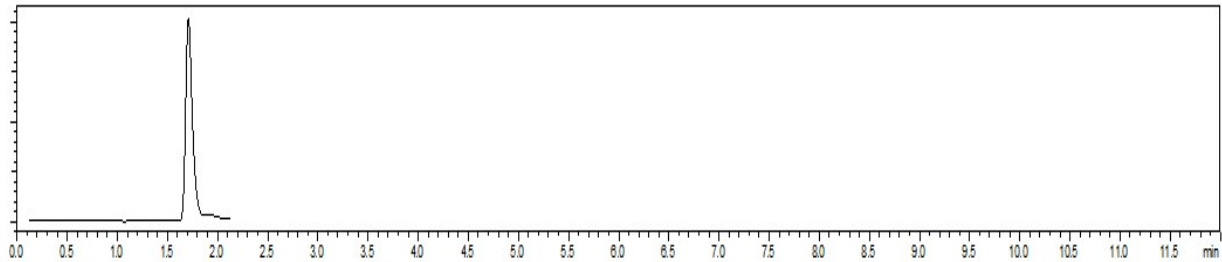


그림 2. 플로르페니콜 아민 표준용액(0.1 mg/L, 1.75분) 크로마토그램

9) 정량시험

가) 정량

정성 및 확인시험과 똑같은 조건에서 Blank 시료를 포함하여 각 농도별 첨가시료에서 얻어진 크로마토그램상의 각 피크 높이 또는 면적을 구하여 검량선을 작성한 후 시험용액의 크로마토그램으로부터 정량이온(Quantitative ion)의 각 피크 높이 또는 피크 면적에 따라 산출된 시험용액 중 검출농도, 검체량과 최종 시험용액의 부피와 추출과정에서의 사용한 추출액의 양(희석배수)를 고려하여 정량한다.

나) 정량한계

플로르페니콜(Florfenicol) : 0.005 mg/kg

플로르페니콜 아민(Florfenicol amine) : 0.005 mg/kg

제8. 9. 9.3 9.3.2를 다음과 같이 한다.

9.3.2 기체크로마토그래프/고분해능 질량분석기(GC/HRMS)에 의한 시험

가. 시험법 적용범위

식육(소고기, 돼지고기, 닭고기)

나. 분석원리

검체 중의 4~8염화 dibenzo-*p*-dioxin(CDDs) 및 dibenzofuran(CDFs)를 측정하기 위해 전처리과정을 통하여 지방을 추출하고 칼럼크로마토그래프

로 정제한 것을 기체크로마토그래프/고분해능 질량분석기(GC/HRMS)로 분석한다.

다. 장치

기체크로마토그래프/고분해능 질량분석기(GC/HRMS) : 분해능 10,000 이상을 사용한다.

라. 시약 및 시액

시약 및 시액은 다이옥신 분석에 영향을 미치는 방해성분을 함유하지 않아야 한다.

- 1) 용매 : 잔류농약 분석용 또는 이와 동등 이상인 것.
- 2) 검량용 표준물질(Calibration standard) : 다이옥신의 정성 및 정량에 사용하는 검량용 표준물질은 표 1과 같이 2,3,7,8-치환 동족체 17종과 $^{13}\text{C}_{12}$ 동족체(Labeled) 및 $^{37}\text{Cl}_4$ 동족체를 사용한다.
- 3) 회수율 측정용 표준물질(Labeled compound standard) : 시료의 추출 과정 전에 첨가하는 정량 및 회수율 측정용 내부표준물질은 $^{13}\text{C}_{12}$ 동족체로 된 다이옥신 중 표 1과 같은 화합물을 사용한다.
- 4) 내부표준물질(Internal standard solution) : 기체크로마토그래프/고분해능 질량분석기에 주입하기 전에 첨가하는 내부표준물질은 $^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4-TCDD 및 $^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxCDD를 사용한다.
- 5) 검량선 작성용 표준물질의 조제 : 정량용 표준물질을 검출한계 부분의 저농도의 것과 예상 검출농도보다 높은 고농도의 것을 적어도 하나 이상 포함시켜 5단계 이상의 농도 범위로 조제한다.

단, 검량선 작성용 표준용액들은 직선성을 유지하여야 한다. 검량선 작성용 표준용액은 정량용 표준물질의 $^{13}\text{C}_{12}$ 동족체 및 $^{37}\text{Cl}_4$ 동족체가 동일 농도로 함유되어야 한다.

- 6) 정밀 회수용 표준물질(Precision and recovery standard) : 다이옥신의 회수율을 측정하기 위해 일정농도의 정밀 회수용 표준물질을 사용하여야 한다(표 1).
- 7) 실리카겔 : 칼럼크로마토그래피용 실리카겔(100~200 mesh)을 디클로로메탄으로 세척하여 180°C에서 1시간 이상 가열한 후 데시케이터에서 식힌다.
- 8) 산성 실리카겔(30%, w/w) : 실리카겔 100 g에 황산 44.0 g을 넣어 잘 흔들어 섞어 사용한다.
- 9) 염기성 실리카겔 : 실리카겔 100 g에 1 N 수산화나트륨 30 g을 넣어 잘 흔들어 섞어 사용한다.
- 10) 염기성 알루미나 : 600°C에서 24시간 이상 가열한 후 데시케이터에서 식힌다.
- 11) 실리카겔 칼럼 : 안지름 11 mm, 길이 177 mm의 정제용 칼럼(중성 실리카겔 1.5 g, 염기성실리카겔 2 g, 산성실리카겔 4 g의 순서로 충전한 것) 또는 이와 동등 이상의 것.
- 12) 알루미나 칼럼 : 안지름 11 mm, 길이 177 mm의 정제용 칼럼(염기성알루미나 12.5 g을 충전한 것) 또는 이와 동등 이상의 것.
- 13) 카본 칼럼 : 안지름 11 mm, 길이 10 mm의 정제용 칼럼[8% 카본/

규조토(celite 545-AW 0.275 g을 충전한 것)] 또는 이와 동등 이상의 것.

14) 무수황산나트륨 : 특급이상(400°C에서 최소 1시간 이상 구운 것)

15) 1 N 수산화나트륨 : 수산화나트륨 45.0 g을 취하여 물로 1 L로 한 것을 사용한다.

16) 기타 : 다이옥신 분석에 적합한 것

마. 시험용액의 조제

1) 추출

검체를 분쇄하여 균질화한 시료 약 15~20 g을 막자사발에 취하여 적당량의 무수황산나트륨을 가하여 수분을 제거한 다음 속슬렛 추출장치용 원통여과지로 옮기고 따로 시료를 넣지 않은 원통여과지에 각각 회수율 측정용 표준물질을 첨가 한 다음 *비등석이 첨가된 속슬렛 추출장치에 추출용매(예: 클로로메탄·헥산 = 3:1, v/v) 300 mL를 넣어 18시간 이상 추출한다. 별도로 회수율 측정용 시료에는 정밀 회수율 표준물질을 첨가하여 *이후부터 동일한 방법을 사용한다.

2) 조지방 함량

속슬렛 추출장치의 추출액을 40°C 이하의 수욕상에서 감압 농축한 후 질소농축기를 이용하여 향량이 될 때까지 농축하여 조지방 함량을 구한다.

$$\text{조지방 함량(g)} = \frac{W_1 - W_0}{S}$$

W_0 : 플라스크의 무게(g)

W_1 : 조지방을 추출하여 농축한 플라스크의 무게(g)

S : 시료의 채취량(g)

3) 조지방 제거

유리솜이 들어있는 분액깔때기에 유리깔때기를 이용하여 무수황산나트륨 20 g과 조지방 1 g 당 산성실리카겔 10 g을 첨가한다. 헥산 3 mL로 조지방을 충분히 용해한 다음 분액깔때기에 묻지 않도록 산성실리카겔 표면에 넓게 뿌려서 넣는다. 이러한 조작을 2회 반복한 다음 20분간 반응시킨 후 헥산 130~150 mL로 용출한다. 이 용출액을 40°C 이하의 수욕상에서 약 3 mL가 되도록 감압 농축한 후 다른 시험관에 옮기고 감압용기를 다시 헥산 3 mL씩 2회 세척하여 용액을 시험관에 합한다.

4) 정제

위의 용액을 헥산으로 활성화된 실리카겔 칼럼에 넣은 후 헥산으로 용출시키고 그 용출액을 알루미나 칼럼에 첨가한 다음 2% 디클로로메탄 함유 헥산으로 방해물질을 제거하여 50% 디클로로메탄 함유 헥산으로 다시 용출시킨다. 이 알루미나 칼럼에서 용출한 액을 카본 칼럼에 넣고 50% 에틸아세테이트 함유 벤젠으로 용출시킨 다음 다시 헥산으로 방해물질을 제거한 후 톨루엔으로 역 용출한다. 이 용출액을 질소 농축기를 사용하여 농축한 다음 내부표준물질을 첨가하여 이를 시험용액으로 한다.

주1) 칼럼크로마토그래피에서 사용하는 충전제나 용매의 종류 및 양은 표준물질 등으로 분획 실험하여 최적조건을 확립하여야 한다.

바. 시험조작

1) 기체크로마토그래프의 측정조건

가) 칼럼 : DB-5 캐필러리 칼럼(길이 60 m, 안지름 0.2~0.32 mm, 두께 0.1~0.25 μm) 또는 이와 동등 이상의 것으로 분석하고자 하는 동족체가 양호하게 분리되어야 하며 그 분리 효율을 입증할 수 있는 것이어야 한다.

나) 오븐온도 : 각 동족체의 분리가 양호하도록 적절한 온도조건을 설정한다.

단, 2,3,7,8-TCDD와 2,3,7,8-TCDF는 인접한 피크의 분리도가 봉우리 높이 대비 25% 미만이어야 한다.

다) 운반기체(carrier gas) 및 유량 : 헬륨, 0.5~5.0 mL/분

라) 주입부 온도 : 약 270°C 또는 각 동족체의 분리가 양호한 온도

마) 연결부 온도 : 약 290°C 또는 각 동족체의 분리가 양호한 온도

바) 이온원 온도 : 약 260°C 또는 각 동족체의 분리가 양호한 온도

2) 고분해능 질량분석기의 측정조건

가) 튜닝 표준물질 : PFK(perfluorkerosene) 또는 이와 동등한 것

나) 분해능 : 10,000 이상 (10% valley 기준)

다) 이온화방식 : 전자충격이온화 방식 (EI)

- 라) 질량 설정 : 측정하고자 하는 이온의 질량은 각 동족체마다 2개 이상의 이온을 선택이온(selected ion), 즉 M^+ , $[M+2]^+$ 또는 $[M+4]^+$ 를 사용한다. 주로 사용하는 각 다이옥신 동족체의 대표적 이온 질량은 표 1과 같다.
- 마) 질량 검정 : 기체크로마토그래프/고분해능 질량분석기는 시료 분석 조건과 동일한 조건에서 분해능 10,000 이상으로 조정된 다음, 4 염화물에서 8 염화물의 선택이온들을 적당한 그룹으로 나누어 튜닝 표준물질에 의한 질량 검정을 하여야 한다.
- 바) 주기적 점검 : 분석을 지속적으로 수행하는 경우 매 12시간마다 검량용 표준물질 중 중간농도의 표준물질을 선택하여 분석조건을 점검하여야 하며 회수율은 80%~120%에 있어야 한다.
- 사) 검출한계 : 4, 5염화물 각각의 검출한계는 0.04 pg/g이하이어야 한다.

3) 검량선 작성

검량선 작성용 표준물질을 사. 정성시험과 같은 방법으로 기체크로마토그래프/고분해능 질량분석기에 주입하여 각 선택이온에 대한 크로마토그램을 작성하여 각 표준물질의 피크 면적과 이에 대응하는 $^{13}C_{12}$ 동족체의 피크 면적으로부터 다음 식에 의해 상대감응도(Relative Response : RR)를 구한다. 상대감응도는 5개 농도 이상의 검량선 작성용 표준물질을 사용하며 편차범위는 $\pm 20\%$ 이내 이어야 한다.

$$RR = \frac{(A_{1n} + A_{2n})(C_i)}{(A_{1l} + A_{2l})(C_n)}$$

- A_{1n}, A_{2n} : 검량선 작성용 표준물질에 첨가된 다이옥신의 1차 또는 2차 선택 이온의 피크 면적
 A_{1l}, A_{2l} : 검량선 작성용 표준물질에 첨가된 $^{13}C_{12}$ 동족체의 1차 또는 2차 선택 이온의 피크 면적
 C_n : 검량선 작성용 표준물질의 농도
 C_l : 검량선 작성용 표준물질에 첨가된 $^{13}C_{12}$ 동족체의 농도

4) 감응계수(Response Factor)

감응계수(RF)는 검량선 작성용 표준물질로부터 얻은 크로마토그램으로 내부 표준법에 따라 다음의 식으로부터 구한다. 5개 농도의 검량선 작성용 표준물질을 사용한 감응계수의 편차범위는 $\pm 35\%$ 이내이어야 한다.

$$RF = \frac{(A_{1s} + A_{2s})(C_{is})}{(A_{1is} + A_{2is})(C_s)}$$

- A_{1s}, A_{2s} : 검량선 작성용 표준물질의 1차 또는 2차 선택이온의 피크 면적
 A_{1is}, A_{2is} : 검량선 작성용 표준물질에 첨가된 회수율 측정용 표준물질의 1차 또는 2차 선택이온의 피크 면적
 C_s : 검량선 작성용 표준물질의 농도
 C_{is} : 검량선 작성용 표준물질에 첨가된 회수율 측정용 내부표준물질의 농도

5) 회수율 측정용 표준물질의 농도 및 회수율

시료에 첨가된 회수율 측정용 표준물질의 농도(C_l) 및 회수율은 다음 식에 의해 구한다.

$$C_1 \text{ (ng/g)} = \frac{(A_{1s} + A_{2s})(C_{is})}{(A_{1is} + A_{2is}) \times \text{RF}}$$

$$\text{회수율(\%)} = \frac{C_1 \text{ (ng/g)}}{C_{\text{spk}} \text{ (ng/g)}} \times 100$$

- A_{1s}, A_{2s} : 회수율 측정용 표준물질($^{13}\text{C}_{12}$ 동족체)의 1차 또는 2차 선택이온의 피크 면적
 A_{1is}, A_{2is} : 내부표준물질의 1차 또는 2차 선택이온의 피크 면적
 C_{is} : 내부표준물질의 농도
 RF : 반응계수
 C_1 : 검량선 작성용 표준물질에 첨가된 $^{13}\text{C}_{12}$ 동족체의 농도
 C_{spk} : 첨가한 회수율 측정용 표준물질의 농도

사. 정성시험

위의 조건으로 얻어진 크로마토그램상의 피크는 어떠한 측정조건에서도 표준용액 피크의 머무름 시간과 일치하여야 하며, 측정된 선택이온 2개의 이온세기 비율은 표 2~3에 나타난 이론값에 대하여 $\pm 15\%$ 이내이어야 한다. 단, 모든 신호 대 잡음(S/N)비는 2.5 보다 커야 하며, 정량용 $^{13}\text{C}_{12}$ 및 $^{37}\text{Cl}_4$ 의 경우는 10보다 커야 한다.

아. 정량시험

정성시험과 동일한 조건에서 얻어진 시험결과에 의해 검출된 각각의 다이옥신에 대해 이에 대응하는 검량용 $^{13}\text{C}_{12}$ 동족체 및 $^{37}\text{Cl}_4$ 동족체 표준물질로 상대 내부표준법으로 정량한다. 또한 회수율 측정용 표준물질 $^{37}\text{Cl}_4$ -2,3,7,8-TCDD와 $^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-TCDD 등 15종의 표준물질에 대한 농도를 절대 내부표준법으로 정량한다. 회수율 측정용 표준물질의 회수

율은 17% 이상 185% 이하이어야 하며, 정밀 회수용 표준물질의 회수율은 63% 이상 170% 이하이어야 한다.

1) 다이옥신 농도의 계산

시료 중 다이옥신 농도는 다음 식으로부터 구한다.

$$\text{다이옥신 농도 (pg/g fat)} = \frac{(A_{1n} + A_{2n})(C_l)}{(A_{1l} + A_{2l})(RR)} \times \frac{V_{ex}}{W_s} \times 1,000$$

A_{1n}, A_{2n} : 시료에 함유된 대상물질의 1차 또는 2차 선택이온의 피크 면적

A_{1l}, A_{2l} : A_{1n} 와 A_{2n} 에 대응하는 시료에 첨가된 $^{13}\text{C}_{12}$ 동족체 화합물의 1차 또는 2차 선택 이온의 피크 면적

C_l : 시료에 첨가된 $^{13}\text{C}_{12}$ 동족체 표준물질의 농도(pg/mL)

RR : 상대감응도

V_{ex} : 추출량(mL)

W_s : 조지방 함량(g)

2) 독성등가량(Toxic Equivalentents : TEQ)으로 환산

산출한 다이옥신 농도(ng/g fat)의 독성등가량 환산은 각 분석 대상 동족체에 표 4에 해당하는 독성등가계수(Toxic Equivalency Factors : TEFs)를 곱하여 이 합계를 독성등가량(pgTEQ/g fat)으로 한다.

표 1. 대상물질

PCDDs	대표적 이온 질량	PCDFs	대표적 이온 질량
2,3,7,8-TCDD	319.8965/321.8936	2,3,7,8-TCDF	303.9016/305.8987
1,2,3,7,8-PeCDD	355.8546/357.8517	1,2,3,7,8-PeCDF	339.8597/341.8568

1,2,3,4,7,8- HxCDD	389.8157/391.8127	2,3,4,7,8-PeCDF	339.8597/341.8568
1,2,3,6,7,8- HxCDD	389.8157/391.8127	1,2,3,4,7,8-HxCDF	373.8207/375.8178
1,2,3,7,8,9- HxCDD	389.8157/391.8127	1,2,3,6,7,8-HxCDF	373.8207/375.8178
1,2,3,4,6,7,8- HpCDD	423.7767/425.7737	1,2,3,7,8,9-HxCDF	373.8207/375.8178
1,2,3,4,6,7,8,9- OCDD	457.7377/459.7348	2,3,4,6,7,8-HxCDF	373.8207/375.8178
		1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	407.7818/409.7788
		1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	407.7818/409.7788
		1,2,3,4,6,7,8,9-OCDF	441.7428/443.7398

주2) 약어의 펼친 이름은 다음과 같음.

- PCDD = Polychlorodibenzo-*p*-dioxin
- PCDF = Polychlorodibenzofuran
- TCDD = Tetrachlorodibenzo-*p*-dioxin
- TCDF = Tetrachlorodibenzofuran
- PeCDD = Pentachlorodibenzo-*p*-dioxin
- PeCDF = Pentachlorodibenzofuran
- HxCDD = Hexachlorodibenzo-*p*-dioxin
- HxCDF = Hexachlorodibenzofuran
- HpCDD = Heptachlorodibenzo-*p*-dioxin
- HpCDF = Heptachlorodibenzofuran
- OCDD = Octachlorodibenzo-*p*-dioxin
- OCDF = Octachlorodibenzofuran

표 2. 염소 원자수에 의한 동족체 피크의 자연 존재비

	자연 존재비							
	M	M+2	M+4	M+6	M+8	M+10	M+12	M+14
4	76.5	100	48.7	10.5	0.9			
5	61.5	100	65.0	21.1	3.5	0.2		
6	51.2	100	81.2	35.2	8.5	1.1	0.06	
7	43.2	100	97.5	52.8	17.1	3.3	0.36	0.02
8	33.8	87.9	100.0	65.0	26.4	6.8	1.1	0.10

표 3. 염소원자에 따른 선택 이온의 이론적인 이론비

염소원자의 수	전하대 질량(m/z) 생성비	이론비	이론범위	
			최소	최대
4개 ¹⁾	$M/(M+2)$	0.77	0.65	0.89
5개	$(M+2)/(M+4)$	1.55	1.32	1.78
6개	$(M+2)/(M+4)$	1.24	1.05	1.43
6개 ²⁾	$M/(M+2)$	0.51	0.43	0.59
7개	$(M+2)/(M+4)$	1.05	0.88	1.20
7개 ³⁾	$M/(M+2)$	0.44	0.37	0.51
8개	$(M+2)/(M+4)$	0.89	0.76	1.02

1) : $^{37}\text{Cl}_4$ -2,3,7,8-TCDD 제외

2) : $^{13}\text{C}_{12}$ -HxCDF에 만 적용

3) : $^{13}\text{C}_{12}$ -HpCDF에 만 적용

표 4. 독성등가계수 (Toxic Equivalency Factors; WHO 2005 TEFs)

다이옥신	WHO 2005 TEF
2,3,7,8-TCDD	1
2,3,7,8-TCDF	0.1
1,2,3,7,8-PeCDD	1
1,2,3,7,8-PeCDF	0.03
2,3,4,7,8-PeCDF	0.3
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.1
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.1
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.1
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.1
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.1
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.1
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.01
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.01
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.01
OCDD	0.0003
OCDF	0.0003

제8. 9. 9.4 9.4.2를 다음과 같이 한다.

9.4.2 기체크로마토그래프/질량분석기에 의한 시험

가. 시험법 적용범위

어류 중의 폴리염화비페닐 7종 정량에 적용한다.

나. 분석원리

어류의 가식부를 취하여 속슬렛 추출장치에 넣고 조지방을 추출한 후

추출용액을 농축하고 다층 실리카겔 칼럼으로 정제하여 기체크로마토그래프/질량분석기로 폴리염화비페닐 7종을 분석한다.

다. 장치

기체크로마토그래프/질량분석기를 사용한다.

라. 시약 및 시액

- 1) 용매 : 잔류농약 분석용 또는 이와 동등 이상인 것.
- 2) 무수황산나트륨 : 특급이상(400°C에서 최소 1시간 이상 구운 것)
- 3) 다층 실리카겔 칼럼 : 안지름 25 mm, 길이 550 mm의 정제용 칼럼에 <그림 1>와 같이 아래부터 무수황산나트륨 1 g, 중성실리카겔 1 g, 염기성실리카겔 3 g, 중성실리카겔 1 g, 산성실리카겔 5 g, 중성실리카겔 2 g, 무수황산나트륨 2 g의 순서로 충전한 것 (또는 이와 동등 이상의 것)



- 무수황산나트륨 2 g
- 중성실리카겔 2 g
- 산성실리카겔 5 g
- 중성실리카겔 1 g
- 염기성실리카겔 3 g
- 중성실리카겔 1 g
- 무수황산나트륨 1 g

그림 1. 다층 실리카겔 칼럼

- 4) 중성 실리카겔 : 칼럼크로마토그래피용 실리카겔(100~200 mesh)을

유리칼럼에 채우고 메탄올, 헥산과 디클로로메탄으로 순으로 용리 세척하여 180°C에서 8시간 이상 가열한 후 데시케이터에서 방냉한다.

5) 산성 실리카겔(30%, g/g) : 중성 실리카겔 100 g에 진한 황산 44.0 g를 넣고 균일하게 혼합한다.

6) 염기성 실리카겔(23%, g/g) : 중성 실리카겔 100 g에 1N 수산화나트륨 30.0 g를 넣고 균일하게 혼합한다.

7) 추출용매 : 디클로로메탄:헥산(3 : 1, v/v)

※ 사용되는 시약 및 시액은 폴리염화비페닐 분석에 영향을 미치는 방해성분을 함유하지 않아야 하며, 차광용기를 사용한다.

8) 표준원액 : 폴리염화비페닐 7종 표준품을 노란에 녹여 1000 µg/mL 가 되게 한다<표 1>.

표 1. 분석대상 폴리염화비페닐(indicator PCBs 7종)의 표준물질

	동족체	BZ 번호*
3염화비페닐	2,4,4'-trichlorobiphenyl	28
4염화비페닐	2,2',5,5'-tetrachlorobiphenyl	52
5염화비페닐	2,2',4,5,5'-pentachlorobiphenyl	101
	2,3',4,4',5-pentachlorobiphenyl	118
6염화비페닐	2,2',3,4,4',5'-hexachlorobiphenyl	138
	2,2',4,4',5,5'-hexachlorobiphenyl	153
7염화비페닐	2,2',3,4,4',5,5'-heptachlorobiphenyl	180

* Ballschmitter and Zell 번호: PCBs의 각 페닐 고리의 염소 위치를 나타낸 번호

9) 내부표준원액 : $^{13}\text{C}_{12}$ 동족체로 된 폴리염화비페닐 7종의 내부 표준품을 노란에 녹여 $50 \mu\text{g}/\text{mL}$ 가 되게 한다.

10) 검량선 작성용 표준용액 : 표준원액과 내부표준원액에 노란을 가해 <표 2>와 같이 표준용액 5단계 이상의 농도 범위($0.01 \sim 0.5 \mu\text{g}/\text{mL}$)로 조제한 것을 사용한다. 단, 검량선 작성용 표준용액들은 직선성을 유지하여야 한다.

표 2. 폴리염화비페닐의 검량선 작성용 표준용액

(단위 : $\mu\text{g}/\text{mL}$)

표준액	BZ 번호	CS*	CS	CS	CS	CS
		0.01	0.05	0.1	0.2	0.5
3염화 비페닐	28	0.01	0.05	0.1	0.2	0.5
	28L*	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
4염화 비페닐	52	0.01	0.05	0.1	0.2	0.5
	52L*	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
5염화 비페닐	101	0.01	0.05	0.1	0.2	0.5
	118	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
	101L*	0.01	0.05	0.1	0.2	0.5
	118L*	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
6염화 비페닐	138	0.01	0.05	0.1	0.2	0.5
	153	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
	138L*	0.01	0.05	0.1	0.2	0.5
	153L*	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
7염화 비페닐	180	0.01	0.05	0.1	0.2	0.5
	180L*	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1

※ CS* : 검량선 작성용 표준용액 (Calibration Standard Solution)

※ L* : 동위원소로 치환된(Labeled Compound, $^{13}\text{C}_{12}$) 내부표준물질

마. 시험용액의 조제

1) 조지방 추출

어류 가식부의 균질화된 시료 약 10 g을 막자사발에 취한다. 무수황산나트륨을 가하여 막자로 저어 수분을 제거한 다음 속슬렛 추출장치용 원통형 여지로 옮긴다. 따로 시료를 넣지 않은 무수황산나트륨을 대조시료로 하여 속슬렛 추출장치용 원통형 여지에 넣고, 각각 동일한 농도의 내부표준첨가용액을 첨가 한 다음 속슬렛 추출장치를 이용하여 추출용매 300 mL로 18~24 시간 동안 시간당 3~4번의 환류속도로 추출한다. 추출액을 35°C 이하의 수욕상에서 10 mL까지 감압 농축한 후 질소농축기를 이용하여 농축한다.

2) 정제

유리솜이 들어있는 분액깔때기에 유리깔때기를 이용하여 무수황산나트륨 20 g을 넣은 다음 산성실리카겔 30 g을 넣어준다. 농축된 조지방을 헥산 3 mL로 용해한 다음 분액깔때기에 묻지 않도록 산성실리카겔 표면에 넓게 뿌려서 넣는다. 이러한 조작을 2회 반복한 다음 20 분간 정치시킨 후 헥산 150 mL로 용출한다. 따로 미리 제조된 다층실리카겔 칼럼을 헥산 100 mL로 활성화시킨 후 앞의 용출액을 가하고 헥산 200 mL로 용출한다. 이 용출액을 회전감압농축장치로 5 mL까지 농축하고 질소 농축기로 농축한 다음 최종 부피가 1 mL되도록 하여

이를 시험용액으로 한다.

바. 시험조작

1) 기체크로마토그래프의 조건

가) 칼럼 : DB-1 (60 m, 0.25 mm I.D., 0.25 μ m) 또는 이와 등등 이상의 것

나) 주입부온도 : 280°C

다) 오븐온도 : 초기 온도 100°C에서 15°C/분의 비율로 200°C까지 온도를 상승시켜 3분간 유지하고 2°C/분의 비율로 250°C까지 상승시켜 5분간 유지한 다음 5°C/분의 비율로 300°C까지 상승시켜 3분간 유지한다.

라) 운반기체(carrier gas) 및 유량 : 헬륨(1.0 mL/분)

마) 주입방법 : splitless

바) 주 입 량 : 1.0 μ L

2) 질량분석기의 조건

가) 이온화방법 : EI

나) 이온화전압 : 70 eV

다) 특성이온 : <표 3> 참조

표 3. 대상물질 및 이온세기의 이론비

동족체	BZ 번호	특성이온			이론비 (M ⁺ /(M+2) ⁺ 또는 (M+2) ⁺ /(M+4) ⁺)
		M ⁺	(M+2) ⁺	(M+4) ⁺	
3염화비페닐	28	256.0	258.0		1.02
	28L*	268.0	270.0		

4염화비페닐	52	289.9	291.9	0.77	
	52L*	301.9	303.9		
5염화비페닐	101		325.9	327.9	1.53
	118		325.9	327.9	
	101L*		337.9	339.9	
	118L*		337.9	339.9	
6염화비페닐	138		359.8	361.8	1.23
	153		359.8	361.8	
	138L*		371.8	373.8	
	153L*		371.8	373.8	
7염화비페닐	180		393.8	395.8	1.02
	180L*		405.8	407.8	

※ L* : 동위원소로 치환된(Labeled Compound, $^{13}\text{C}_{12}$) 내부표준물질

사. 정성시험

위의 조건에서 얻어진 시험용액의 크로마토그램상의 각 피크를 표준용액의 표준물질 및 내부표준물질의 피크의 머무름 시간과 비교할 때 일치하여야 하며, 측정된 선택 이온 2개의 이온세기 비율(M/M+2 혹은 M+2/M+4)은 <표 2>에 나타난 이론비에 대하여 $\pm 20\%$ 이내이어야 한다.

아. 정량시험

검량선 작성용 표준용액의 각각 표준물질의 피크면적(A_S)과 내부표준물질 피크면적(A_{IS})에 대한 비[A_S/A_{IS}]를 Y축으로 하고 표준물질의 농도를 X축으로 하여 검량곡선을 작성하고, 시험용액에서 얻어진 폴리염화비페닐의 피크면적과 내부표준물질의 면적비[A_{SAM}/A_{SAMIS}]를 Y축에 대입하여 각각의 폴리염화비페닐 농도를 계산한 후 7종의 폴리염화비페닐

7종의 합을 폴리염화비페닐 7종(indicator PCBs 7종) 농도로 한다.

$$\text{폴리염화비페닐 농도 (C, ng/g)} = P \times \frac{V}{M_s}$$

P : 검량선에서 구한 폴리염화비페닐 농도(ng/mL)

V : 최종부피(mL)

M_s : 시료 채취량(g)

$$\text{폴리염화비페닐 7종 농도 (ng/g)} = \sum C_i$$

C_i : i 동족체의 폴리염화비페닐의 농도

(i = PCB 28, 52, 101, 118, 138, 153, 180)

제8. 9. 9.5 9.5.2 가. 중 1)를 다음과 같이 한다.

1) 시험법 적용범위

식용유지(크릴유 제외)에 적용한다.

제8. 9. 9.5 9.5.2 가. 중 4)를 다음과 같이 한다.

4) 시약 및 시액

가) 용매 : 잔류농약시험용 또는 이와 동등한 것

나) 물 : 3차 증류수 또는 이와 동등한 것

다) 플로리실 또는 실리카 카트리지: 플로리실 또는 실리카 1 g을 함유한 SPE용 또는 이와 동등한 것

- 라) 막 여과지(membrane filter) : 수용성 폴리테트라플루오로에틸렌 또는 이와 동등한 것
- 마) 표준원액 : 벤조피렌 표준품을 아세토니트릴에 녹여 100 µg/mL로 한다.
- 바) 내부표준원액 : 3-메틸콜란트렌 표준품을 아세토니트릴에 녹여 100 µg/mL로 한다.
- 사) 표준용액 : 표준원액을 아세토니트릴을 사용하여 적당한 농도로 희석한다.
- 아) 내부표준용액 : 내부표준원액을 아세토니트릴을 사용하여 적당한 농도로 희석한다.
- 자) 기타시약 : 잔류농약시험용 또는 특급

제8. 9. 9.5 9.5.2 가. 5) 중 나)를 다음과 같이 한다.

나) 정제

카트리지는 미리 디클로로메탄 10 mL 및 헥산 20 mL를 초당 2~3방울의 속도로 유출시킨 후 사용한다. 이 카트리지에 위의 농축액을 1 mL/분의 속도로 가한다. 이어서 헥산 5 mL와 헥산/디클로로메탄 (3:1) 15 mL로 각각 용출시킨 후 이 용출액을 40°C 이하의 수욕상에서 질소가스 하에 날려 보낸 후 잔류물을 아세토니트릴에 녹여 전량을 1 mL로 하고 이를 0.5 µm 막 여과지(membrane filter)로 여과하여 시험용액으로 한다.

제8. 9. 9.5 9.5.2 나. 중 1)를 다음과 같이 한다.

1) 시험법 적용범위

식용유지(크릴유 제외)에 적용한다.

제8. 9. 9.5 9.5.2 나. 중 4)를 다음과 같이 한다.

4) 시약 및 시액

가) 용매 : 잔류농약시험용 또는 이와 동등한 것

나) 물 : 3차 증류수 또는 이와 동등한 것

다) 플로리실 또는 실리카 카트리지: 플로리실 또는 실리카 1 g을 함유한 SPE용 또는 이와 동등한 것

라) 막 여과지(membrane filter) : 수용성 폴리테트라플루오로에틸렌 또는 이와 동등한 것

마) 표준원액 : 벤조피렌 표준품을 디클로로메탄에 녹여 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 로 한다.

바) 내부표준원액 : 벤조피렌-d12 표준품을 디클로로메탄에 녹여 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 로 한다.

사) 표준용액 : 표준원액을 디클로로메탄을 사용하여 적당한 농도로 희석한다.

아) 내부표준용액 : 내부표준원액을 디클로로메탄을 사용하여 적당한 농도로 희석한다.

자) 기타시약 : 잔류농약시험용 또는 특급

제8. 9. 9.5 9.5.2 나. 5) 중 나)를 다음과 같이 한다.

나) 정제

카트리지는 미리 디클로로메탄 10 mL 및 헥산 20 mL를 초당 2~3방울의 속도로 유출시킨 후 사용한다. 이 카트리지에 위의 농축액을 넣고 헥산 5 mL와 헥산/디클로로메탄(3:1) 15 mL로 각각 용출시킨 후 이 용출액을 40°C 이하의 수욕상에서 질소가스 하에 날려 보낸 후 잔류물을 디클로로메탄에 녹여 전량을 200 μ L로 하고 이를 0.45 μ m 막 여과지(membrane filter)로 여과하여 시험용액으로 한다.

제8. 9. 9.5 9.5.2 나. 중 “(7) 정성시험”을 “7) 정성시험”으로 한다.

제8. 9. 9.5 9.5.2 나. 중 “(8) 정량시험”을 “8) 정량시험”으로 한다.

제8. 9. 9.5 9.5.4 중 “수산물 및 그 가공품, 혼제식육가공품 및 특수용도식품 중 벤조피렌”을 “수산물 및 그 가공품, 혼제식육가공품, 특수용도식품 및 크릴유 중 벤조피렌”으로 한다.

제8. 9. 9.5 9.5.4 중 가.를 다음과 같이 한다.

가. 시험법 적용범위

수산물 및 그 가공품, 혼제식육가공품, 특수용도식품 및 크릴유에 한한

다.

제8. 9. 중 9.17을 다음과 같이 한다.

9.17 테트라하이드로칸나비놀(δ -9-Tetrahydrocannabinol) 및 칸나비디올
(Cannabidiol) 시험법

가. 시험법 적용범위

대마씨앗, 대마씨유에 적용한다.

나. 분석원리

검체를 메탄올로 추출하고 여과하여 액체크로마토그래프/질량분석기로 분석한다.

다. 장치

액체크로마토그래프-질량분석기(LC-MS/MS)를 사용한다.

라. 시약 및 시액

- 1) 용매: 액체크로마토그래피용 또는 이와 동등한 것
- 2) 표준원액: CBD(Cannabidiol), THC((-) δ -9-Tetrahydrocannabinol)
표준품을 각각 메탄올에 녹여 100 mg/L가 되게 한다.
- 3) 표준용액: 표준원액을 무처리 시료 추출물을 이용하여 적당한 농도로 혼합, 희석한다(무처리 시료 추출물 90% 이상 포함).
- 4) 기타시약: 특급 또는 이와 동등한 것

마. 시험용액의 조제

검체를 균질화한 후 1 g에 메탄올 20 mL을 가하여 10분간 진탕한 후

10분간 초음파 추출한다. 이를 4℃, 4,000 G에서 10분간 원심분리하고 상등액을 멤브레인 필터(PTFE, 0.2 μm)로 여과한 후 시험용액으로 한다.

바. 시험조작

1) 액체크로마토그래프의 분석조건

가) 칼럼: C₁₈계 역상 칼럼 또는 이와 동등한 것

나) 칼럼 온도: 40℃

다) 이동상

(1) 이동상 A: 0.1% 포름산 함유 물

(2) 이동상 B: 0.1% 포름산 함유 아세토니트릴

(3) 농도구배조건

시간(분)	A(%)	B(%)
0.0	70	30
0.5	70	30
2.5	30	70
10	30	70
10.1	70	30
11.0	70	30

라) 이동상 유속: 0.4 mL/min

마) 주입량: 5 μL

2) 질량분석기 분석조건

가) 이온화 : ESI positive-ion mode

나) 분자량 범위 : 100 ~ 500 m/z

표. 액체크로마토그래프-질량분석기 분석을 위한 특성이온

분석성분 (Compound)	평균 분자량 (MW)	관측질량 (Exact mass)	선구이온 (Precursor ion, [M+H] ⁺ , <i>m/z</i>)	생성이온 (Product ion, <i>m/z</i>)	충돌에너지 (Collision energy, eV)
칸나비디올 (Cannabidiol)	314.5	314.20	315	193.1 ¹⁾	23
				259.2	20
테트라하이드로칸나비놀 (Tetrahydrocannabinol)	314.5	314.22	315	193.1 ¹⁾	25
				259.3	14

¹⁾ 정량이온이며, 그 외는 정성이온임.

※ 각 생성이온에 대한 질량분석기의 기기조건은 사용기기의 최적값으로 변경하여 사용할 수 있으며, 제시된 이외의 생성이온도 적용이 가능함.

3) 검량선의 작성

표준용액을 농도별로 일정량 취하여 액체크로마토그래프-질량분석기에 각각 주입하여 얻은 크로마토그램상의 피크 높이 또는 면적을 구하여 검량선을 작성한다.

4) 표준품의 크로마토그램

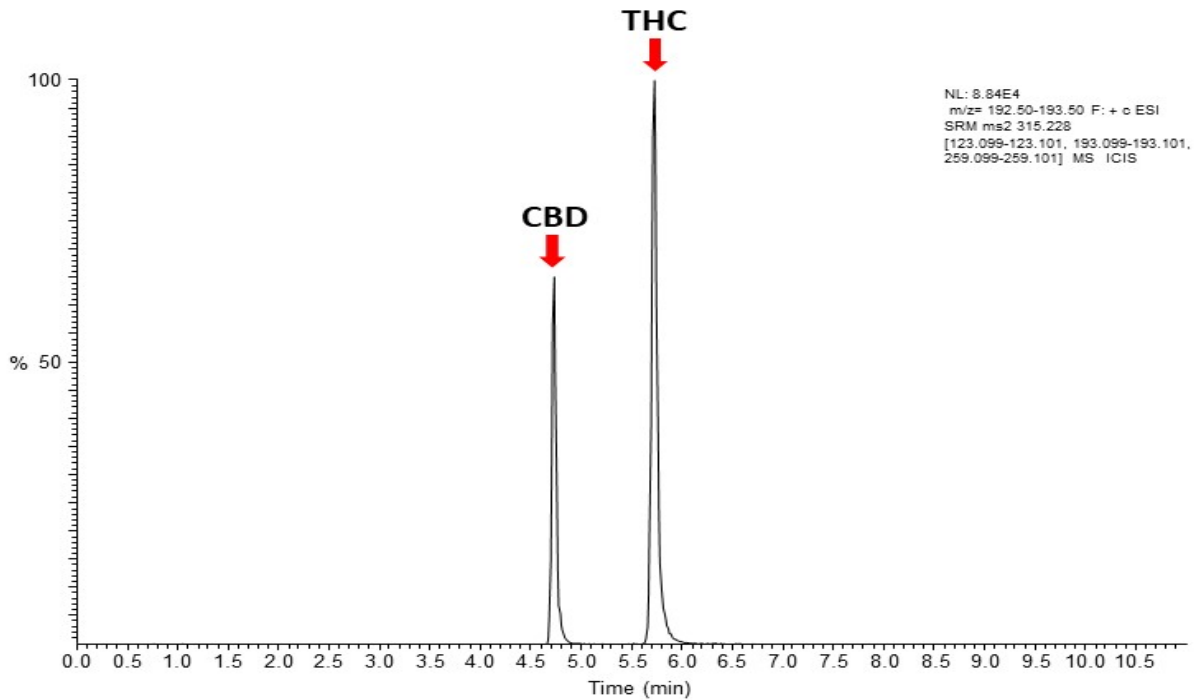


그림. 액체크로마토그래프-질량분석기에서 표준품의 크로마토그램
CBD(4.7분), THC(5.7분)

* 분석기기: LC(Thermo scientific[®] Accela), MS/MS(Thermo scientific[®] US/TSQ vantage), 칼럼(Waters XSelect[®] HSS C₁₈ SB, 2.1 mm I.D.× 100 mm L., 2.5 μm)

5) 정량한계 : 0.1 mg/kg

사. 정량시험

위 조건으로 얻어진 크로마토그램상의 피크가 표준용액 피크의 머무름 시간과 일치할 때 피크 높이 또는 면적을 검량선에 대입하여 정량

한다.

[별표 1] 1. 중 A가051100을 다음과 같이 한다.

A가051100	등근마	쓴감자마, Air Potato, 열매마	<i>Dioscorea bulbifera</i> L. / <i>Dioscorea sativa</i> L.	덩이뿌리, 주아
----------	-----	--------------------------	--	----------

[별표 1] 1. 중 A가060400을 다음과 같이 한다.

A가060400	마	참마, East Asian mountain yam	<i>Dioscorea batatas</i> Decaisne / <i>Dioscorea japonica</i> Thunberg / <i>Dioscorea pokystachya</i> / <i>Dioscorea opposita</i>	뿌리, 뿌리줄기※ (산약), 주아(영여자)
----------	---	--------------------------------	---	----------------------------

[별표 1] 1. 중 A가075800을 다음과 같이 한다.

A가075800	바닐라	타히티, Vanilla Orchid	<i>Vanilla planifolia</i> G. Jackson / <i>Vanilla tahitensis</i>	열매(씨 포함)
----------	-----	---------------------	--	----------

[별표 1] 1. 중 A가083100을 다음과 같이 한다.

A가083100	벼	쌀, 현미, 백미, 미강, Rice	<i>Oryza sativa</i> / <i>Oryza glaberrima</i>	씨앗, 겨(왕겨 제외), 순
----------	---	---------------------	---	--------------------

[별표 1] 1. 중 A가102200을 다음과 같이 한다.

A가102200	석류나무	Dwarf Pomegranate	<i>Punica granatum</i> L. / <i>Punica florida</i> Salisb.	열매(열매껍질 제외)
----------	------	-------------------	---	-------------

[별표 1] 1. 중 A가124700을 다음과 같이 한다.

A가124700	여두	취눈이콩, 서목태, 약콩	<i>Rhynchosia volubilis</i>	열매
----------	----	---------------	-----------------------------	----

[별표 1] 1. 중 A가130100을 다음과 같이 한다.

A가130100	왕느릅나무	유백피, 큰잎느릅나무, Large-fruit elm	<i>Ulmus macrocarpa</i> Hance	나무껍질※ (유백피, 유근피)
----------	-------	---------------------------------	-------------------------------	---------------------

[별표 1] 1. 중 A가178300을 다음과 같이 한다.

A가178300	풍선난초	풍선란, 주걱난초, 애기숙갈난초, Calypso Orchid, Fairyslipper Orchid, Fairy-slipper orchid	<i>Calypso bulbosa</i> (L.) / <i>Calypso borealis</i> Salisb.	덩이줄기
----------	------	--	---	------

[별표 1] 1. 중 A가184000을 다음과 같이 한다.

A가184000	호리병박	박, 바가지, 바가지박, Bottle gourd, calabash, Yuugao, White-flowered gourd, Calabash	<i>Lagenaria leucantha</i> Rusby / <i>Lagenaria siceraria</i> (Molina) Standl. / <i>Lagenaria leucantha</i> var. <i>depressa</i> H. Hara	열매
----------	------	---	--	----

[별표 1] 1. 중 A나014100을 다음과 같이 한다.

A나014100	감장북방대합	Stimpson's mactra	<i>Spisula polynyma</i> / <i>Mactromeris polynyma</i>	-
----------	--------	-------------------	---	---

[별표 1] 1. 중 A나033150을 다음과 같이 신설한다.

A나033150	매오징어	Sparking enope squid	<i>Watasenia scintillans</i>	-
----------	------	----------------------	------------------------------	---

[별표 1] 1. 중 A나055900을 다음과 같이 한다.

A나055900	식용달팽이	-	<i>Helix pomatia</i> / <i>Nesiohelix samarangae</i> / <i>Achatina fulica</i> (Bowdich) Achatinidae / <i>Helix lucorum</i>	-
----------	-------	---	---	---

[별표 1] 1. 중 A나057700을 다음과 같이 한다.

A나057700	아귀	Blackmouth angler, Blackmouth goosefish	<i>Lophiomus setigerus</i> / <i>Lophius gastrophysus</i>	-
----------	----	--	--	---

[별표 1] 1. 중 A나092950을 다음과 같이 신설한다.

A나092950	Japanese sea cucumber	-	<i>Stichopus japonicus</i> / <i>Apostichopus japonicus</i>	-
----------	--------------------------	---	--	---

[별표 2] 1. 중 B가006950을 다음과 같이 신설한다.

B가006950	석류나무	Dwarf Pomegranate	<i>Punica granatum</i> L. / <i>Punica florida</i> Salisb.	씨앗	어린이 제품에 사용하여서는 아니됨
----------	------	-------------------	--	----	--------------------------

[별표 2] 1. 중 B가007300을 다음과 같이 한다.

B가007300	소나무	Korean red pine	<i>Pinus densiflora</i> Sieb & Zucc. / <i>Pinus sylvestris</i> L.	뿌리, 솔방울	솔방울은 주류(일반 증류주)의 원료에 한함
----------	-----	-----------------	--	---------	-------------------------------

[별표 2] 1. 중 B가008700을 다음과 같이 한다.

B가008700	웃나무	칠목	<i>Rhus verniciflua</i> Stokes	줄기, 가지	동 공전 제2, 1, 1), (10) 웃나무의 사용기준에 따름
----------	-----	----	--------------------------------	--------	--

[별표 2] 1. 중 B다001700을 삭제한다.

[별표 2] 1. 중 B다001800을 삭제한다.

[별표 2] 1. 중 B다001900을 다음과 같이 한다.

B다001900	<i>Monascus purpureus</i>	<i>Monascus anka</i>	<i>Monascus purpureus</i>	주류 제조, 홍국쌀등 곡류 제조, 콩껍질(두피)에 접종하여 발효에 한함
----------	---------------------------	----------------------	---------------------------	---

[별표 2] 1. 중 B다002000을 다음과 같이 한다.

B다002000	<i>Monascus ruber</i>	<i>Monascus pilosus</i> <i>Monascus fuliginosis</i> , <i>Monascus vitreus</i> ,	<i>Monascus ruber</i>	주류 제조, 홍국쌀등 곡류 제조, 콩껍질(두피)에 접종하여 발효에 한함
----------	-----------------------	---	-----------------------	---

[별표 4] (1) 이미녹타딘(Iminoctadine) 중 “고구마 0.05^T”를 “고구마 0.05”로 한다.

[별표 4] (3) 글리포세이트(Glyphosate) 중 다음 항목을 신설한다.

차 0.8[†]

[별표 4] (9) 델타메트린(Deltamethrin) 중 “토란 0.05^T”를 “토란 0.05”로 한

다.

[별표 4] (21) 디클로르보스(Dichlorvos) 중 “표고버섯 0.05^T”를 “표고버섯 0.05”로 하고, 다음 항목을 각각 신설한다.

가지	0.05
무(뿌리)	0.05
부추	0.05
브로콜리	0.3
순무	0.05
시금치	1.0

[별표 4] (29) 디플루벤주론(Diflubenzuron) 중 “팥콩 1.0”을 “팥콩 2.0”으로 하고, 다음 항목을 각각 신설한다.

건삼	0.5
복분자	1.0
수삼	0.2
키위	0.5

[별표 4] (31) 마이클로뷰타닐(Myclobutanil) 중 다음 항목을 각각 신설한다.

귀리	0.5
----	-----

메밀	0.15
----	------

[별표 4] (46) 메틸브로마이드(Methyl bromide) 중 “체리 20^T”을 삭제하고, 다음 항목을 신설한다.

핵과류	20 [†]
-----	-----------------

[별표 4] (50) 베나락실(Benalaxyl) 중 다음 항목을 각각 신설한다.

갓	0.05
---	------

고들빼기	0.05
------	------

들깻잎	0.05
-----	------

파	0.05
---	------

[별표 4] (54) 벤타존(Bentazone) 중 다음 항목을 각각 신설한다.

들깨	0.05
----	------

팥콩	0.05
----	------

[별표 4] (55) 뷰프로페진(Buprofezin) 중 다음 항목을 각각 신설한다.

대두	0.05
----	------

양파	0.05
----	------

팥콩	0.7
----	-----

[별표 4] (59) 비터타놀(Bitertanol) 중 “블루베리 1.0^T”을 “블루베리 2.0”으로 한다.

[별표 4] (61) 비펜트린(Bifenthrin) 중 “복분자 0.3^T”을 “복분자 0.3”으로 하고, “아로니아 0.3^T”을 “아로니아 0.5”로 하며, “표고버섯 0.05^T”를 “표고버섯 0.05”로 한다.

[별표 4] (66) 사이퍼메트린(Cypermethrin) 중 “대두 0.05^T”를 “대두 0.05”로 하고, 다음 항목을 신설한다.

꽃콩	0.07
----	------

[별표 4] (67) 사이플루트린(Cyfluthrin) 중 다음 항목을 신설한다.

아로니아	2.0
------	-----

[별표 4] (68) 사이할로트린(Cyhalothrin) 중 다음 항목을 신설한다.

아로니아	2.0
------	-----

[별표 4] (78) 알라클로르(Alachlor) 중 “배추 0.05^T”를 “배추 0.05”로 하고, 다음 항목을 각각 신설한다.

양배추	0.05
-----	------

엇갈이배추	0.05
-------	------

[별표 4] (85) 에토펜프록스(Etofenprox) 중 “시금치 0.5”를 삭제하고, “아로니아 1.0^T”을 “아로니아 15”로 한다.

[별표 4] (86) 에토프로포스(Ethoprophos) 중 “더덕 0.05^T”를 “더덕 0.05”로 하고, “생강 0.02^T”를 “생강 0.05”로 하며, “셀러리 0.05^T”를 “셀러리 0.05”로 하고, “수수 0.005^T”를 “수수 0.05”로 하며, “아스파라거스 0.05^T”를 “아스파라거스 0.05”로 하고, “참나물 0.05^T”를 “참나물 0.05”로 한다.

[별표 4] (99) 이사-디(2,4-D, 2,4-dichlorophenoxyacetic acid) 중 다음 항목을 신설한다.

율무	0.05
----	------

[별표 4] (110) 카두사포스(Cadusafos) 중 “더덕 0.05^T”를 “더덕 0.05”로 하고, “오미자 0.05^T”를 “오미자 0.05”로 하며, 다음 항목을 각각 신설한다.

들깨	0.05
----	------

오미자(건조)	0.05
---------	------

[별표 4] (112) 카벤다짐(Carbendazim) 중 “구기자 2.0^T”을 “구기자 2.0”으로 하고, “마 0.05^T”를 “마 0.05”로 하며, “아스파라거스 0.2^T”를 “아스파라거스 0.7”로 하고, “조 0.05^T”를 “조 0.7”로 하며, 다음 항목을 각각 신설한다.

구기자(건조)	2.0
마(건조)	0.05

[별표 4] (114) 카보퓨란(Carbofuran) 중 다음 항목을 신설한다.

팻콩	0.05
----	------

[별표 4] (116) 카탑(Cartap) 중 “녹두 0.05^T”를 “녹두 0.05”로 하고, “팻 0.05^T”를 “팻 0.05”로 하며, “무(뿌리) 1.0^T”을 “무(뿌리) 1.0”으로 하고, “무(잎) 1.0^T”을 “무(잎) 10”으로 하며, 다음 항목을 각각 신설한다.

강낭콩	0.05
당근	0.05
대두	0.05
동부	0.05
부추	1.5
브로콜리	0.3
완두	0.05
팻콩	2.0
호박	0.07
호박잎	3.0

[별표 4] (118) 캡탄(Captan) 중 “자두 5.0^T”을 “자두 5.0”으로 한다.

[별표 4] (133) 테부코나졸(Tebuconazole) 중 “녹두 0.05^T”를 “녹두 0.2”로 하고, “복분자 0.5^T”를 “복분자 1.0”으로 하며, “우엉 0.05^T”를 “우엉 0.07”로 하고, 다음 항목을 신설한다.

우엉(잎)	5.0
-------	-----

[별표 4] (135) 터부포스(Terbufos) 중 다음 항목을 각각 신설한다.

다채	0.2
----	-----

청경채	0.3
-----	-----

[별표 4] (146) 트리클로피르(Triclopyr) 중 다음 항목을 각각 신설한다.

배	0.05
---	------

복숭아	0.05
-----	------

[별표 4] (149) 트리플루미졸(Triflumizole) 중 다음 항목을 신설한다.

꽃콩	0.05
----	------

[별표 4] (161) 페녹사프로프-에틸(Fenoxaprop-ethyl) 중 다음 항목을 신설한다.

들깨	0.05
----	------

[별표 4] (162) 페니트로티온(Fenitrothion) 중 “호프 0.05^T”를 “호프 30”으로 한다.

[별표 4] (170) 펜토에이트(Phenthoate) 중 “복분자 0.5^T”를 “복분자 1.0”으로 하고, “아로니아 0.5^T”를 “아로니아 3.0”으로 한다.

[별표 4] (171) 펜프로파트린(Fenpropathrin) 중 “갯기름나물 5.0^T”을 “갯기름나물 5.0”으로 한다.

[별표 4] (173) 포레이트(Phorate) 중 “콜라비 0.05^T”를 “콜라비 0.05”로 한다.

[별표 4] (178) 폭심(Phoxim) 중 다음 항목을 각각 신설한다.

건삼	2.0
고구마	0.05
고구마줄기	0.05
수삼	0.7

[별표 4] (179) 폴펫(Folpet) 중 “체리 2.0^T”을 “체리 3.0”으로 하고, 다음 항목을 각각 신설한다.

대추	3.0
----	-----

대추(건조) 5.0

[별표 4] (183) 플루아지포프-뷰틸(Fluazifop-butyl) 중 “취나물 0.05^T”를 “취나물 0.05”로 하고, 다음 항목을 각각 신설한다.

산마늘잎 1.0

생강 0.05

[별표 4] (192) 프로피코나졸(Propiconazole) 중 “땅콩 0.05^T”를 “땅콩 0.05”로 한다.

[별표 4] (200) 헥사코나졸(Hexaconazole) 중 “귀리 0.2^T”를 “귀리 0.2”로 하고, “마 0.05^T”를 “마 0.05”로 하며, “생강 0.05^T”를 “생강 0.3”으로 하고, 다음 항목을 각각 신설한다.

당귀(잎) 2.0

마(건조) 0.05

엇갈이배추 0.05

배추 0.05

쑥 2.0

우엉 0.05

[별표 4] (201) 헥시티아족스(Hexythiazox) 중 “갯기름나물 5.0^T”을 “갯기름나

물 5.0”으로 한다.

[별표 4] (206) 클로르페나피르(Chlorfenapyr) 중 “고구마 0.05^T”를 “고구마 0.05”로 하고, “녹두 0.05^T”를 “녹두 0.05”로 하며, “대두 0.05^T”를 “대두 0.05”로 하고, “땅콩 0.05^T”를 “땅콩 0.05”로 하며, “팥콩 0.5^T”를 “팥콩 2.0”으로 하고, 다음 항목을 각각 신설한다.

강낭콩	0.05
동부	0.05
완두	0.05

[별표 4] (207) 테부페노자이드(Tebufenozide) 중 “앵두 1.0^T”을 “앵두 2.0”으로 한다.

[별표 4] (208) 테부펜피라드(Tebufenpyrad) 중 “토란 0.05^T”를 “토란 0.05”로 한다.

[별표 4] (212) 플루페녹수론(Flufenoxuron) 중 “브로콜리 0.07”을 “브로콜리 0.1”로 하고, “토란 0.05^T”를 “토란 0.05”로 하며, 다음 항목을 신설한다.

토마토	0.05
-----	------

[별표 4] (215) 피프로닐(Fipronil) 중 다음 항목을 신설한다.

고구마줄기 0.05

[별표 4] (218) 디메토모르프(Dimethomorph) 중 “녹두 0.05^T”를 “녹두 0.5”로 하고, “도라지 0.05^T”를 “도라지 0.05”로 하며, 다음 항목을 각각 신설한다.

귀리 0.5

밀 0.2

[별표 4] (221) 디티아논(Dithianon) 중 “녹두 0.05^T”를 “녹두 0.2”로 한다.

[별표 4] (225) 사이프로디닐(Cyprodinil) 중 “아로니아 1.0^T”을 “아로니아 7.0”으로 하고, “복분자 1.0^T”을 “복분자 10[†]”으로 하며, 다음 항목을 각각 신설한다.

강낭콩 0.2[†]

완두 0.3[†]

[별표 4] (227) 아세타미프리드(Acetamiprid) 중 다음 항목을 신설한다.

잣 0.5

[별표 4] (228) 아зок시스트로빈(Azoxystrobin) 중 “사탕무 0.1^T”을 “사탕무 4.0[†]”으로 하고, “크랜베리 0.5^T”를 “크랜베리 0.5[†]”로 하며, “홍화씨 0.1^T”을 “홍화씨 0.2”로 하고, 다음 항목을 신설한다.

귀리 0.3

[별표 4] (230) 크레속심메틸(Kresoxim-methyl) 중 “블루베리 1.0^T”을 “블루베리 2.0”으로 한다.

[별표 4] (231) 클로르플루아주론(Chlorfluazuron) 중 “땅콩 0.05^T”를 “땅콩 0.05”로 하고, 다음 항목을 신설한다.

앵두 0.4

[별표 4] (233) 펜사이큐론(Pencycuron) 중 다음 항목을 각각 신설한다.

도라지 0.05

우엉 0.05

참나물 30

[별표 4] (234) 펜피록시메이트(Fenpyroximate) 중 “대추 0.1^T”을 “대추 1.0”으로 하고, “살구 0.1^T”을 “살구 0.6”으로 하며, 다음 항목을 각각 신설한다.

대추(건조) 1.5

매실 0.6

아로니아 0.3

[별표 4] (235) 포스티아제이트(Fosthiazate) 중 “더덕 0.05^T”를 “더덕 0.05”로

하고, “무(뿌리) 0.05^T”를 “무(뿌리) 0.05”로 한다.

[별표 4] (237) 피메트로진(Pymetrozine) 중 “토란(줄기) 0.05^T”를 “토란(줄기) 0.1”로 한다.

[별표 4] (238) 플루디옥소닐(Fludioxonil) 중 “복분자 2.0”을 “복분자 5.0[†]”으로 하고, 다음 항목을 각각 신설한다.

도라지	2.0
배추	3.0
사탕무	4.0 [†]
엇갈이배추	7.0
완두	0.3 [†]

[별표 4] (239) 플루아지남(Fluazinam) 중 “녹두 0.07^T”을 “녹두 0.1”로 하고, “참나물 0.05^T”를 “참나물 30”으로 하며, 다음 항목을 각각 신설한다.

우엉	0.05
우엉잎	3.0

[별표 4] (248) 아바멕틴(Abamectin) 중 다음 항목을 신설한다.

망고	0.05
----	------

[별표 4] (249) 에마멕틴 벤조에이트(Emamectin benzoate) 중 “땅콩 0.05^T”를 “땅콩 0.05”로 하고, “토란 0.05^T”를 “토란 0.05”로 하며, 다음 항목을 각각 신설한다.

잣	0.05
토란(줄기)	0.2

[별표 4] (251) 에톡사졸(Etoxazole) 중 “들깨잎 0.1^T”을 “들깨잎 7.0”으로 한다.

[별표 4] (253) 이미벤코나졸(Imibenconazole) 중 다음 항목을 각각 신설한다.

감	0.5
배	0.1

[별표 4] (259) 피리메타닐(Pyrimethanil) 중 다음 항목을 각각 신설한다.

갯기름나물	20
고수(잎)	2.0
방아잎	20
상추	30
섬쭈부쟁이	20
쭈갓	20
아욱	20
양배추	1.0

[별표 4] (265) 디메테나미드(Dimethenamid) 중 “호프 0.05^T”를 “호프 0.05[†]”로 한다.

[별표 4] (273) 밀베멕틴(Milbemectin) 중 “블루베리 0.05^T”를 “블루베리 0.05”로 하고, “아로니아 0.05^T”를 “아로니아 0.05”로 하며, 다음 항목을 각각 신설한다.

매실	0.2
살구	0.2
자두	0.2
잣	0.05

[별표 4] (275) 뷰타클로르(Butachlor) 중 다음 항목을 각각 신설한다.

배추	0.05
양배추	0.05
엇갈이배추	0.05

[별표 4] (283) 아시벤졸라-에스-메틸(Acibenzolar-S-methyl) 중 “대추 0.2^T”를 “대추 0.2”로 하고, 다음 항목을 각각 신설한다.

대추(건조)	0.3
체리	0.07

[별표 4] (286) 에트리디아졸(Etridiazole) 중 다음 항목을 신설한다.

비름나물	0.05
------	------

[별표 4] (290) 인독사카브(Indoxacarb) 중 “땅콩 0.02^T”를 “땅콩 0.05”로 하고, “무(잎) 3.0”을 “무(잎) 7.0”으로 하며, “표고버섯 0.05^T”를 “표고버섯 0.2”로 한다.

[별표 4] (299) 티플루자마이드(Thifluzamide) 중 “생강 0.05^T”를 “생강 0.2”로 하고, 다음 항목을 각각 신설한다.

도라지	0.07
-----	------

우엉	0.05
----	------

[별표 4] (301) 펜헥사미드(Fenhexamid) 중 다음 항목을 신설한다.

양배추	1.0
-----	-----

[별표 4] (308) 플루설파마이드(Flusulfamide) 중 다음 항목을 각각 신설한다.

감자	0.05
----	------

갯	0.05
---	------

무(뿌리)	0.05
-------	------

무(잎)	0.05
------	------

브로콜리	0.05
양배추	0.05
청경채	0.05
케일	0.05
콜라비	0.05

[별표 4] (309) 플루톨라닐(Flutolanil) 중 다음 항목을 각각 신설한다.

도라지	0.05
배추	0.5
엇갈이배추	1.5

[별표 4] (321) 디노테퓨란(Dinotefuran) 중 “고구마줄기 0.05^T”를 “고구마줄기 0.05”로 하고, “딸기 2.0”을 “딸기 3.0”으로 하며, “무(잎) 0.7”을 “무(잎) 1.5”로 하고, “풋마늘 0.05”를 “풋마늘 0.7”로 하며, 다음 항목을 각각 신설한다.

신선초	10
유채	10

[별표 4] (323) 보스칼리드(Boscalid) 중 “대두 0.05^T”를 “대두 0.05”로 하고, “브로콜리 0.05^T”를 “브로콜리 0.05”로 하며, “비트(뿌리) 0.05^T”를 “비트(뿌리) 0.3”으로 하고, “비트(잎) 0.3^T”을 “비트(잎) 3.0”으로 하며, “아로니아 5.0^T”을 “아로니아 10”으로 하고, “양배추 0.05^T”를 “양배추 0.05”로 하며, 다음 항목을 각각 신설한다.

땅콩	0.05
루꼴라	0.05
순무유채	0.05
신선초	0.05
우영	0.05
우영잎	0.05

[별표 4] (325) 사이아조파미드(Cyazofamid) 중 “토마토 0.5”를 “토마토 2.0”으로 하고, 다음 항목을 각각 신설한다.

부추	10
사과	0.7
호박	0.05

[별표 4] (326) 아세퀴노실(Acequinocyl) 중 다음 항목을 신설한다.

들깨	0.3
----	-----

[별표 4] (332) 클로티아니딘(Clothianidin) 중 “도라지 0.05^T”를 “도라지 0.07”로 한다.

[별표 4] (333) 테부피림포스(Tebupirimfos) 중 “다채 0.05^T”를 “다채 0.05”로 하고, “청경채 0.05^T”를 “청경채 0.05”로 한다.

[별표 4] (335) 트리플록시스트로빈(Trifloxystrobin) 중 “아로니아 0.7^T”을 “아로니아 2.0”으로 하고, 다음 항목을 신설한다.

생강	0.2
----	-----

[별표 4] (345) 피라클로스트로빈(Pyraclostrobin) 중 “녹두 0.05^T”를 “녹두 0.05”로 하고, 다음 항목을 각각 신설한다.

고수(잎)	3.0
-------	-----

쌀	0.05
---	------

[별표 4] (349) 노발루론(Novaluron) 중 “수삼 0.05^T”를 “수삼 0.5”로 하고, 다음 항목을 신설한다.

건삼	1.5
----	-----

[별표 4] (352) 메톡시페노자이드(Methoxyfenozide) 중 “아로니아 0.5^T”를 “아로니아 1.5”로 하고, 다음 항목을 각각 신설한다.

도라지	0.05
-----	------

들깨	0.3
----	-----

우엉	0.07
----	------

[별표 4] (353) 메트코나졸(Metconazole) 중 “키위 0.7^T”을 “키위 1.5”로 하고, 다음

항목을 각각 신설한다.

도라지	0.05
우엉	0.05

[별표 4] (357) 디티오카바메이트(Dithiocarbamates) 중 “녹두 0.05^T”를 “녹두 0.05”로 하고, “무(잎) 5.0^T”을 “무(잎) 15”로 하며, “양배추 2.0^T”을 “양배추 3.0”으로 하고, “우엉(잎) 5.0^T”을 “우엉(잎) 5.0”으로 하며, 다음 항목을 각각 신설한다.

브로콜리	5.0
아스파라거스	0.5
키위	3.0

[별표 4] (370) 벤티아발리카브아이소프로필(Benthiavalicarb-isopropyl) 중 “복분자 0.1^T”을 “복분자 0.3”으로 하고, “콜라비 0.05^T”를 “콜라비 0.2”로 하며, 다음 항목을 각각 신설한다.

부추	0.3
파	0.05

[별표 4] (380) 피리달릴(Pyridalyl) 중 “땅콩 0.05^T”를 “땅콩 0.05”로 하고, 다음 항목을 각각 신설한다.

감	0.1
호박	0.2

[별표 4] (381) 육-비에이(Benzyladenine, 6-Benzyl aminopurine) 중 다음 항목을 각각 신설한다.

대추	0.05
대추(건조)	0.05

[별표 4] (384) 사이플루페나미드(Cyflufenamid) 중 다음 항목을 각각 신설한다.

당귀(잎)	10
쭈	5.0

[별표 4] (386) 플로니카미드(Flonicamid) 중 “감 0.3”을 “감 1.0”으로 하고, 다음 항목을 신설한다.

팥	0.1
---	-----

[별표 4] (393) 메트알데하이드(Metaldehyde) 중 “더덕 0.05^T”를 “더덕 0.2”로 하고, “땅콩 0.05^T”를 “땅콩 0.05”로 하며, “생강 0.05^T”를 “생강 0.2”로 하고, 다음 항목을 각각 신설한다.

갯기름나물	1.0
무(뿌리)	0.05
참나물	0.05
취나물	0.5

[별표 4] (395) 플루오피콜라이드(Fluopicolide) 중 “토마토 0.2”를 “토마토 1.5”로 하고, 다음 항목을 각각 신설한다.

사과	0.5
파	1.5

[별표 4] (399) 사이플루메토펜(Cyflumetofen) 중 “아로니아 0.6^T”을 “아로니아 1.0”으로 하고, “토란(줄기) 0.2^T”를 “토란(줄기) 0.5”로 하며, 다음 항목을 신설한다.

블루베리	1.0
------	-----

[별표 4] (403) 메타플루미존(Metaflumizone) 중 “녹두 0.05^T”를 “녹두 0.2”로 하고, “대두 0.05”를 “대두 0.2[†]”로 하며, “커피원두 0.05^T”를 “커피원두 0.1[†]”로 하고, 다음 항목을 신설한다.

달래	5.0
----	-----

[별표 4] (404) 메트라페논(Metrafenone) 중 “오미자 0.3^T”을 “오미자 0.7”로 하고, 다음 항목을 신설한다.

오미자(건조)	5.0
---------	-----

[별표 4] (405) 시아에노피라펜(Cyenopyrafen) 중 “유자 0.5^T”를 “유자 0.5”로 하고, “토란 0.05^T”를 “토란 0.05”로 하며, “토란(줄기) 0.05^T”를 “토란(줄

기) 0.05”로 한다.

[별표 4] (408) 스피네토람(Spinetoram) 중 “느타리버섯 0.05^T”를 “느타리버섯 0.05”로 하고, “토란 0.05^T”를 “토란 0.05”로 한다.

[별표 4] (416) 클로란트라닐리프롤(Chlorantraniliprole) 중 “고구마 0.05^T”를 “고구마 0.05”로 하고, “녹두 0.05^T”를 “녹두 0.05”로 하며, “수수 0.05^T”를 “수수 3.0”으로 하고, 다음 항목을 각각 신설한다.

강낭콩	0.05
고구마줄기	0.2
동부	0.05
오미자(건조)	1.5
완두	0.05
팥콩	1.0

[별표 4] (422) 펜티오피라드(Penthiopyrad) 중 “오미자 0.2^T”를 “오미자 0.5”로 하고, “콜라비 0.3^T”을 “콜라비 1.0”으로 하며, 다음 항목을 각각 신설한다.

귀리	0.2
도라지	0.05
메밀	1.0
방아잎	15

오미자(건조) 1.5

[별표 4] (423) 피콕시스트로빈(Picoxystrobin) 중 다음 항목을 각각 신설한다.

고수(잎) 5.0

복분자 2.0

[별표 4] (424) 피리플루퀴나존(Pyrifluquinazon) 중 “고수(잎) 0.05^T”를 “고수(잎) 0.2”로 하고, “옥수수 0.05^T”를 “옥수수 0.05”로 하며, “토란 0.05^T”를 “토란 0.05”로 하고, “토란(줄기) 0.05^T”를 “토란(줄기) 0.05”로 하며, 다음 항목을 각각 신설한다.

꾸지뽕(열매) 0.05

꾸지뽕(잎) 0.05

[별표 4] (427) 이미시아포스(Imicyafos) 중 “더덕 0.05^T”를 “더덕 0.05”로 한다.

[별표 4] (428) 플루오피람(Fluopyram) 중 “수삼 0.07^T”을 “수삼 0.7”로 하고, 다음 항목을 각각 신설한다.

건삼 3.0

배추 0.05

[별표 4] (430) 설펍사플로르(Sulfoxaflor) 중 “도라지 0.05^T”를 “도라지 0.05”로 하고, 다음 항목을 각각 신설한다.

들깨	0.2
토란	0.05

[별표 4] (431) 아이소피라잠(Isopyrazam) 중 다음 항목을 각각 신설한다.

배추	0.2
엇갈이배추	0.5

[별표 4] (433) 사이안트라닐리프롤(Cyantraniliprole) 중 “고구마 0.05^T”를 “고구마 0.05”로 하고, “살구 0.5^T”를 “살구 0.5”로 하며, “토란 0.05^T”를 “토란 0.05”로 하고, 다음 항목을 신설한다.

포도	1.0
----	-----

[별표 4] (435) 펜피라자민(Fenpyrazamine) 중 다음 항목을 신설한다.

양배추	1.5
-----	-----

[별표 4] (436) 플루티아닐(Flutianil) 중 다음 항목을 각각 신설한다.

배추	0.3
비트(뿌리)	0.05
비트(잎)	1.5

[별표 4] (437) 플룩사피록사드(Fluxapyroxad) 중 “유채씨 0.8[†]”을 삭제하고,

“배추 0.05”를 “배추 1.0”으로 하며, “엇갈이배추 0.05”를 “엇갈이배추 3.0”으로 하고, “과 2.0”을 “과 3.0”으로 하며, 다음 항목을 각각 신설한다.

유지종실류	0.8 [†]
키위	2.0
꽃콩	0.15

[별표 4] (441) 피리벤카브(Pyribencarb) 중 “참외 0.07”을 “참외 0.7”로 하고, 다음 항목을 신설한다.

고수(잎)	5.0
-------	-----

[별표 4] (442) 플루피라디퓨론(Flupyradifurone) 중 “토란 0.05^T”를 “토란 0.05”로 하고, 다음 항목을 각각 신설한다.

꾸지뽕(열매)	0.5
꾸지뽕(잎)	10

[별표 4] (450) 발리페날레이트(Valifenalate) 중 “썩갓 1.0^T”을 “썩갓 10”으로 하고, 다음 항목을 각각 신설한다.

갓	10
고들빼기	10
냉이	10
들깻잎	20

루꼴라	10
배암차즈기	10
상추	20
순무유채	10
양상추	20
케일	10

[별표 4] (452) 아이소페타미드(Isofetamid) 중 다음 항목을 각각 신설한다.

감	0.2
부추	7.0

[별표 4] (453) 만데스트로빈(Mandestrobin) 중 다음 항목을 각각 신설한다.

배추	1.0
엇갈이배추	3.0
양배추	0.05
키위	0.05

[별표 4] (454) 플루엔설펜(Fluensulfone) 중 다음 항목을 신설한다.

오이	0.05
----	------

[별표 4] (458) 사이클라닐리프롤(Cyclaniliprole) 중 “◎ 잔류물의 정의 :

Cyclaniliprole과 NK-1375의 합을 cyclaniliprole로 함”을 “◎ 잔류물의 정의 : Cyclaniliprole”로 하고, 다음 항목을 각각 신설한다.

가지	0.2
쌀	0.05

[별표 4] (460) 피카뷰트라족스(Picarbutrazox) 중 다음 항목을 신설한다.

시금치	15
-----	----

[별표 4] (467) 플룩사메타마이드(Fluxametamide) 중 다음 항목을 각각 신설한다.

강낭콩	0.1
녹두	0.1
다채	7.0
동부	0.1
루꼴라	7.0
모과	0.3
무화과	0.2
블루베리	1.5
석류	0.3
아로니아	1.5
완두	0.3

유채	7.0
차	1.0
키위	1.5
팥	0.1
팥콩	2.0

[별표 4] (468) 티아페나실(Tiafenacil) 중 다음 항목을 각각 신설한다.

생강	0.05
양배추	0.05

[별표 4] (469) 플루트리아폴(Flutriafol) 중 다음 항목을 신설한다.

키위	3.0
----	-----

[별표 4] (470) 비사이클로피론(Bicyclopyrone) 중 다음 항목을 신설한다.

사탕수수	0.02 [†]
------	-------------------

[별표 4] (473) 피라지플루미드(Pyraziflumid) 중 다음 항목을 각각 신설한다.

감	0.5
포도	3.0

[별표 4] (499) 플루티아셋-메틸(Fluthiacet-methyl) 중 다음 항목을 각각

신설한다.

감	0.05
건삼	0.05
대추	0.05
대추(건조)	0.05
매실	0.05
무(뿌리)	0.05
무(잎)	0.05
복숭아	0.05
수삼	0.05
옥수수	0.05
유자	0.05
자두	0.05

[별표 4] (500) 피디플루메토펜(Pydiflumetofen) 중 “양파 0.05”를 “양파 0.2[†]”로 하고, 다음 항목을 각각 신설한다.

감귤류	1.0 [†]
겨자채	50 [†]
견과류	0.05 [†]
결구엽채류	3.0 [†]
근채류	0.3 [†]

복숭아	0.7 [†]
블루베리	5.0 [†]
자두	0.6 [†]
체리	2.0 [†]
파	2.0 [†]
팥콩	1.0 [†]
해바라기씨	0.5 [†]

[별표 4] (501) 스트렙토마이신(Streptomycin) 중 다음 항목을 각각 신설한다.

상추	0.5
양상추	0.5

[별표 4] (502) 발리다마이신에이(Validamycin A) 중 “무(잎) 0.05”를 “무(잎) 0.3”으로 하고, “상추 5.0”을 “상추 7.0”으로 하며, “양상추 5.0”을 “양상추 7.0”으로 하고, 다음 항목을 각각 신설한다.

비트(잎)	3.0
참외	0.5
토마토	0.05

[별표 4] (511) 옥시테트라사이클린(Oxytetracycline) 중 다음 항목을 각각 신설한다.

부추	0.5
비트(뿌리)	0.05
비트(잎)	0.05
참외	0.05
파	0.5
피망	1.0

[별표 4] 중 (513) ~ (514)를 다음과 같이 신설한다.

(513) 아사이노나피르(Acynonapyr)

◎ 잔류물의 정의 : Acynonapyr와

AP (3 - e n d o - [2 - p r o x y - 4 - (t r i f l u o r o m e t h y l)
phenoxy]-9-azabicyclo[3,3,1]nonane)의 합을 acynonapyr로 함

감	0.7
감귤	1.0
고추	2.0
대추	2.0
대추(건조)	5.0
딸기	3.0
배	1.5
복숭아	3.0

사과	1.0
수박	0.3
유자	0.7
참외	0.3
포도	2.0
피망	2.0

(514) 아피도피로펜(Afidopyropen)

◎ 잔류물의 정의 : Afidopyropen

감귤류	0.15 [†]
감자	0.01 [†]
견과류	0.01 [†]
고추	0.07
대두	0.01 [†]
멜론	0.05 [†]
면실	0.08 [†]
배	0.05
배추	0.2
복숭아	0.05
사과	0.05
셀러리	3.0 [†]

수박	0.05
엇같이배추	0.5
오이	0.7 [†]
자두	0.05
참외	0.05
체리	0.03 [†]
토마토	0.15 [†]
피망	0.07
호박	0.06 [†]

[별표 5] (56) 린코마이신(Lincomycin) 중 다음 항목을 각각 신설한다.

양근육	0.1
양간	0.5
양지방	0.05
양신장	1.0
염소근육	0.1
염소간	0.5
염소지방	0.05
염소신장	1.0

[별표 5] (82) 세파세트릴(Cefacetrile) 중 다음 항목을 신설한다.

소근육 0.03

[별표 5] (127) 안티피린(Antipyrine)을 안티피린(Antipyrine, Phenazone)으로 한다.

[별표 5] (129) 구아이페네신(Guaifenesin) 중 다음 항목을 신설한다.

말근육 0.01

[별표 5] (171) 요오드퀴놀린설펜산(Iodo hydroxy quinoline sulfonic acid) 중 다음 항목을 각각 신설한다.

말근육 0.01

유 0.01

[별표 5] (172) 플루메타손(Flumethasone) 중 다음 항목을 신설한다.

유 0.001

[별표 5] (173) 클라노부틴(Clanobutin) 중 다음 항목을 신설한다.

유 0.01

[별표 6] (2) 글리포세이트(Glyphosate) 중 “◎ 잔류물의 정의 : Glyphosate”를 “◎ 잔류물의 정의 : Glyphosate와 N-acetylglyphosate의

합을 Glyphosate로 함”으로 하고, “우유”를 “유”로 하며, “소고기 0.1”, “돼지고기 0.1” 및 “소부산물 2.0”을 삭제하고 다음 항목을 각각 신설한다.

가금류부산물	0.5
포유류고기	0.1
포유류부산물(돼지부산물 제외)	5.0

부칙

제1조(시행일) ① 이 고시는 고시한 날부터 시행한다.

② 제1항에도 불구하고 다음 각호의 구분에 따른 개정사항은 다음 각 목에서 정한 날부터 시행한다.

1. 시행일 : 2021년 1월 1일

가. 별표 5 및 별표 6

나. 제8. 7. 7.3 7.3.2 7.3.2.10

2. 시행일 : 2022년 1월 1일

가. 제2. 4. 31) 및 32)

나. 제5. 22. 22-2

제2조(적용례) ① 이 고시는 이 고시 시행 이후 최초로 제조·가공 또는 수입한 식품(선적일 기준)부터 적용한다.

② 제1항에도 불구하고 이 고시 시행 전 제1조제2항제2호 각 목의 개정규정에 대하여 이 고시를 적용받고자 하는 자는 「식품위생법」, 「축산물위생관리법」 또는 「수입식품안전관리특별법」에 따라 이 고시의 개정된 식품유형으로 품목제조보고 또는 변경하거나 수입신고하는 경우 개정규정을 미리 적용받을 수 있다.

제3조(경과조치) 이 고시는 이 고시 시행 당시 제조·가공·판매 또는 수입되어 검사가 진행 중인 사항에 대하여는 종전의 규정에 따른다.

신 · 구조문 대비표

현 행	개 정(안)
<p>제1. (생 략)</p> <p>제2. 식품일반에 대한 공통기준 및 규격</p> <p>1. 식품원료기준</p> <p>1) 원료 등의 구비요건 (1) ~ (23) (생 략)</p> <p><u><신 설></u></p> <p>2) (생 략)</p> <p>2. (생 략)</p> <p>3. 식품일반의 기준 및 규격</p> <p>1) ~ 10) (생 략)</p> <p>11) 테트라하이드로칸나비놀(δ-9-Tetrahydrocannabinol) 기준</p> <p>(1) 대마씨앗 : 5 mg/kg 이하</p> <p>(2) 대마씨유 : 10 mg/kg 이하</p> <p>12) ~ 17) (생 략)</p>	<p>제1. (현행과 같음)</p> <p>제2. 식품일반에 대한 공통기준 및 규격</p> <p>1. 식품원료기준</p> <p>1) 원료 등의 구비요건 (1) ~ (23) (현행과 같음)</p> <p>(24) <u>식품원료 중 씨앗을 사용할 수 없도록 정하고 있는 열매는 섭취시 씨앗이 제거되는 경우 씨앗을 포함한 열매를 식품의 제조·가공에 사용할 수 있다.</u></p> <p>2) (현행과 같음)</p> <p>2. (현행과 같음)</p> <p>3. 식품일반의 기준 및 규격</p> <p>1) ~ 10) (현행과 같음)</p> <p>11) 테트라하이드로칸나비놀(δ-9-Tetrahydrocannabinol, THC) 및 칸나비디올(Cannabidiol, CBD)기준</p> <p>(1) <u>삼(대마)씨앗 : THC 5 mg/kg 이하, CBD 10 mg/kg 이하</u></p> <p>(2) <u>삼(대마)씨유 : THC 10 mg/kg 이하, CBD 20 mg/kg 이하</u></p> <p>12) ~ 17) (현행과 같음)</p>

현 행	개 정(안)
<p>1. ~ 21. (생 략)</p> <p>22. 즉석식품류 (생 략)</p> <p>22-1 (생 략)</p> <p>22-2 즉석섭취·편의식품류</p> <p>1) 정의</p> <p>즉석섭취·편의식품류라함은 소비자가 별도의 조리과정 없이 그대로 또는 단순조리과정을 거쳐 섭취할 수 있도록 제조·가공·포장한 즉석섭취식품, 신선편의식품, 즉석조리식품을 말한다. 다만, 따로 기준 및 규격이 정하여져 있는 것은 제외한다.</p> <p>2) (생 략)</p> <p>3) 제조·가공기준</p> <p><u><신 설></u></p>	<p>1. ~ 21. (현행과 같음)</p> <p>22. 즉석식품류 (현행과 같음)</p> <p>22-1 (현행과 같음)</p> <p>22-2 즉석섭취·편의식품류</p> <p>1) 정의</p> <p>----- ----- ----- ----- ----- <u>즉석조리식품, 간편조리세트를</u> ----- -----.</p> <p>2) (현행과 같음)</p> <p>3) 제조·가공기준</p> <p><u>(1) 간편조리세트 제품은 아래의 기준을 준수하여야 한다</u></p> <p><u>① 가열, 세척 또는 껍질제거 과정 없이 그대로 섭취하도록 제공되는 채소류 또는 과일류는 살균·세척하여야 한다.</u></p> <p><u>② ‘식용란’, ‘가금육’ 및 ‘가열조리 없이 섭취하는 농·축·수산물’은 다른 재료와 직접 접촉하지</u></p>

현 행	개 정(안)
<p>4) 식품유형</p> <p>(1) 즉석섭취식품 동·식물성 원료를 식품이나 식품첨가물을 가하여 제조·가공한 것으로서 더 이상의 가열, 조리 과정 없이 그대로 섭취 할 수 있는 도시락, 김밥, 햄버거, <u>선식</u> 등의 식품을 말한다.</p> <p>(2) 신선편의식품 (생 략)</p> <p>(3) 즉석조리식품 <u>동·식물성 원료를 식품이나 식품</u></p>	<p><u>않도록 각각 구분 포장하여야 하고, 그 외 재료의 경우에도 비가열 섭취재료와 가열 후 섭취재료는 서로 섞이지 않도록 구분하여 포장하여야 한다.</u></p> <p>③ <u>식용란을 포함하는 경우 제2. 4. 13)에 따라 물로 세척된 식용란을 사용하여야 한다.</u></p> <p>④ <u>다른 제조업자가 포장을 완료한 식품을 포장된 상태 그대로 구성 재료로 사용하는 경우 기준 및 규격에 적합한 것을 사용하여야 한다.</u></p> <p>4) 식품유형</p> <p>(2) 즉석섭취식품 ----- ----- ----- --- <u>그대로 또는 단순 혼합하여</u> ----- <u>선식,</u> <u>비빔밥</u> -----.</p> <p>(1) 신선편의식품 (현행과 같음)</p> <p>(3) 즉석조리식품 <u>동·식물성 원료에 식품이나 식품</u></p>

현 행

첨가물을 가하여 제조·가공한 것으로서 단순가열 등의 조리과정을 거치거나 이와 동등한 방법을 거쳐 섭취할 수 있는 국, 탕, 수프, 순대 등의 식품을 말한다.

<신 설>

5) 규격

(1) 세균수 : $n=5, c=0, m=0$ (멸균 제품에 한한다)

(2) 대장균군 : $n=5, c=1, m=0, M=10$ (즉석조리식품 중 살균 제품에 한한다)

(3) 대장균 : $n=5, c=1, m=0, M=10$ (즉석섭취식품, 즉석조리식품에 한하며, 즉석조리식품의 살균제품은 제외한다)

개 정(안)

첨가물을 가하여 제조·가공한 것으로서 단순가열 등의 가열조리과정을 거치면 섭취할 수 있도록 제조된 국, 탕, 수프, 순대 등의 식품을 말한다. 다만, 간편조리세트에 속하는 것은 제외한다.

(4) 간편조리세트

조리되지 않은 손질된 농·축·수산물과 가공식품 등 조리에 필요한 정량의 식재료와 양념 및 조리법으로 구성되어, 제공되는 조리법에 따라 소비자가 가정에서 간편하게 조리하여 섭취할 수 있도록 제조한 제품을 말한다.

5) 규격

항목 \ 유형	신선편의 식품	즉석섭취 식품	즉석조리 식품	간편조리세트 ¹⁾
(1) 세균수	$n=5, c=0, m=0$ (멸균제품에 한한다)			-
(2) 대장균군	=	=	$n=5, c=1, m=0, M=10$ (살균 제품에 한한다)	-
(3) 대장균	$n=5, c=1, m=10, M=100$	$n=5, c=1, m=0, M=10$	$n=5, c=1, m=0, M=10$ (살균 제품은 제외한다)	$n=5, c=1, m=0, M=10$
(4) 황색포도상구균	1g 당 100 이하			
(5) 살모넬라	$n=5, c=0, m=0/25$ g			

현 행	개 정(안)																
<p>$n=5, c=1, m=10, M=100$(<u>신선편의식품에 한한다</u>)</p> <p>(4) <u>황색포도상구균 : 1 g 당 100 이하</u></p> <p>(5) <u>살모넬라: $n=5, c=0, m=0/25$ g</u></p> <p>(6) <u>장염비브리오 : 1 g당 100 이하(즉석섭취식품, 신선편의식품 중 살균 또는 멸균처리 되지 않은 해산물 함유 제품에 한한다.)</u></p> <p>(7) <u>바실루스 세레우스 : 1 g 당 1,000 이하(즉석섭취식품, 신선편의식품에 한한다)</u></p> <p>(8) <u>장출혈성 대장균 : $n=5, c=0, m=0/25$ g(신선편의식품에 한한다)</u></p> <p>(9) <u>클로스트리디움 퍼프린젠스 : 1 g 당 100 이하(즉석섭취식품, 신선편의식품에 한한다).</u></p> <p>6) (생 략)</p> <p>22-3 (생 략)</p> <p>23. (생 략)</p> <p>제6. ~ 제7. (생 략)</p> <p>제8. 일반시험법</p> <p>1. 식품일반시험법</p>	<table border="1" data-bbox="805 302 1414 827"> <tr> <td data-bbox="805 302 911 443">(6) 장염비브리오</td> <td data-bbox="911 302 1130 443">1 g당 100 이하 (살균 또는 멸균처리 되지 않은 해산물 함유 제품에 한한다.)</td> <td data-bbox="1130 302 1235 443">-</td> <td data-bbox="1235 302 1414 443">1 g당 100 이하 (살균 또는 멸균처리 되지 않은 해산물 함유 제품에 한한다.)</td> </tr> <tr> <td data-bbox="805 443 911 604">(7) 장출혈성 대장균</td> <td data-bbox="911 443 1130 604">$n=5, c=0, m=0/25$ g</td> <td data-bbox="1130 443 1235 604">-</td> <td data-bbox="1235 443 1414 604">$n=5, c=0, m=0/25$ g (가열조리하지 않고 섭취하는 농축수산물 함유제품에 한함)</td> </tr> <tr> <td data-bbox="805 604 911 688">(8) 바실루스 세레우스</td> <td data-bbox="911 604 1130 688">1 g 당 1,000 이하</td> <td data-bbox="1130 604 1235 688">-</td> <td data-bbox="1235 604 1414 688">-</td> </tr> <tr> <td data-bbox="805 688 911 827">(9) 클로스트리디움 퍼프린젠스</td> <td data-bbox="911 688 1130 827">1 g 당 100 이하</td> <td data-bbox="1130 688 1235 827">-</td> <td data-bbox="1235 688 1414 827">-</td> </tr> </table> <p>* <u>주1. 가열조리하여 섭취하는 재료 중 다른 재료와 교차오염되지 않도록 구분 포장된 농·축·수산물 재료는 제외하고, 나머지 구성 재료를 모두 혼합하여 규격을 적용</u></p> <p>6) (현행과 같음)</p> <p>22-3 (현행과 같음)</p> <p>23. (현행과 같음)</p> <p>제6. ~ 제7. (현행과 같음)</p> <p>제8. 일반시험법</p> <p>1. 식품일반시험법</p>	(6) 장염비브리오	1 g당 100 이하 (살균 또는 멸균처리 되지 않은 해산물 함유 제품에 한한다.)	-	1 g당 100 이하 (살균 또는 멸균처리 되지 않은 해산물 함유 제품에 한한다.)	(7) 장출혈성 대장균	$n=5, c=0, m=0/25$ g	-	$n=5, c=0, m=0/25$ g (가열조리하지 않고 섭취하는 농축수산물 함유제품에 한함)	(8) 바실루스 세레우스	1 g 당 1,000 이하	-	-	(9) 클로스트리디움 퍼프린젠스	1 g 당 100 이하	-	-
(6) 장염비브리오	1 g당 100 이하 (살균 또는 멸균처리 되지 않은 해산물 함유 제품에 한한다.)	-	1 g당 100 이하 (살균 또는 멸균처리 되지 않은 해산물 함유 제품에 한한다.)														
(7) 장출혈성 대장균	$n=5, c=0, m=0/25$ g	-	$n=5, c=0, m=0/25$ g (가열조리하지 않고 섭취하는 농축수산물 함유제품에 한함)														
(8) 바실루스 세레우스	1 g 당 1,000 이하	-	-														
(9) 클로스트리디움 퍼프린젠스	1 g 당 100 이하	-	-														

현 행	개 정(안)
<p>1.1 (생 략)</p> <p>1.2 이물</p> <p>1.2.1 (생 략)</p> <p>1.2.2 식품별 이물</p> <p>가. 시험법 적용범위</p> <p>아래의 <u>개별시험법에 예시된</u> 식품에 적용한다.</p> <p>나. 분석원리</p> <p>식품의 특성에 따라 <u>검체를 전처리한 후 1.2.1 일반이물을 활용하여</u> 검사한다.</p> <p>다. 시험조작</p> <p>가) <u>식빵, 라면, 국수, 두부, 건과, 유과, 건빵, 도나스, 전분 및 이유식</u></p> <p>검체 50~100g을 <u>잘게 하여</u> 1 L의 와일드만플라스크(Wildeman flask)에 넣고 석유에테르를 검체가 <u>닿겨질 정도로 부어 때때로 흔들어 섞으면서 1시간 방치한 후 부흐너깔때기로 흡인</u> 여과해서 가능한 한 석유에테르를 제거하고 <u>깔때기 위의 검체를 물로 와일드만 플라스크(Wildeman flask)에 씻어 넣고 물을 가하여 전량을 500</u></p>	<p>1.1 (현행과 같음)</p> <p>1.2 이물</p> <p>1.2.1 (현행과 같음)</p> <p>1.2.2 식품별 이물</p> <p>가. 시험법 적용범위</p> <p>아래의 <u>개별시험법[가)~호)]에 제시된</u> 식품에 적용한다.</p> <p>나. 분석원리</p> <p>식품의 특성에 따라 <u>시험조작한 후 1.2.1 일반이물에 따라</u> 시험한다.</p> <p>다. 시험조작</p> <p>가) 라면, 국수, 두부, 유과, 건빵, <u>도넛, 전분 및 이유식</u></p> <p>검체 50~100g을 <u>잘게 잘라</u> 1 L의 와일드만 플라스크(Wildeman flask)에 넣고 석유에테르를 검체가 <u>닿길 정도로 가한다. 1시간동안 10분 간격으로 약 1분씩 흔들어준 후 플라스크를 기울여 상층의 석유에테르를 제거한다.</u>(이때 검체가 <u>따라나와 석유에테르만 제거하기 어려울 경우, 부흐너깔때기 (Buchner funnel) 또는 헐슈깔때</u></p>

현 행	개 정(안)
<p><u>mL로 하고 수욕상에서 가열한다.</u> <u>이 때 때때로 흔들면서 검체 덩어리를 더욱 잘게 하면서 남아 있는 석유에테르를 제거한 후 식히면 염산을 1%가 될 정도로 가하여 약 1시간 끓여 소화시킨다.</u> <u>이 때 될 수 있는 대로 검체를 더 잘게 한 후 위의 1.2.1 일반 이물시험 다. 및 라.에 따라 시험한다.</u></p> <p>나) <u>간장, 식초, 소스, 청량음료수, 유산균음료, 주류, 우유, 살균산양유, 탈지유, 가공유, 발효</u></p>	<p><u>기(Hirsch funnel)에 검체가 따라 오지 않게 주의하며 플라스크를 기울여 상층의 석유에테르를 제거한다. 여과지 상의 검체는 세척병의 증류수로 세척한 후 와일드만 플라스크로 옮겨 합친다.)</u> <u>와일드만 플라스크에 증류수 500 mL를 가하고 인화되지 않게 주의하며 끓는 물에서 중탕하는 동안, 10분마다 와일드만 플라스크를 흔들어 검체를 잘게 부수어주고 남아 있는 석유에테르를 완전히 휘발시킨다. 중탕이 끝난 뒤 와일드만 플라스크를 실온에서 방냉한다. 와일드만 플라스크에 염산 농도가 약 1%가 될 때까지 염산을 가하고 끓는 물에서 1시간 동안 10분 간격으로 흔들어주며 중탕하여 소화시킨다. 1.2.1 일반 이물시험 다. 및 라.에 따라 시험한다.</u></p> <p>나) <u>간장, 식초, 소스, 청량음료수, 유산균음료, 주류, 유가공품(우유, 산양유, 발효유), 탈지</u></p>

현 행	개 정(안)
<p style="text-align: center;"><u>유 및 유음료</u></p> <p>(1) <u>검방법</u></p> <p><u>검체가 투명한 것은 광원(태양광선 또는 전등)을 향하여 백색 또는 흑색지를 배경으로 하여 병을 조용히 거꾸로 하여 투시한다. 이물이 있으면 상등액을 이물이 흘러나가지 않게 기울여 버리고 잔사(residue)를 잘 섞어서 흡인 여과하거나 원심침전하여 여과지상의 잔류물 또는 원심침전한 경우는 병밑의 침전물을 모세관 피펫으로 빨아올려 이물의 종류를 확인한다. 또한 투명한 것일지라도 색이 진한 것이나 점조성으로 인하여 위의 방법으로 침전물의 검사가 되지 않는 것은 다음의 (2) 회석법에 따른다.</u></p> <p>(2) <u>회석법</u></p> <p><u>침전물이 있는 것 및 혼탁된 것은 검체를 대형비이커에 옮기고 물을 가하여 적당히 희석하고</u></p>	<p style="text-align: center;"><u>유, 가공유 및 유음료</u></p> <p>(1) <u>검방법</u></p> <p><u>검체가 투명한 것은 광원(태양광선 또는 전등)을 향해 백색 또는 흑색 종이를 배경으로 병을 천천히 거꾸로 뒤집으며 검사한다. 이물이 있으면 이물이 흘러나가지 않도록 주의하며 상등액을 기울여 버린다. 부흐너 깔때기 또는 힐슈깔때기를 이용하여 흡인 여과할 경우 침전물을 잘 섞은 후 흡인 여과하여 여과지 상의 이물 종류를 확인하고, 원심침전할 경우 모세관 피펫으로 침전물을 빨아올려 이물의 종류를 확인한다. 다만, 검체가 투명하더라도 색이 진하거나 점성이 있어 위의 방법으로 침전물 검사가 어려울 경우에는 다음의 (2) 회석법에 따라 시험한다.</u></p> <p>(2) <u>회석법</u></p> <p><u>침전물이 있거나 혼탁한 것은 검체를 대형 비커에 옮기고 증류수로 희석한다. 유리막대 등</u></p>

현 행	개 정(안)
<p><u>조용히 저으면서 광원을 향해 이물의 유무를 검사한다.</u> <u>이물이 있을 때는 다음 (3) 분리법의 (가) 또는 (나)의 방법에 의하여 분리한다.</u></p> <p><u>(3) 분리법</u></p> <p><u>(가) 클로로포름에 의한 분리(주로 광물성 이물)</u> <u>병속에 검체 전부를 원심침전하여 상등액을 기울여 버리고 침전을 비이커에 옮겨 건조하고 클로로포름을 가하여 잘 섞는다. 다음에 30분간 때때로 침전을 유리봉으로 조용히 저어 정치한 후 상층 및 클로로포름층을 기울여 버리고 비이커에 남은 이물을 다시 클로로포름으로 수회 씻고 클로로포름으로 부호너갈때기 혹은 힐슈갈때기로 흡인 여과하여 여과지상의 이물을 검사한다.</u></p> <p><u>(나) 염산분해에 의한 분리(주로</u></p>	<p><u>으로 저으면서 광원을 향해 백색 또는 흑색 종이를 배경으로 이물의 유무를 검사한다. 이물이 있을 경우 이물 종류(광물성, 동·식물성)에 따라 아래의 (가) 또는 (나)의 방법에 따라 이물을 분리한다.</u></p> <p><u><삭 제></u></p> <p><u>(가) 클로로포름에 의한 분리(주로 광물성 이물에 적용)</u> <u>비커에 있는 검체 전부를 원심침전한 후 상등액을 기울여 제거한다. 침전물을 다른 비커에 옮겨 건조하고 침전물이 잠길 정도로 클로로포름을 가하고 섞어준다. 유리막대 등을 이용하여 5분 간격으로 조심히 젓고, 30분 후 상층 및 클로로포름 층을 기울여 제거한다. 비커에 남은 침전물을 다시 클로로포름으로 수회 세척하고, 부호너갈때기 혹은 힐슈갈때기로 흡인 여과하여 여과지상의 이물을 검사한다.</u></p> <p><u>(나) 염산분해에 의한 분리(주로</u></p>

현 행	개 정(안)
<p>동·식물성 이물)</p> <p>검체 전부를 원심침전하고 상등액을 기울여 버리고 침전을 삼각플라스크에 옮겨 1% 염산용액 약 200~300 mL를 가하여 약 1시간 끓인다. 식힌 후 부흐너깔때기 혹은 힐슈깔때기로 흡인여과하여 여과지상의 이물을 검사한다.</p> <p>다) <u>된장, 고추장, 춘장, 케첩, 쥘, 커피, 차, 고추가루, 후춧가루 및 카레</u></p> <p>검체 50 g을 500 mL의 비커에 넣고 물 300 mL를 가하여 잘 저어 균일하게 한 다음 염산 12 mL를 가하고 약 5분간 조용히 끓인 후 식히고 위의 1.2.1 일반 이물시험 다.에 따라 시험하고 침전물이 있을 때는 수분을 제거한 후 1.2.1 일반 이물시험 라.에 따라 시험한다.</p>	<p>동·식물성 이물에 적용)</p> <p><u>비커에 있는</u> 검체 전부를 원심 침전하고 상등액을 기울여 제거한다. <u>침전물을 삼각플라스크에 옮겨 약 200~300 mL의 1% 염산용액을 가하고 끓는 물에서 1시간 동안 중탕한다.</u> 삼각플라스크를 실온에서 방냉한 후 부흐너깔때기 혹은 힐슈 깔때기로 흡인여과하여 여과지상의 이물을 검사한다.</p> <p>다) <u>장류(된장, 고추장, 춘장), 케첩, 쥘류, 커피, 차, 고춧가루, 후춧가루 및 카레</u></p> <p>검체 50 g을 1 L 비커에 넣고 증류수 300 mL를 가하여 유리 막대 등으로 균질화 한다. 염산 12 mL를 가하고 끓는 물에서 약 5분간 중탕한 후 방냉한다. 1.2.1 일반 이물시험 다.에 따라 시험하고 침전물이 있을 경우에는 건조 등을 통해 수분을 제거한 후 1.2.1 일반 이물 시험 라.에 따라 시험한다.(단, 토마토제품의 경우 검체를 비</p>

현 행	개 정(안)
<p>라) <u>설탕, 포도당, 물엿, 벌꿀, 분말청량음료, 인스탄트커피 및 인삼차</u></p> <p>검체 50 g을 취하여 물 200 mL에 녹여 위의 1.2.1 일반 이물시험 나.에 따라 시험한다(다만, <u>벌꿀에 있어서는</u> 꽃가루, 벌집 및 꿀벌에서 유래되는 이물을 제외한다).</p> <p>마) 버터, <u>마아가린, 쇼트닝, 참기름, 채종유, 미강유, 대두유 및 크림</u></p>	<p><u>커피에 넣고 5% 제3인산나트륨(Na₃PO₄) 용액 또는 10% 염산 용액을 이용하여 pH를 4.5~5.0으로 조정하고, 셀룰라아제 용액과 펙티나아제 용액을 각각 50 mL씩 가하여 45℃에서 2시간 소화시키는 절차를 선행한 후 시험을 진행한다.)</u></p> <p>라) <u>당류(설탕류, 포도당, 엿류), 벌꿀, 분말청량음료, 인스턴트커피 및 인삼차</u></p> <p>검체 50 g을 500 mL 비커에 넣고 열탕 200 mL를 가한다. 검체를 완전히 녹이고 1.2.1 일반 이물시험 나.에 따라 시험한다. <u>여과가 잘 되지 않을 경우, 열탕을 따로 준비하여 여과지 위에 부어 검체를 완전히 녹인 후 여과지에 부착된 이물을 검사한다(벌꿀의 경우 꽃가루, 벌집 및 꿀벌에서 유래되는 이물은 제외한다).</u></p> <p>마) 버터, <u>식용유지가공품(마가린, 쇼트닝), 식용유지류(참기름, 채종유, 미강유, 대두</u></p>

현 행	개 정(안)
<p>검체 100 g을 1 L의 비이커에 넣고 2% 염산용액 200 mL를 가하여 섞은 후 가열하여 검체가 완전히 녹으면 여과지로 여과한다. 따로 열탕을 준비하여 여과지에 지방이 응고되어 잘 여과되지 <u>아니할 때, 이 열탕으로 완전히 녹여 여과한 후</u> 여과지에 부착된 이물을 검사한다.</p> <p>바) 아이스크림분말, 무당연유, <u>가당연유, 가당탈지연유, 전지분유, 탈지분유, 가당분유 및 조제유류(분말), 조제식</u></p> <p>검체 100 g을 1 L의 비커에 넣고 2% <u>EDTA(ethylene diamine tetraacetic acid)용액</u> 100 mL를 <u>가하여 잘 섞어서 덩어리가 없도록 한 후 저으면</u> <u>서 2% EDTA (ethylene diamine tetraacetic acid)용액</u></p>	<p><u>유) 및 크림</u></p> <p>검체 100 g을 1 L 비커에 넣고 2% 염산(HCl)용액 200 mL를 가하여 섞은 후 <u>끓는 물에서 중탕하여 검체를 완전히 녹이고 부흐너깔때기 혹은 힐슈 깔때기로 흡인여과한다.</u> 여과지에 지방이 응고되어 잘 여과되지 <u>않으면 열탕을 따로 준비하여 여과지 위에 조심히 가하면서 지방을 완전히 녹이고</u> 여과지에 부착된 이물을 검사한다.</p> <p>바) 아이스크림분말, 무당연유, <u>농축유류(가당연유, 가당탈지연유), 분유류(전지분유, 탈지분유, 가당분유) 및 조제유류(분말), 조제식</u></p> <p>검체 100 g을 1 L 비커에 넣고 2% <u>EDTA-4Na(Ethylene diamine tetraacetic acid, tetrasodium salt)용액</u> 100 mL를 <u>가하고 유리막대 등으로 균질화 한다.</u> 2% <u>EDTA-4Na용액</u> 400 mL를 천천히 <u>가하여</u></p>

현 행	개 정(안)
<p>400 mL를 천천히 <u>가한다.</u> <u>저어 섞는 동안에 차차 황색의 반투명한 액체가 되며 약 30분 방치하면 완전히 녹는다.</u> 이를 부흐너깔때기 또는 힐슈깔때기로 흡인 여과하여 여과지상의 이물을 검사한다.</p> <p>사) <u>식육제품, 어육제품</u> <u>검체 50 g을 사방 약 7 mm의 크기로 잘라</u>선 와일드만플라스크(Wildeman flask)에 넣고 1% 염산용액 300 mL를 가하여 끓인 다음 수산화나트륨용액으로 pH 6으로 하고 다시 제3인산나트륨용액으로 pH를 7~8로 하여 온도를 40°C로 한 후 판크레아틴용액 50 mL를 가하여 충분히 섞어 40°C에서 30분간 방치한다.</p>	<p><u>유리막대 등으로 젖고 약 30분간 방치한다.</u> 이를 부흐너깔때기 또는 힐슈깔때기로 흡인여과하여 여과지상의 이물을 검사한다. <u>단, 전분이 함유되어 있어 여과가 곤란한 경우, 검체를 증류수 400 mL에 녹이고 판크레아틴(Pancreatin)용액 20 mL를 가하여 유리막대 등으로 균질화한 다음 항온기 등을 이용하여 40°C에서 3시간 동안 소화시키는 과정을 선행한 후 시험한다.</u></p> <p>사) <u>식육가공품, 어육가공품류</u> <u>검체 50 g을 가로, 세로 각각 약 7 mm의 크기로 잘라</u> 와일드만플라스크에 넣고 1% 염산용액 300 mL를 가하고 끓는 물에서 1시간동안 중탕한다. 수산화나트륨용액, 제3인산나트륨(Na_3PO_4)용액을 이용하여 pH를 7~8로 조정한 후 항온기 등을 이용하여 온도를 40°C로 유지한다. 판크레아틴(Pancreatin)용액 50 mL를 가</p>

현 행	개 정(안)
<p>다음에 pH를 7~8로 조정하고 하룻밤 40℃ 항온기에 넣어 소화시킨다.</p> <p>소화 후 일단 끓이고 식혀서 휘발유 25 mL를 가하여 위의 1.2.1 일반 이물시험 다.에 따라 시험하고 침전물이 있을 때는 수분을 제거한 후 1.2.1 일반 이물시험 라.에 따라 시험한다.</p> <p>판크레아틴용액 : 판크레아틴 5 g에 물 50 mL를 가하여 5~15분간 저어 섞은 후 가볍게 물로 적신 탈지면으로 여과하여 여액을 쓴다. 사용 직전에 만든다.</p> <p>아) <u>마요네즈</u></p> <p>검체 100 g을 1 L의 비커에 넣고 인산 50 mL를 넣어 잘 섞고 물 300 mL를 가하여 다시 잘 섞어서 이를 부흐너깔때기 혹은 힐슈깔때기로 흡인 여과하여 여과지에 부착된 이물을 검사한다.</p>	<p>하고 유리막대 등으로 충분히 저은 후 항온기 등을 이용하여 40℃에서 30분간 방치한다. 제 3인산나트륨(Na_3PO_4)용액을 이용하여 pH를 7~8로 보정하고 항온기 등을 이용하여 40℃에서 하룻밤 동안 소화시킨다. 끓는 물에서 1시간 동안 중탕 후 실온까지 방냉하고, 미네랄 오일(Mineral oil) 25 mL를 가하여 1.2.1 일반 이물시험 다.에 따라 시험한다. 침전물이 있을 경우 건조 등을 통해 수분을 제거한 후 1.2.1 일반 이물시험 라.에 따라 시험한다.</p> <p>아) <u>소스류(마요네즈)</u></p> <p>검체 100 g을 1 L 비커에 넣고 인산(Phosphoric acid) 50 mL를 넣은 후 유리막대 등으로 잘 저어준다. 비커에 증류수 300 mL를 가하고 유리막대 등으로 균질화하고 이를 부흐너깔때기 혹은 힐슈깔때기로 흡인 여과하여 여과지에 부착</p>

현 행	개 정(안)
<p>자) 아이스크림류 <u>녹였을 때 투명한 액체일 때는 청량음료수에 따르고 아이스크림의 경우에는 검체 50 g에 물을 가하여 100 mL로 하고 이에 4% EDTA(ethylene diamine tetraacetic acid)용액을 가하여 이하 아이스크림 분말시험법에 따른다. 팔 등 식물을 가하여 만든 빙과는 된장에 따라 시험한다.</u></p>	<p>된 이물을 검사한다. 자) 아이스크림류 <u>검체를 녹였을 때 투명한 액체가 되면 나) 간장 시험법에 따르고, 팔 등 고형물을 가하여 만든 빙과는 다) 된장 시험법에 따라 시험한다. 그 이외의 경우에는 검체 50 g을 1 L 비커에 넣고 증류수를 가하여 100 mL로 한다. 4% EDTA-4Na(Ethylene diamine tetraacetic acid tetrasodium salt)용액을 가한 후 바) 아이스크림분말 시험법에 따라 시험한다.</u></p>
<p>차) 캐러멜 및 알사탕류 <u>검체 100 g을(필요하면 분쇄한다) 500 mL의 비커에 넣고 250 mL의 열탕을 가하여 약 80°C의 수욕중에서 30분간 저어 녹여 150메쉬(mesh) 체로 여과하고 약 50°C의 온탕으로 잘 씻은 후 잔류물에 대하여 이물을 검사한다.</u></p>	<p>차) 캔디류(캐러멜, 사탕) <u>검체 100 g을 500 mL 비커에 넣고 250 mL의 열탕을 가한다. 80°C 물에서 중탕하면서 유리막대 등으로 저으면서 완전히 녹이고 표준망체(106 μm × 106 μm)로 여과한다. 약 50°C의 온탕을 준비하여 체에 부어 잔류물을 잘 세척한 후 이물을 검사한다.</u></p>

현 행	개 정(안)
<p>카) <u>껌</u></p> <p>검체 100 g을 <u>150~600 mL의 물 또는 300~600 mL의 2% 염산 중에 가하여 10~12분간 (껌 베이스가 분리할 때까지) 끓이고 즉시 가열을 그친다. 혼합액을 55℃이하로 식히고 삼각 플라스크에 옮겨 초산에틸 150 mL를 가하고 환류냉각관을 달아 혼액이 고르게 될 때까지 끓인다. 따뜻할 때 110 메쉬(mesh) 체로 여과하여 에틸아세테이트로 씻고 여과지에 옮겨 이물을 검사한다.</u></p>	<p>카) <u>추잉껌</u></p> <p>검체 100 g을 <u>환류플라스크에 넣고 300~600 mL의 증류수 또는 150~600 mL의 2% 염산을 가하여 끓는 물에서 10~12분간(껌 베이스가 분리할 때까지) 중탕한다. 환류플라스크를 55℃이하가 될 때까지 방냉하고 에틸아세테이트 150 mL를 가한다. 환류플라스크에 환류냉각관을 연결한 후 혼합액이 균질화 될 때까지 가열하고, 따뜻할 때 표준망체(106 μm \times 106 μm)로 여과한 후 에틸아세테이트로 씻는다. 체를 통과하지 않은 잔류물을 여과지에 옮겨 이물을 검사한다.</u></p>
<p>타) <u>초콜릿류</u></p> <p>검체 50 g을 1 L의 비커에 넣고 5~10% 붕산용액 500 mL를 <u>가하여 15분간 끓인다. 이를 140메쉬(mesh) 체로 여과하고 온탕을 강하게 부어 충분히 씻고 에탄올 및 클로로포름으로 2회 교대로 씻고 최후에 에</u></p>	<p>타) <u>초콜릿류</u></p> <p>검체 50 g을 1 L 비커에 넣고 5~10% 붕산(Boric acid)용액 500 mL를 <u>가한 후 끓는물에서 15분간 중탕한다. 이를 표준망체(106 μm \times 106 μm)로 여과하고 온탕을 부어 충분히 세척한다. 에탄올, 클로로포름의 순</u></p>

현 행	개 정(안)
<p><u>탄올로 씻은 후 여과지에 옮겨 이물을 검사한다.</u></p> <p>과) 빵류 및 생과자류 <u>검체의 크림부분 50 g에 2% 염산용액 200 mL를 가하여 끓이고 저어 섞어 곧 흡인여과한다. 여과하기 어려울 때는 에탄올 약 100 mL를 가하여 여과하고 여과지는 2% 뜨거운 염산용액으로 씻은 다음 이물을 검사한다.</u></p> <p><u>또 생지(즉 카스테라 및 빵부분) 부분은 별도로 60 g을 취하여(빵은 100 g) 1 L의 와일드만플라스크(Wildeman flask)에 넣어 석유에테르를 침윤될 정도로 가하고 때때로 흔들어서 1~2시간 방치한다.</u></p> <p><u>다음에 부흐너깔때기로 흡인하여 가급적 석유에테르를 제거하고(이 때 빵의 조직물은 가급적 여과지상에 따라 오지 않게 한다) 여과지상에 남아 있</u></p>	<p><u>서대로 2회 반복하여 세척하고 다시 에탄올로 세척한 후 체를 통과하지 않은 잔류물을 여과지에 옮겨 이물을 검사한다.</u></p> <p>과) 빵류 및 생과자류 <u>검체 중 크림 부분 50 g을 취하여 2% 염산용액 200 mL를 가하여 끓인 후 유리막대로 충분히 젓고 흡인 여과한다. 여과하기 어려울 경우 에탄올 약 100 mL를 가하여 여과하고 여과지는 뜨거운 2% 염산용액으로 씻은 다음 이물을 검사한다.</u></p> <p><u>검체 중 생지(카스테라 및 빵부분) 부분은 별도로 60 g(빵은 100 g)을 취한 후 가)라면 시험법에 따라 시험한다.</u></p>

현 행	개 정(안)
<p>는 소량의 조직물을 물로 먼저 의 와일드만플라스크(Wilde man flask)에 씻어 넣어 600 mL 로 하고 수욕상에서 인화되지 않 게 주의하면서 가열한다. 이 때 가끔 저어주면서 덩어리를 부셔주면서 석유에테르를 완전 히 날려 보내고 식힌 후 염산 을 1%정도가 되도록 넣어 약 1시간 끓이면서 가끔 부수어 주며 소화시킨다.</p> <p>식힌 후에 휘발유 25 mL를 넣 어 위의 1.2.1 일반 이물시험 중의 다.에 따라 시험한다.</p> <p>무거운 이물은 조작 후의 상등 액을 기울여 버리고 60% 알코 올로 잔류물을 비커에 옮겨 수 분을 제거하고 클로로포름을 가하여 위의 1.2.1 일반 이물 중의 라.에 따라 시험한다.</p> <p>하) 통조림</p> <p>검체 약 350 g을 깨끗한 용기 에 옮겨 관 내면을 물로 잘 씻 고 다시 물로 내용물이 부서지 지 않게 주의해서 충분히 씻어</p>	<p>개 정(안)</p> <p>하) 통조림</p> <p>검체 약 350 g을 깨끗한 비커 에 옮기고 통조림 내부를 증류 수로 잘 세척한 후 세척액을 비커에 합친다. 세척병 등을</p>

현 행	개 정(안)
<p>이 씻은 액을 부흐너깔때기 혹은 힐슈깔때기로 흡인여과하여 여과지상의 이물을 검사한다. 만일 작은 조직이 많을 때는 씻은 액을 와일드만플라스크(Wildeman flask)에 옮겨 휘발유를 가하여 위의 1.2.1 일반 이물 중의 다.에 따라 시험하고 무거운 이물이 있을 때는 1.2.1 일반 이물 중의 라.에 따라 시험한다.</p>	<p>이용하여 증류수로 검체가 부서지지 않게 주의하면서 검체 외부를 충분히 세척한 후 검체를 부서지지 않게 주의하며 비커에서 제거한다. 세척액을 부흐너깔때기 혹은 힐슈깔때기로 흡인 여과하여 여과지상의 이물을 검사한다. 작은 조직이 많을 때는 세척액을 와일드만플라스크에 옮기고 미네랄 오일(Mineral oil)을 가하여 위의 1.2.1 일반 이물시험 다.에 따라 시험한다. 무거운 이물이 있을 때는 1.2.1 일반 이물시험 라.에 따라 시험한다.</p>
<p>허) <u>영아용 조제유, 성장기용 조제유(탄화물)</u></p> <p>(1) <u>분석원리</u></p> <p><u>조제유류를 2% EDTA 용액에 녹인 후 Milk Sediment Disk를 통과시켜서 Disk상에 남아 있는 이물이나 탄화물의 존재 여부를 관찰한다.</u></p> <p>(2) <u>장치</u></p> <p>(가) <u>Milk Sediment Disk: 33</u></p>	<p>허) <u>조제유류(영아용 조제유, 성장기용 조제유) 중 탄화물</u></p> <p><u>검체 100 g을 1 L 비커에 넣고 2% EDTA-4Na(Ethylene diamine tetraacetic acid tetrasodium salt) 용액 100 mL를 가하고 덩어리가 없도록 유리막대 등으로 부수면서 균질화 한다. 비커에 2% EDTA-4Na용액 400 mL를 천</u></p>

현 행	개 정(안)
<p><u>mm</u></p> <p><u>(나) Filtration apparatus</u></p> <p><u>(다) 브후나 깔때기 또는 힐슈 깔때기</u></p> <p><u>(라) 진공펌프</u></p> <p><u>(3) 시약 및 시액</u></p> <p><u>2 % EDTA(Ethylene-diamine -tetraacetic acid) solution:</u> <u>EDTA 20 g을 증류수 980 mL에 넣고 40°C 항온수조에 넣어 잘 용해시킨 후 사용한다.</u></p> <p><u>(4) 시험방법</u></p> <p><u>검사시료 100 g을 1 L의 비이커에 넣고 2% EDTA용액 100 mL를 가하여 잘 섞어서 덩어리가 없도록 한 후 저으면서 2% EDTA용액 400 mL를 천천히 가한다.</u></p> <p><u>저어 섞는 동안에 차차 황색의 반투명한 액체가 되며 약 30분간 방치하면 완전히 녹는다.</u></p> <p><u>브후나 깔때기 또는 힐슈 깔때기에 Milk Sediment Disk를 깔고 시료용액을 흡인 여</u></p>	<p><u>천히 가하면서 유리막대 등으로 젖고 약 30분 간 방치한다.</u></p> <p><u>이를 여과 필터(Milk Sediment Disk, 직경 : 33 mm)를 이용하여 흡인 여과하고, 비커에 남아있는 잔류물은 증류수로 세척하여 같은 여과 필터에 흡인 여과한다.</u></p> <p><u>여과 필터에 남아있는 탄화물을 판정표와 비교하여 육안으로 판정한다. 단, 전분이 함유되어 있어 여과가 곤란한 경우, 검체를 증류수 400 mL에 녹이고 판크레아틴(Pancreatin)용액 20 mL를 가하여 유리막대 등으로 균질화한 다음 항온기 등을 이용하여 40°C에서 3시간 동안 소화시키는 과정을 선행한 후 시험한다.</u></p>

현 행	개 정(안)
<p data-bbox="272 296 784 468">과하고, 비이커에 남아있는 잔류물을 증류수로 씻어내어 흡인 여과한다.</p> <p data-bbox="272 495 784 667">Milk Sediment Disk상에 남아있는 탄화물을 판정표와 비교하여 육안으로 판정한다.</p> <div data-bbox="167 699 789 898">  <p data-bbox="232 863 748 898">A 5mg B 7.5mg C 10mg D 15mg</p> </div> <p data-bbox="302 930 646 968">[탄화물 표준판정표]</p> <p data-bbox="237 999 407 1037"><신 설></p>	<p data-bbox="1016 233 1203 270">개 정(안)</p> <div data-bbox="803 699 1425 898">  <p data-bbox="868 863 1385 898">A 5mg B 7.5mg C 10mg D 15mg</p> </div> <p data-bbox="938 930 1282 968">[탄화물 표준판정표]</p> <p data-bbox="873 999 1057 1037">호) 치즈류</p> <p data-bbox="889 1062 1422 1969"> <u>검체 100 g을 가로, 세로 각각 약 10 mm의 크기로 잘라 비커에 넣고 열탕 300 mL를 가한 후 끓는 물에서 30분 동안 유리막대 등을 이용하여 균질화하면서 중탕한다. 비커에 염산 12 mL를 가하고 끓는 물에서 검체가 녹을 때까지 중탕한 후, 뜨거운 상태에서 검체를 와일드만플라스크로 옮긴다. 비커를 열탕, 60% 에탄올의 순서대로 세척하고 세척액을 위의 와일드만 플라스크에 합치고 실온까지 방냉한 후 1.2.1</u> </p>

현 행	개 정(안)
<p>1.3 ~ 1.4 (생 략) <u><신 설></u> 1.5 (생 략) <u><신 설></u></p>	<p><u>일반 이물시험 다. 및 라.에 따 라 시험한다.</u></p> <p>1.3 ~ 1.4 (현행과 같음) 1.5 물성시험법 1.5.1 (현행 1.5와 같음) 1.5.2 <u>고령친화식품 물성시험</u> <u>고령친화식품 중 고령자가 섭취하 기 편리하도록 경도나 점도를 조정 하여 제조된 제품에 적용한다.</u></p> <p>1.5.2.1 <u>경도시험법</u> <u>제1법에 따라 시험하는 것을 원칙 으로 한다. 다만, 죽 등 유동성식 품, 밥 등 형태를 특정할 수 없는 식품, 면류 등 제1법으로 측정이 불가능한 제품은 제2법에 따라 시험 한다.</u></p> <p>가. 제1법</p> <p>1) <u>시험법 적용 범위</u> <u>고령친화식품으로서 고령자가 씹 기 편하도록 경도를 조정하여 제 조된 고체 식품에 적용한다(단, 제2법 적용대상은 제외).</u></p> <p>2) <u>분석원리</u> <u>막대기 형태의 프로브를 사용하 여 일정한 속도로 검체를 뚫어</u></p>

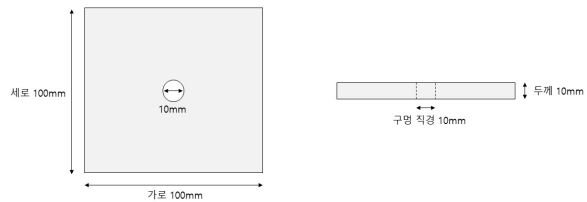
현 행

개 정(안)

관통할 때의 힘값(N)을 프로브의 밑면적(m^2)으로 나눈 응력(N/m^2)의 최대값을 측정한다.

3) 장치

물성측정기(Texture analyzer), 물성측정용 프로브(원형, 밑면의 직경 5 mm) 및 물성측정용 아크릴 바닥판(두께 10 mm, 정중앙 직경 10 mm 구멍)



* 물성측정용 바닥판(바닥판의 가로, 세로 크기는 사용 장비에 맞게 조절 가능)

4) 시험조작

가) 검체채취

검체는 너비 20 mm 이상의 크기로 하여 측정하되 가능한 절단 등의 전처리를 하지 않고 그대로 사용한다. 특정한 형태로 절단하여 섭취하도록 명시된 경우 제품의 표시사항에 따라 절단한 것을 시료로 한다. 이때,

현 행

개 정(안)

여러 종류의 고형물을 포함하거나 시료의 부위별로 경도가 다른 경우 가장 단단한 부위를 측정하며, 단순조리과정을 거쳐 섭취하는 제품의 경우 제품 표시사항의 조리방법에 따라 조리한 것을 시료로 사용한다.

나) 실험

프로브가 바닥판 구멍의 중앙에 위치하도록 바닥판을 고정한다. 시료를 올려놓은 후 표1과 같은 조건에서 프로브가 시료를 완전히 뚫고 지나가는 동안 측정되는 응력 중 최대값을 측정한다.

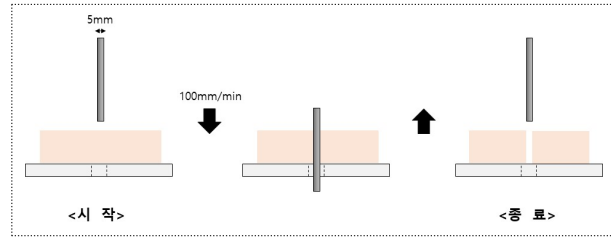
표 1. 5 mm 프로브 사용시 물성 측정기 사용 조건

<u>항목</u>	<u>제1법</u>
<u>프로브(Probe) 형태</u>	<u>◦ 원형(밀면의 직경 5 mm)</u>
<u>천공바닥판</u>	<u>◦ 두께 10 mm ◦ 정중앙 직경 10 mm 구멍</u>
<u>테스트 속도</u>	<u>◦ 100 mm/min</u>
<u>측정온도</u>	<u>◦ 20 ± 2℃</u>
<u>측정깊이</u>	<u>◦ 완전히 관통</u>

.....

현 행

개 정(안)



5) 판정

가) 프로브(probe)로 시료를 관통할 때 측정되는 힘값(N) 중 최대값을 측정값으로 한다.

나) 측정값을 프로브의 밑넓이로 나눈 응력(N/m²)을 결과 값으로 한다.

* 직경이 5 mm인 프로브의 밑넓이 : 19.6 mm²

$$* \text{응력}(N/m^2) = \frac{\text{측정값}(N)}{19.6(mm^2)} \times 10^6(mm^2/m^2)$$

다) 제품 1 품목당 5개의 검체를 준비하여 반복 실험을 진행하고 최대, 최소값을 제외한 3회 평균값을 경도(N/m²)로 한다.

나. 제2법

1) 시험법 적용 범위

고령친화식품으로서 고령자가 씹기 편하도록 경도를 조정하여 제조된 제품 중 죽 등 유동성식품,

현 행	개 정(안)
	<p>밥 등 형태를 특정할 수 없는 식품 또는 면류 등 제1법으로 측정이 불가능한 제품에 적용한다.</p> <p>2) 분석원리</p> <p>막대기 형태의 프로브를 사용하여 일정한 속도로 검체를 압착할 때의 힘값(N)을 프로브의 밑면적(m^2)으로 나눈 응력(N/m^2)의 최대값을 측정한다.</p> <p>3) 장치</p> <p>물성측정기(Texture analyzer), 물성측정용 프로브(원형, 밑면의 직경 20 mm) 및 시료 용기(직경 40 mm, 높이 20 mm)</p> <div data-bbox="868 1291 1404 1470" data-label="Diagram"> <p>The diagram shows two technical drawings. On the left is a circle representing the probe's cross-section, with a horizontal double-headed arrow across its center labeled '내경 40mm'. On the right is a rectangle representing the sample container, with a vertical double-headed arrow on its right side labeled '높이 20mm'.</p> </div> <p>* 물성측정용기</p> <p>4) 시험조작</p> <p>가) 검체채취</p> <p>시료를 시료용기에 15 mm 높이로 충전한다. 다만, 측정용기에 담으면 물성이 변화하는 것, 측정용기로 옮겨 담을 수 없는</p>

현 행

개 정(안)

것 등은 측정에 지장이 없음을 확인하여 클리어런스(최대 압착 시 용기바닥과 프로브 사이의 거리)를 시료두께의 30%로 하여 직접 측정할 수 있다. 이때, 여러 종류의 고형물을 포함하는 제품은 가장 단단한 고형물을, 물 등과 혼합하거나 가열하는 등 단순조리과정을 거쳐 섭취하는 제품의 경우 제품 표시사항의 조리방법에 따라 조리한 것을 시료로 사용한다.

나) 실험

시료를 담은 용기가 프로브의 중앙에 위치하도록 한 다음 표 2와 같은 조건에서 제품을 압착할 때 측정되는 응력 중 최대값을 측정한다.

표 2. 20 mm 프로브 사용시 물성측정기 사용 조건

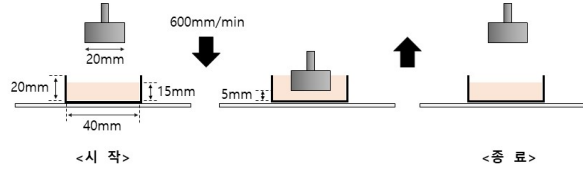
항목	제2법
프로브(Probe) 형태	◦ 원형(밑면의 직경 20 mm)
시료용기	◦ 직경(내경) 40 mm ◦ 높이 20 mm
테스트 속도	◦ 600 mm/min
측정온도	◦ 20 ± 2℃

현 행

개 정(안)

측정깊이

◦ 바닥에서 5 mm 까지(또는 직접 측정하는 경우 클리어런스 30%)



5) 판정

가) 프로브(probe)로 압착시 측정되는 힘값(N) 중 최대값을 측정값으로 한다.

나) 측정값을 프로브의 밑넓이로 나눈 응력(N/m²)을 결과 값으로 한다.

* 직경이 20 mm 프로브의 밑넓이 : 314 mm²

*
$$\text{응력}(N/m^2) = \frac{\text{측정값}(N)}{314(mm^2)} \times 10^6(mm^2/m^2)$$

다) 제품 1 품목당 5개의 검체를 준비하여 반복 실험을 진행하고 최대, 최소값을 제외한 3회 평균값을 경도(N/m²)로 한다.

1.5.2.2 점도시험법

가. 시험법 적용 범위

고령친화식품 중 경도 20,000

현 행

개 정(안)

N/m²미만의 액상제품에 적용한다.

나. 분석원리

회전형 점도계의 스피ن들을 일정한 속도로 회전시킬 때의 점도를 측정한다.

다. 장치 : 회전형점도계 (Viscometer)

표 1. 점도계 사용 조건

항목	시험조건
장비	◦ 회전형 점도계(LV형 또는 이와 동등이상의 점도계)
스핀들	◦ 점도 측정용 스피들
용기	◦ 유리비커 (직경 90 mm, 부피 600 mL) ◦ 시료량 500 mL
측정온도	◦ 20 ± 2℃
테스트 속도	◦ 12 rpm

라. 시험조작

가) 검체채취

유리비커(600 mL, 직경 90 mm)에 시료 약 500 mL을 채운다.

나) 실험

시료용액의 중앙에 스피ن들을 위치시키고 스피인들의 표시 지점까지 잠기게 한다. 이때 스피인들 하단에 기포가 발생하지 않도록 주

현 행	개 정(안)
<p>1.6 ~ 1.7 (생 략)</p> <p>2. 식품성분시험법</p> <p>2.1 ~ 2.1.5.3 (생 략)</p> <p>2.1.5.4 지방산</p> <p>가. 제1법</p> <p>1) ~ 2) (생 략)</p> <p>3) 장치</p>	<p><u>의한다. 시료온도 20 ± 2℃에서 회전형점도계의 스피ن들을 12 rpm으로 회전시켜 2분후의 값을 측정한다.</u></p> <p><u>마. 판정</u></p> <p>1) <u>측정된 점도값(mPa·s)을 결과값으로 한다. 다만, 점도값으로 직접 표시되지 않는 장비를 사용하는 경우 측정된 수치에 대응하는 계수를 곱하여 환산한 점도값(mPa·s)을 결과값으로 한다.</u></p> <p><u>* 점도(mPa·s) = 측정값 × 계수</u></p> <p>2) <u>제품 1품목당 3개의 검체를 준비하여 각각 실험을 진행한 후 3회 실험의 평균값을 점도(mPa·s)로 한다.</u></p> <p>1.6 ~ 1.7 (현행과 같음)</p> <p>2. 식품성분시험법</p> <p>2.1 ~ 2.1.5.3 (현행과 같음)</p> <p>2.1.5.4 지방산</p> <p>가. 제1법</p> <p>1) ~ 2) (현행과 같음)</p> <p>3) 장치</p>

현 행	개 정(안)
<p>가) ~ 나) (생략)</p> <p><u><신설></u></p> <p>4) 시약 및 시액</p> <p><u>가) 시약</u></p> <p>(1) 14% 트리플루오로보란메탄올 용액(125 g BF₃/L MeOH)</p> <p>(2) 메탄올성 수산화나트륨용액 (0.5 N) : 수산화나트륨 2 g 을 메탄올 100 mL로 조제한다. 장시간 방치하는 경우 흰 침전(탄산나트륨)이 생길 수 있으나 이는 무시하여도 된다.</p> <p>(3) <u>이소옥탄(Isooctane) : 기체크로마토그래프용</u></p> <p><u><신설></u></p> <p><u><신설></u></p> <p>(4) <u>내부표준용액 : triundecanoin(C_{11:0}) 0.01 g을 이소옥탄(Isooctane)용액에 녹여 10 mL가 되게 한다(1 mg/mL).</u></p>	<p>가) ~ 나) (현행과 같음)</p> <p><u>다) 가열기(heating block)</u></p> <p><u>라) 질소농축기</u></p> <p>4) 시약 및 시액</p> <p><u><삭제></u></p> <p><u>가) 14% 트리플루오로보란메탄올 용액(125 g BF₃/L MeOH)</u></p> <p><u>나) 메탄올성 수산화나트륨용액 (0.5N) : 수산화나트륨 2 g을 메탄올 100 mL로 조제한다. 장시간 방치하는 경우 흰 침전(탄산나트륨)이 생길 수 있으나 이는 무시하여도 된다.</u></p> <p><u>다) 이소옥탄</u></p> <p><u>라) 무수황산나트륨</u></p> <p><u>마) 포화 염화나트륨용액</u></p> <p><u>바) 내부표준용액 : 내부표준용액의 농도는 지방산 표준용액의 감응도(피크의 면적 또는 높이)보다 높게 조절한다.</u></p> <p><u>(1) 지방산 사용시 : Triundecanoin(C_{11:0})을 이소옥탄에 녹여 사용한다.</u></p> <p><u>(2) 지방산 메틸 에스테르 사용</u></p>

현 행	개 정(안)
<p>(5) 표준용액 : 각 지방산 메틸 에스테르와 내부표준물질 undecanoic acid 메틸 에스테르를 이소옥탄(Isooctane)에 녹여 각각 0.5 mg/mL이 되도록 조제한다.</p>	<p>시 : Undecanoic acid methyl ester를 이소옥탄에 녹여 사용한다.</p> <p>사) 표준용액의 조제</p> <p>(1) 지방산 사용 시 : 분석하고자 하는 지방산 0.01 g을 이소옥탄 10 mL에 녹여 표준원액으로 한다(1 mg/mL). 지방산 표준원액을 적절한 농도로 희석한 표준용액 1 mL를 유리 튜브에 취하고 내부표준용액 1 mL를 첨가한다. (단, 표준용액과 시험용액의 내부표준물질 농도가 동일한 농도가 되도록 조절한다.) ★ 이어 0.5 N 메탄올성 수산화나트륨용액 1.5 mL를 가하고 질소를 불어넣은 후 즉시 뚜껑을 덮고 혼합한다. 이어 100°C heating block에서 약 5분간 가온한다. 이를 냉각한 후 14% 트리플루오로보란메탄올 용액 2 mL를 가하고 다시 질소를 불어넣은 후 즉시 뚜껑을 덮고 혼합하고</p>

현 행	개 정(안)
	<p>100℃에서 30분간 가온한다. 이어 30~40℃로 냉각하여 이소옥탄 1 mL를 가하여 질소를 불어넣은 후 뚜껑을 덮고 이 온도에서 30초간 격렬히 진탕한다. 다음 즉시 포화 염화나트륨용액 5 mL를 가하고 질소를 불어넣은 후 뚜껑을 덮고 진탕한다. 상온으로 냉각한 후 수층으로부터 분리된 이소옥탄층을 무수황산 나트륨으로 탈수하여 표준용액으로 한다.</p> <p>(2) 개별 지방산 메틸 에스테르 사용 시 : 분석하고자 하는 지방산 메틸 에스테르를 이소옥탄에 녹여 표준원액으로 한다(1 mg/mL). 표준원액을 적절한 농도로 희석한 용액 1 mL에 바) 내부표준용액 (2) 1 mL를 첨가하여 표준용액으로 한다.</p> <p>(3) 혼합 지방산 메틸 에스테르 (FAME mixture 37종) 사용 시 : 36종 지방산 메틸 에스</p>

현 행	개 정(안)
	<p>테르¹⁾에 내부표준물질 메틸 에스테르가 포함된 표준용액을 사용한다.</p> <p>1) <u>C_{4:0}-tetraoic methyl ester,</u> <u>C_{6:0}-hexanoic methyl ester,</u> <u>C_{8:0}-octanoic methyl ester,</u> <u>C_{10:0}-decanoic methyl ester,</u> <u>C_{12:0}-dodecanoic methyl ester,</u> <u>C_{13:0}-tridecanoic methyl ester,</u> <u>C_{14:0}-tetradecanoic methyl ester,</u> <u>C_{14:1-9}-tetradecenoic methyl ester,</u> <u>C_{15:0}-pentadecanoic methyl ester,</u> <u>C_{15:1-10}-pentadecenoic methyl ester,</u> <u>C_{16:0}-hexadecanoic methyl ester,</u> <u>C_{16:1-9}-hexadecenoic</u></p>

현 행	개 정(안)
	<p><u>methyl ester,</u> <u>C_{17:0}-heptadecanoic</u> <u>methyl ester,</u> <u>C_{17:1-10}-heptadecenoic</u> <u>methyl ester,</u> <u>C_{18:0}-octadecanoic methyl</u> <u>ester,</u> <u>C_{18:1}-elaidic methyl ester,</u> <u>C_{18:1-9}-octadecenoic</u> <u>methyl ester,</u> <u>C_{18:2-6}-linolelaidic methyl</u> <u>ester,</u> <u>C_{18:2-9,12}-octadecadienoic</u> <u>methyl ester,</u> <u>C_{18:3-9,12,15}-octadecatrien</u> <u>oic methyl ester,</u> <u>C_{18:3-6,9,12}-octadecatrien</u> <u>oic methyl ester,</u> <u>C_{20:0}-eicosanoic methyl</u> <u>ester,</u> <u>C_{21:0}-heneicosanoic</u> <u>methyl ester,</u> <u>C_{20:1-8}-eicosenoic methyl</u> <u>ester,</u> <u>C_{20:2-11,14}-eicosadienoic</u></p>

현 행	개 정(안)
<p>5) 시험용액의 조제 가) 지방 및 유지</p>	<p><u>methyl ester,</u> <u>C_{20:3}-8,11,14-eicosatrienoic methyl ester,</u> <u>C_{20:3}-11,14,17-eicosatrienoic methyl ester,</u> <u>C_{20:4}-arachidonic methyl ester,</u> <u>C_{20:5}-eicosapentaenoic methyl ester,</u> <u>C_{22:0}-docosanoic methyl ester,</u> <u>C_{22:1}-9-docosaenoic methyl ester,</u> <u>C_{22:2}-docosadienoic methyl ester,</u> <u>C_{22:6}-docosahexaenoic methyl ester,</u> <u>C_{23:0}-tricosanoic methyl ester,</u> <u>C_{24:0}-lignoceric methyl ester,</u> <u>C_{24:1}-nervonic methyl ester</u></p> <p>5) 시험용액의 조제 검체 약 25 mg을 유리 튜브에 정</p>

현 행	개 정(안)
<p>검체 약 25 mg을 유리 튜브에 정밀히 취하고 내부표준용액 1 mL를 첨가한다. 이어 0.5 N 메탄올성 수산화나트륨용액 1.5 mL를 가하고 질소를 불어넣은 후 즉시 뚜껑을 덮고 혼합한다. 이어 100°C heating block에서 약 5분간 가온한다. 이를 냉각한 후 14% 트리플루오로보란메탄올 용액 2 mL를 가하고 다시 질소를 불어넣은 후 즉시 뚜껑을 덮고 혼합하고 100°C에서 30분간 가온한다. 이어 30~40°C로 냉각하여 이소옥탄(Isooctane)용액 1 mL를 가하여 질소를 불어넣은 후 뚜껑을 덮고 이 온도에서 30초간 격렬히 진탕한다. 다음 즉시 포화 염화나트륨용액 5 mL를 가하고 질소를 불어넣은 후 뚜껑을 덮고 진탕한다. 상온으로 냉각한 후 수층으로부터 분리된 이소옥탄(Isooctane)층을 무수황산나트륨으로 탈수하여 시험용액으로 한다.</p>	<p>밀히 취하고 내부표준용액 1 mL를 첨가한다. 사) 표준용액의 조제 (1) 지방산 사용시 ★ 이하에 따라 시험하여 시험용액으로 한다.</p>
6) ~ 8) (생 략)	6) ~ 8) (현행과 같음)

현 행	개 정(안)
<p>나. 제2법</p> <p>1) ~ 2) (생 략)</p> <p>3) 장치</p> <p><u>기체크로마토그래프 : 불꽃이온화</u> <u>검출기(Flame Ionization</u> <u>Detector, FID)</u></p> <p><u><신 설></u></p> <p><u><신 설></u></p> <p><u><신 설></u></p> <p><u><신 설></u></p> <p><u><신 설></u></p> <p><u><신 설></u></p> <p>4) 시약 및 시액</p> <p>가) 시약</p> <p>(1) <u>피로갈롤</u></p> <p>(2) <u>8.3 M 및 12 M 염산 용액</u></p> <p>(3) <u>수산화암모늄 용액 : 58%(w/w)</u></p> <p>(4) <u>디에틸에테르 : 지방 추출용</u></p> <p>(5) <u>무수 석유에테르</u></p> <p>(6) <u>에탄올 : 95%(v/v)</u></p> <p>(7) <u>톨루엔</u></p> <p>(8) <u>클로로포름</u></p> <p>(9) <u>무수 황산나트륨(Na₂SO₄)</u></p>	<p>나. 제2법</p> <p>1) ~ 2) (현행과 같음)</p> <p>3) 장치</p> <p>가) <u>기체크로마토그래프 : 불꽃이</u> <u>온 화 검 출 기 (F l a m e</u> <u>Ionization Detector, FID)</u></p> <p>나) <u>교반기(vortex mixer)</u></p> <p>다) <u>수조(shaking water bath)</u></p> <p>라) <u>원심분리기(centrifuge)</u></p> <p>마) <u>가열기(heating block)</u></p> <p>바) <u>질소농축기</u></p> <p>사) <u>드라이오븐</u></p> <p>4) 시약 및 시액</p> <p>가) <u>피로갈롤(Pyrogallol)</u></p> <p>나) <u>8.3 M 및 12 M 염산 용액:</u> <u>8.3 M의 염산 용액을 제조할</u> <u>경우, 12 M 염산 용액 250</u> <u>mL를 물 110 mL에 용해하고</u> <u>혼합하여 사용한다.</u></p> <p>다) <u>수산화암모늄 용액 : 28~</u> <u>30%(w/w)</u></p> <p>라) <u>디에틸에테르</u></p> <p>마) <u>무수 석유에테르(Petroleum</u> <u>ether)</u></p>

현 행	개 정(안)
<p>(10) 7% 트리플루오로보란메탄 올 용액: 14% 트리플루오 로보란메탄올 용액을 메탄 올로 희석하여 사용한다.</p> <p>(11) 에테르 혼합 추출용매: 디에 틸에테르와 무수 석유에테 르(1 : 1) 혼합 용매(v/v)</p> <p>(12) 내부표준용액 : triundecanoin(C_{11:0}) 0.05 g을 클로로포름에 녹여 10 mL가 되게 한다(5 mg/mL).</p> <p>(13) 표준용액의 조제 : 36종 지방 산 메틸 에스테르¹⁾와 내부표 준물질 (undecanoic acid methyl ester)를 헥산에 녹여 각각 1 mg/mL가 되도록 조</p>	<p>바) 에탄올</p> <p>사) 톨루엔</p> <p>아) 클로로포름</p> <p>자) 무수 황산나트륨</p> <p>차) 7% 트리플루오로보란메탄올 용액: 14% 트리플루오로보 란메탄올 용액을 메탄올로 희석하여 사용한다.</p> <p>카) 헥산</p> <p>타) 내부표준용액 : 내부표준용액 의 농도는 지방산 표준용액 의 감응도(피크의 면적 또는 높이)보다 높게 조절한다.</p> <p>(1) 지방산 사용시 : Triundecanoin(C_{11:0})을 클로 로포름에 녹여 사용한다.</p> <p>(2) 지방산 메틸 에스테르 사용 시 : Undecanoic acid methyl ester를 클로로포름에 녹여 사용한다.</p> <p>파) 표준용액의 조제</p> <p>(1) 지방산 사용 시 : 분석하고자 하는 지방산 0.01 g을 클로로 포름 10 mL에 녹여 표준원 액으로 한다(1 mg/mL). 지</p>

현 행	개 정(안)
<p><u>제한다.</u></p>	<p><u>방산 표준원액을 적절한 농도로 희석한 표준용액 1 mL를 15mL 시험관에 취하고 내부표준용액 1 mL를 첨가한다. (단, 표준용액과 시험용액의 내부표준물질 농도가 동일한 농도가 되도록 조절한다.) 시험관에 2~3 mL 클로로포름과 2~3 mL 디에틸 에테르를 넣어 혼합한 후 ★ 40℃ 수조에서 질소 농축하고 2 mL 7% 트리플루오로보란메탄을 용액과 1 mL의 톨루엔을 첨가한다. 테프론/실리콘 재질의 마개로 잘 밀봉하여 100℃ 오븐에서 45분간 가열한 후 실온으로 냉각한다. 5 mL 물, 1 mL 헥산 및 약 1 g 무수 황산나트륨을 첨가한 후 진탕하여 정치하고 분리된 상층액을 취하여 약 1 g의 무수 황산나트륨을 담은 다른 바이알(Vial)에 넣고 탈수한 후 표준용액으로 한다.</u></p>

현 행	개 정(안)
<p>1) C_{4:0}-tetraanoic methyl ester, C_{6:0}-hexanoic methyl ester, C_{8:0}-octanoic methyl ester, C_{10:0}-decanoic methyl ester, C_{12:0}-dodecanoic methyl ester, C_{13:0}-tridecanoic methyl ester, C_{14:0}-tetradecanoic methyl ester, C_{14:1}-9-tetradecenoic methyl ester, C_{15:0}-pentadecanoic methyl</p>	<p>(2) <u>개별 지방산 메틸 에스테르</u> <u>사용 시 : 분석하고자 하는 지방산 메틸 에스테르를 클로로포름에 녹여 표준 원액으로 한다(1 mg/mL). 표준 원액을 적절한 농도로 희석한 용액 1 mL에 타) 내부표준용액 (2) 1 mL를 첨가하여 표준용액으로 한다.</u></p> <p>(3) <u>혼합 지방산 메틸 에스테르(FAME mixture 37종)</u> <u>사용 시 : 36종 지방산 메틸 에스테르에 내부표준물질 메틸 에스테르가 포함된 표준용액을 사용한다.</u></p> <p><u><삭 제></u></p>

현 행	개 정(안)
ester, C _{15:1-10} -pentadecenoic methyl ester,	
C _{16:0} -hexadecanoic methyl ester,	
ester, C _{16:1-9} -hexadecenoic methyl ester,	
C _{17:0} -heptadecanoic methyl ester,	
ester, C _{17:1-10} -heptadecenoic methyl ester,	
C _{18:0} -octadecanoic methyl ester,	
ester, C _{18:1-elaidic} methyl ester,	
ester, C _{18:1-9} -octadecenoic methyl ester,	
C _{18:2-6} -linolelaidic methyl ester,	
e s t e r , C _{18:2-9,12} -octadecadienoic methyl ester,	
C _{18:3-9,12,15} -octadecatrienoic methyl ester,	
C _{18:3-6,9,12} -octadecatrienoic methyl ester,	
ester, C _{20:0} -eicosanoic methyl ester,	
C _{21:0} -heneicosanoic methyl ester,	
ester, C _{20:1-8} -eicosenoic methyl ester,	
C _{20:2-11,14} -eicosadienoic	

현 행	개 정(안)
<p> methyl ester, C_{20:3}-8,11,14-eicosatrienoic methyl ester, C_{20:3}-11,14,17-eicosatrienoic methyl ester, C_{20:4}-arachidonic methyl ester, C_{20:5}-eicosapentaenoic methyl ester, C_{22:0}-docosanoic methyl ester, C_{22:1}-9-docosaenoic methyl ester, C_{22:2}-docosadienoic methyl ester, C_{22:6}-docosahexaenoic methyl ester, C_{23:0}-tricosanoic methyl ester, C_{24:0}-lignoceric methyl ester, C_{24:1}-nervonic methyl ester </p>	
<p>5) 지방 추출</p> <p>지방 추출에 앞서 검체를 균질화한다. 내부표준물질로 사용하는 undecanoic acid에 대한 간섭을 확인하기 위하여 내부표준물질 없이 시험용액을 조제하여 분석하고 해당 피크가 발견되면 내부표준물질 피크면적을 계산 시 보정한다.</p>	<p>5) 지방 추출</p> <p>지방 추출에 앞서 검체를 균질화한다. 내부표준물질로 사용하는 undecanoic acid에 대한 간섭을 확인하기 위하여 내부표준물질 없이 시험용액을 조제하여 분석하고 해당 피크가 발견되면 내부표준물질 피크면적을 계산 시 보정한다.</p>

현 행	개 정(안)
<p>이를 위해 내부표준용액 대신 클로로포름 2 mL을 사용한다.</p> <p>가) 우유 등 유제품 및 치즈를 제외한 식품</p> <p>균질화된 검체를 약 100~200 mg의 지방을 포함하는 양으로 정확히 칭량하여 마조니어(Mojonnier)관에 넣고 약 100 mg의 피로갈롤을 첨가한 후, 2 mL의 내부표준용액을 첨가한다. 마조니어(Mojonnier)관에 끓임쪽을 넣고 2 mL 에탄올을 첨가하여 전체 검체가 잘 섞일 때까지 혼합한다. 8.3 M 염산용액 10 mL을 넣고 잘 섞는다. 마조니어(Mojonnier)관의 마개를 고무줄 혹은 테프론테이프 등으로 밀봉한 후, 70~80°C의 수조에서 적당한 속도로 교반하면서 40분간 분해한다. 마조니어(Mojonnier)관의 벽면에 붙어있는 입자들이 잘 혼합될 수 있도록 매 10분마다 교반기로 혼합한다. 분해 후, 실온으로 냉각하고 에테르 추출 시 분액이 용이하도록 마조니어</p>	<p>이를 위해 내부표준용액 대신 클로로포름 1 mL를 사용한다.</p> <p>가) 우유 등 유제품 및 치즈를 제외한 식품</p> <p>균질화된 검체를 약 50~100 mg의 지방을 포함하는 양으로 정확히 칭량하여 시험관에 넣고 약 50 mg의 피로갈롤을 첨가한 후, 1 mL의 내부표준용액을 첨가한다. 시험관에 끓임쪽을 넣고 1 mL 에탄올을 첨가하여 혼합한다. 8.3 M 염산용액 5 mL를 넣고 혼합한다. 시험관의 마개를 테프론테이프로 밀봉한 후, 70~80°C의 수조에서 적당한 속도로 교반하면서 40분간 분해한다. 시험관의 벽면에 붙어있는 입자들이 잘 혼합될 수 있도록 매 10분마다 교반기로 혼합한다. 분해 후, 실온으로 냉각하고 에테르 추출 시 분액이 용이하도록 에탄올 2 mL를 첨가하여 혼합한다.</p>

현 행	개 정(안)
<p>(Mojonnier)관의 아래 부분을 에탄올을 첨가하여 채운 후 부드럽게 섞어준다.</p> <p>나) 우유 등 유제품</p> <p>균질화된 검체를 약 100~200 mg의 지방을 포함하는 양으로 정확히 칭량하여 마조니어(Mojonnier)관에 넣고 약 100 mg의 피로갈롤을 첨가한 후, 2 mL의 내부표준용액을 첨가한다. 마조니어(Mojonnier)관에 끓임쪽을 넣고 2 mL 에탄올을 첨가하여 전체 검체가 잘 섞일 때까지 혼합한다. 4 mL의 물을 첨가하여 잘 섞은 후 2 mL의 수산화암모늄을 첨가하여 교반하고 마조니어(Mojonnier)관의 마개를 고무줄 혹은 테프론테이프 등으로 밀봉한 후, 70~80°C의 수조에서 적당한 속도로 교반하면서 10분간 분해한다. 마조니어(Mojonnier)관의 벽면에 붙어있는 입자들이 잘 혼합될 수 있도록 매 5분마다 교반기로 혼합한다. 분해 후 페놀프탈레인 용액</p>	<p>나) 우유 등 유제품</p> <p>균질화된 검체를 약 50~100 mg의 지방을 포함하는 양으로 정확히 칭량하여 시험관에 넣고 약 50 mg의 피로갈롤을 첨가한 후, 1 mL의 내부표준용액을 첨가한다. 시험관에 끓임쪽을 넣고 1 mL 에탄올을 첨가하여 혼합한다. 2 mL의 물, 1 mL의 수산화암모늄 용액을 첨가하여 교반하고 시험관의 마개를 테프론테이프 로 밀봉한 후, 70~80°C의 수조에서 적당한 속도로 교반하면서 10분간 분해한다. 시험관의 벽면에 붙어있는 입자들이 잘 혼합될 수 있도록 매 5분마다 교반기로 혼합한다. 분해 후 페놀프탈레인 용액을 몇 방울 넣고 염기성(분홍색)이 유지될 수 있도록 수산화암모늄 용액을 첨가한다. 에테르 추출 시 분액이 용이하도록 에탄올 2 mL를 첨가하여</p>

현 행	개 정(안)
<p>을 몇 방울 넣고 염기성(분홍색)이 유지될 수 있도록 수산화암모늄을 첨가한다. 에테르 추출 시 분액이 용이하도록 마조니어(Mojonnier)관의 아래 부분을 에탄올을 첨가하여 채운 후 부드럽게 섞어준다.</p> <p>다) 치즈</p> <p>균질화된 검체를 약 100~200 mg의 지방을 포함하는 양으로 정확히 칭량하여 마조니어(Mojonnier)관에 넣고 약 100 mg의 피로갈롤을 첨가한다. 그리고 2 mL의 내부표준용액을 첨가한다. 마조니어(Mojonnier)관에 끓임쪽을 넣고 2 mL 에탄올을 첨가하여 전체 검체가 잘 섞일 때까지 혼합한다. 4 mL의 물을 첨가하여 잘 섞은 후 2 mL의 수산화암모늄을 첨가하여 교반하고 마조니어(Mojonnier)관의 마개를 고무줄 혹은 테프론테이프 등으로 밀봉한 후, 70~80°C의 수조에서 적당한 속도로 교반하면서 20분간 분해한다. 마조니</p>	<p>혼합한다.</p> <p>다) 치즈</p> <p>균질화된 검체를 약 50~100 mg의 지방을 포함하는 양으로 정확히 칭량하여 시험관에 넣고 약 50 mg의 피로갈롤을 첨가한 후, 1 mL의 내부표준용액을 첨가한다. 시험관에 끓임쪽을 넣고 1 mL 에탄올을 첨가하여 혼합한다. 2 mL의 물, 1 mL의 수산화암모늄 용액을 첨가하여 교반하고 시험관의 마개를 테프론테이프 등으로 밀봉한 후, 70~80°C의 수조에서 적당한 속도로 교반하면서 20분간 분해한다. 시험관의 벽면에 붙어있는 입자들이 잘 혼합될 수 있도록 매 5분마다 교반기로 혼합한다. 12 M 염산용액 5 mL를 추가하여 첨가하고 20분간</p>

현 행	개 정(안)
<p>어(Mojonnier)관의 벽면에 붙어 있는 입자들이 잘 혼합될 수 있도록 매 5분마다 교반기로 혼합한다. 12 M 염산용액 10 mL을 추가하여 첨가하고 20분간 분해한다. 마조니어(Mojonnier)관의 벽면에 붙어있는 입자들이 잘 혼합될 수 있도록 매 10분마다 교반기로 혼합한다. 에테르 추출 시 분액이 용이하도록 마조니어(Mojonnier)관의 아래 부분을 에탄올을 첨가하여 채운 후 부드럽게 섞어준다.</p> <p>라) 에테르 추출 가), 나) 및 다)에서 준비된 마조니어(Mojonnier)관의 분해물에 25 mL 디에틸에테르를 첨가하고 마개를 한 후 5분간 진탕하여 추출한다. 에테르 혼합 추출용매로 마개를 씻고 25 mL의 무수 석유에테르를 추가하여 5분간 다시 진탕 추출하고 600 rpm에서 5분간 원심분리한다. 원심분리가 어려울 경우, 상층이 깨끗해질 때까지 적어도 1시간 이상 방치하</p>	<p>분해한다. 시험관의 벽면에 붙어 있는 입자들이 잘 혼합될 수 있도록 매 10분마다 교반기로 혼합한다. 에테르 추출 시 분액이 용이하도록 에탄올 2 mL를 첨가하여 혼합한다.</p> <p>라) 에테르 추출 가), 나) 및 다)에서 준비된 시험관의 분해물에 12.5 mL 디에틸에테르를 첨가하고 5분간 진탕하여 추출한다. 12.5 mL의 무수 석유에테르를 추가하여 5분간 다시 진탕 추출하고 50 × g에서 5분간 원심분리한다. 원심분리가 어려울 경우, 상층이 깨끗해질 때까지 적어도 1시간 이상 방치하여 분리한다. 15 mL 시험관에 에테르 층을 분액한 후 질소를</p>

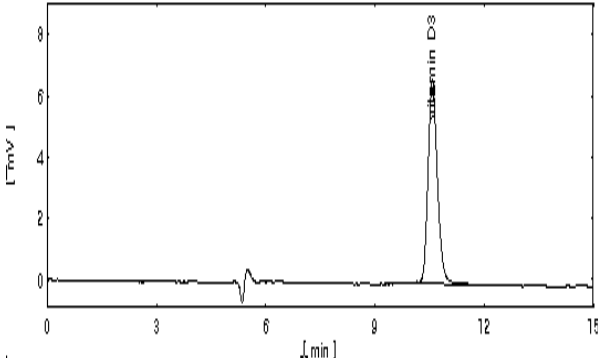
현 행	개 정(안)
<p>여 분리한다. 에테르 혼합 추출 용매로 마개를 씻고 150 mL 비커에 에테르 층을 분액한 후 증발시키기 위해 질소를 사용하여 35~40°C 수조에서 에테르를 천천히 증발시킨다.</p>	<p>사용하여 35~40°C 수조에서 에테르를 천천히 증발시킨다.</p>
<p>6) 시험용액의 조제</p> <p>2~3 mL 클로로포름과 2~3 mL 디에틸에테르로 추출한 지방을 녹여 15 mL 시험관으로 옮긴 후, 40°C 수조에서 질소 농축하고 2.0 mL 7% 트리플루오로보란메탄올 용액과 1 mL의 톨루엔을 첨가한다. 테프론/실리콘 재질의 마개로 잘 밀봉하여 100°C 오븐에서 45분간 가열한 후 실온으로 냉각한다. 5.0 mL 증류수, 1.0 mL 헥산 및 약 1.0 g 무수 황산나트륨을 첨가한 후 진탕하여 정치하고 분리된 상층액을 취하여 약 1.0 g의 무수 황산나트륨을 담은 다른 바이알(Vial)에 넣고 탈수한 후 시험용액으로 한다.</p>	<p>6) 시험용액의 조제</p> <p>시험관에 2~3 mL 클로로포름과 2~3 mL 디에틸에테르를 첨가해 추출한 지방을 녹인 후 4) 시약 및 시액 과) 표준용액 (1) 지방산 사용시 ★ 이하에 따라 시험하여 시험용액으로 한다.</p>
<p>7) ~ 9) (생략)</p>	<p>7) ~ 9) (현행과 같음)</p>

현 행	개 정(안)
<p>다. 제3법 (생 략)</p> <p>2.1.5.5 ~ 2.2.2.2 (생 략)</p> <p>2.2.2.3 비타민B₂</p> <p>가. (생 략)</p> <p>나. <u>고속액체크로마토그래프에 의한 정량법</u></p> <p>1) (생 략)</p> <p>2) 시약 및 시액</p> <p>가) 메탄올 : <u>고속액체크로마토그래프피용</u></p> <p>나) (생 략)</p> <p>다) 표준용액의 조제</p> <p>(1) (생 략)</p> <p>(2) FMN(Flavin mononucleotide) 표준용액 : FMN을 물에 녹여 0.2 μg/mL(<u>리보플라빈으로 환산</u>)의 용액으로 만든다.</p> <p><u><신 설></u></p> <p>(3) FAD(Flavin adeninedinucleotide)</p>	<p><u><삭 제></u></p> <p>2.1.5.5 ~ 2.2.2.2 (현행과 같음)</p> <p>2.2.2.3 비타민B₂</p> <p>가. (현행과 같음)</p> <p>나. <u>액체크로마토그래프에 의한 정량법</u></p> <p>1) (현행과 같음)</p> <p>2) 시약 및 시액</p> <p>가) ----- : <u>액체크로마토그래프용</u></p> <p>나) (현행과 같음)</p> <p>다) 표준용액의 조제</p> <p>(1) (현행과 같음)</p> <p>(2) ----- ----- -----(<u>리보플라빈으로 환산: × 0.7868* 또는 × 0.7317**</u>) --.</p> <p>* <u>376.36(리보플라빈 분자량) / 478.33(FMN 무수물 분자량)</u></p> <p>** <u>376.36(리보플라빈 분자량) / 514.36(FMN 이수화물 분자량)</u></p> <p>(3) -----</p>

현 행	개 정(안)
<p>ide) 표준용액 : FAD를 물에 0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$(<u>리보플라빈으로 환산</u>)의 용액으로 만든다.</p> <p><u><신 설></u></p> <p>3) ~ 5) (생 략)</p> <p>2.2.2.4 (생 략)</p> <p>2.2.2.5 나이아신</p> <p>가. ~ 나. (생 략)</p> <p>다. 액체크로마토그래프에 의한 정량</p> <p>1) ~ 6) (생 략)</p> <p>7) 정량시험</p> <p>(1) (생 략)</p> <p>(2) <u>특수의료용도등식품</u></p> $\text{나이아신}(\text{mg})^* = \frac{\text{시험용액의 농도}(\mu\text{g}/\text{mL})}{\text{시료량}(\text{mg})} \times \frac{\text{시험용액의 부피}(\text{mL})}{1000} \times \frac{1}{\text{검취량}(\text{mg})}$ <p>* <u>특수의료용도등식품</u>의 단위는 표시사항에 따라 변동될 수 있음.</p> <p>2.2.2.6 (생 략)</p> <p>2.2.2.7 비타민D</p> <p>가. <u>액체크로마토그래프에 의한 정량(제1법)</u></p>	<p>-----</p> <p>-----(<u>리보플라빈으로 환산</u>: $\times 0.4537^*$) -----.</p> <p>* <u>376.36(리보플라빈 분자량) / 829.51(FAD 무수물 분자량)</u></p> <p>3) ~ 5) (현행과 같음)</p> <p>2.2.2.4 (현행과 같음)</p> <p>2.2.2.5 나이아신</p> <p>가. ~ 나. (현행과 같음)</p> <p>다. 액체크로마토그래프에 의한 정량</p> <p>1) ~ 6) (현행과 같음)</p> <p>7) 정량시험</p> <p>(1) (현행과 같음)</p> <p>(2) <u>특수의료용도식품</u></p> $\text{나이아신}(\text{mg})^* = \frac{\text{시험용액의 농도}(\mu\text{g}/\text{mL})}{\text{시료량}(\text{mg})} \times \frac{\text{시험용액의 부피}(\text{mL})}{1000} \times \frac{1}{\text{검취량}(\text{mg})}$ <p>* <u>특수의료용도식품</u> -----</p> <p>-----.</p> <p>2.2.2.6 (현행과 같음)</p> <p>2.2.2.7 비타민D</p> <p>가. <u>액체크로마토그래프(육방전환밸브 시스템)/자외부검출기 또는 액체 크로마토그래프/질량분석기에</u></p>

현 행	개 정(안)
<p>1) (생 략)</p> <p>2) 분석원리 시료를 비누화하여 헥산으로 추출하고 그 추출물을 역상 분배형 칼럼을 이용한 육방전환밸브시스템으로 분리하여 <u>254 nm</u> 파장에서 <u>자외선흡광검출기(UV photometric detector)</u>로 정량하는 방법이다.</p> <p>3) (생 략) <u>액체크로마토그래프/자외선흡광검출기(UV photometric detector)</u> <신 설></p> <p>4) (생 략) 가) (생 략) 나) <u>헥산, 메탄올, 에탄올</u> : 액체크로마토그래프용 혹은 이와 동등한 것 다) <u>이동상</u> : 메탄올 900 mL에 에탄올 100 mL을 혼합한 용액</p>	<p><u>의한 정량</u></p> <p>1) (현행과 같음)</p> <p>2) 분석원리 ----- ----- ----- ----- <u>264 nm</u> 파장에서 <u>자외부검출기로 정량하는 방법 또는 액체크로마토그래프/질량분석기로</u> -----.</p> <p>3) (현행과 같음) <삭 제></p> <p>가) <u>액체크로마토그래프(육방전환밸브시스템)/자외부검출기(LC/UV)</u></p> <p>나) <u>액체크로마토그래프/질량분석기(LC-MS/MS)</u></p> <p>4) (현행과 같음) 가) (현행과 같음) 나) <u>헥산, 메탄올</u>: ----- ----- -----</p> <p>다) <u>수산화칼륨, 피로갈롤, 페놀프탈레인, 무수황산나트륨</u>: 특급</p>

현 행	개 정(안)
<p><u>을 830 mL 취하여 물로 1 L</u> <u>가 되도록 조제하고 탈기하여</u> <u>사용한다.(메탄올/에탄올/물 :</u> <u>74.7/8.3/17 (v/v/v))</u></p>	<p><u>시약 또는 이와 동등한 것</u></p>
<p>5) (생 략) 가) 표준원액 : <u>비타민D₂ 또는 비</u> <u>타민D₃ 100 mg을 메탄올 100</u> <u>mL에 녹여 조제한다.(1,000 μ</u> <u>g/mL)</u> 나) <u>검량곡선 표준용액 : 표준원액</u> <u>을 각각 10, 50, 100 ng/mL이</u> <u>되도록 이동상으로 희석하여</u> <u>조제한다.</u></p>	<p>5) (현행과 같음) 가) -----: <u>비타민D₂와 비타민D₃</u> <u>각각 -----</u> <u>-----.(1,000 μg/mL)</u> 나) <u>표준용액: ----- 이동상</u> <u>으로 적절히 희석하여 표준용</u> <u>액으로 한다.</u></p>
<p>6) (생 략)</p>	<p>6) (현행과 같음)</p>
<p>7) (생 략)</p>	<p>7) (현행과 같음)</p>
<p>가) (생 략)</p>	<p>가) (현행과 같음)</p>
<p>(1) (생 략)</p>	<p>(1) (현행과 같음)</p>
<p>(가) ~ (나) (생 략)</p>	<p>(가)~(나) (현행과 같음)</p>
<p>(다) <u>분석칼럼 : Capcellpak C₁₈</u> <u>UG 120V (4.6 mm×250 m</u> <u>m, 5 μm) 또는 이와 동등</u> <u>한 것</u></p>	<p>(다) -----: <u>Cadenza CD-C₁₈</u> <u>(1.5 mm × 250 mm, 3 μm)</u> ----- -----</p>
<p>(2) (생 략)</p>	<p>(2) (현행과 같음)</p>
<p>(가) <u>전처리칼럼 이동상 : 4) 시</u> <u>약 및 시액 중 다) 이동상</u></p>	<p>(가) ----- <u>80%</u> <u>(v/v) 메탄올</u></p>

현 행	개 정(안)
<p><u>참조.</u></p> <p>(나) 분석칼럼 이동상 : <u>메탄올</u> <u>/에탄올(9:1, v/v) 혼합용액</u></p> <p>(3) (생 략)</p> <p>(가) (생 략)</p> <p>(나) 분석칼럼 이동상 : <u>500 μL/</u> <u>min</u></p> <p>(4) (생 략)</p> <p>전처리 칼럼에서 비타민D의 피크 <u>용출시간을 그림 1.과 같이</u> <u>확인하고 농축을 위한 육방전환</u> <u>밸브의 조작시간을 설정한다.</u></p>	<p>(나) ----- <u>96%(v/v)</u> <u>메탄올</u></p> <p>(3) (현행과 같음)</p> <p>(가) (현행과 같음)</p> <p>(나) ----- <u>90 μL/</u> <u>min</u></p> <p>(4) (현행과 같음)</p> <p>----- -- <u>용출시간을 확인하고</u> ---- ----- -----.</p>
	<p><삭 제></p>
<p><u>그림 1. 전처리 칼럼에서 2 mg/L 농도의</u> <u>비타민D 표준용액의 크로마토그램(유속</u> <u>: 300 μL/min)</u></p> <p>(5) 주입량 : <u>210 μL</u></p> <p>(6) 검출기 : 자외부(UV) 검출기(<u>254</u> <u>nm</u>)</p>	<p>(5) ----- <u>100 μL</u></p> <p>(6) ----- (264 <u>nm</u>)</p>

현 행

나) 검량선 작성

검량곡선표준용액을 액체크로마토그래프에 210 µL씩 각각 주입하여 얻어진 크로마토그램 상의 각 피크의 넓이를 구하여 검량선을 작성한다.

다) 표준용액 및 시험용액의 크로마

개 정(안)

나) 액체크로마토그래프/질량분석

기의 측정조건

(1) 액체크로마토그래프 조건

(가) 칼럼: C₁₈(2.1×100 mm, 1.7 µm) 또는 이와 동등한 것

(나) 이동상: 5 mM 초산암모늄/메탄올(5/95)

(다) 이동상유량: 0.45 mL/min

(라) 칼럼온도: 40°C

(마) 주입량: 1 µL

(2) 질량분석기 조건

(가) Ionization: ESI positive

(나) Source temperature: 120°C

(다) Collision gas: N₂(질소 또는 비활성기체)

(라) Capillary voltage: 3.5 kV

(마) 질량분석기 분석을 위한 이온

<u>성분</u>	<u>Precursor ion(m/z)</u>	<u>Fragment ion(m/z)</u>
<u>비타민D₂</u>	<u>397</u>	<u>107, 105, 91</u>
<u>비타민D₃</u>	<u>385</u>	<u>107, 105, 79</u>

다) 검량선 작성

검량곡선표준용액을 액체크로마토

현 행

토그램

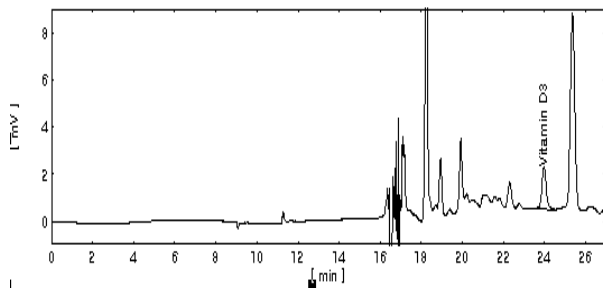
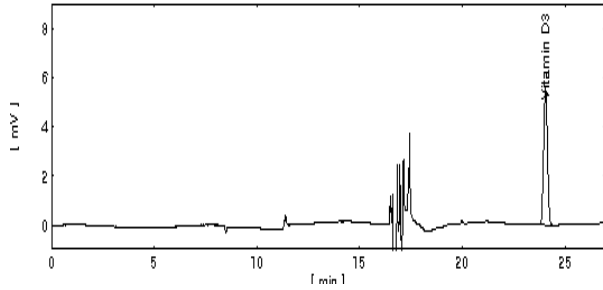


그림 2. 표준용액 및 시험용액의 크로
마토그램

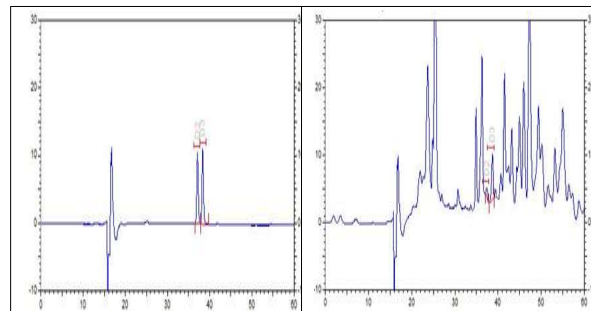
라) 정량한계 : 25 µg/kg

개 정(안)

그래프 또는 액체크로마토그래프/
질량분석기에 각각 주입하여 얻어
진 크로마토그램 상의 각 피크의
넓이를 구하여 검량선을 작성한
다.

라) 표준용액 및 시험용액의 크로마
토그램

(1) 액체크로마토그래프(육방전환
밸브시스템)/자외부검
출기



현 행

개 정(안)

그림1. 표준용액 및 시험용액의 크로마토그램.

(2) 액체크로마토그래프/질량분석기

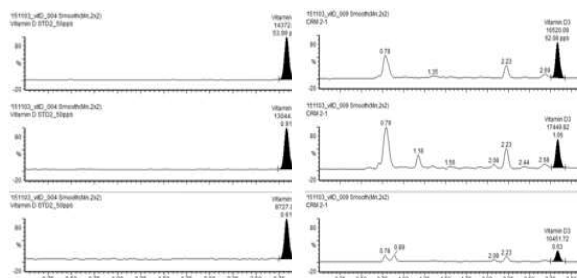


그림 2. 비타민D₃ 표준용액(100 µg/L) 및 시험용액의 크로마토그램

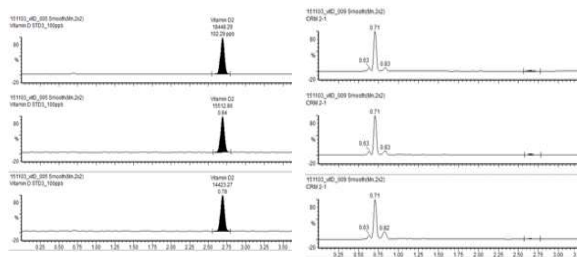


그림 3. 비타민D₂ 표준용액(100 µg/L) 및 시험용액의 크로마토그램

- 8) (생략)
- 9) (생략)
- 가) (생략)

- 8) (현행과 같음)
- 9) (현행과 같음)
- 가) (현행과 같음)

현 행	개 정(안)
<p>비타민D 함량 (IU/100 g) = $\frac{Y' \times K}{S} \times \frac{V}{1,000} \times \frac{100}{1,000}$</p> <p>$Y'$ = 검량곡선에 대입하여 얻은 시험용액의 농도(ug/L)</p> <p>K = 비타민D의 무게전환계수 (40 IU/ug)</p> <p>V = 최종용액의 부피(mL)</p> <p>S = 시료의 무게(g)</p> <p>※ 비타민D의 함량은 <u>비타민D₂</u> 또는 <u>비타민D₃</u>를 구분 하여 계산하고 <u>합한 값으로 한다.</u></p>	<p>비타민 D₂ 또는 D₃ 함량(μg/100 g) = $\frac{C \times \frac{(a \times b)}{S} \times 100}{S}$</p> <p>$C$: 시험용액 중의 비타민 D의 농도(μg/mL)</p> <p>a: 시험용액의 전량(mL)</p> <p>b: 희석배수</p> <p>S: 시료 채취량(g)</p> <p>※ ----- <u>비타민D₂</u> 와 ----- ----- <u>한다.</u> <u>비타민D 1 μg = 40 IU</u></p>
<p><u>나. 고속액체크로마토그래프를 이</u> <u>용한 정량(제2법)</u></p> <p>1) <u>시험법 적용범위 : 난황과 같이</u> <u>지질함량이 많은 시료를 제외</u> <u>한 축산물에 적용한다.</u></p> <p>2) <u>시약 및 시액</u></p> <p>가) <u>에탄올 : 에탄올(특급) 1 L 에</u> <u>50% 수산화나트륨 용액 5 m</u> <u>L 및 아연 분말 5 g을 가해</u> <u>약 2시간 환류</u></p> <p>나) <u>헥산, 아세토니트릴, 메탄올 :</u> <u>고속액체크로마토그래프용</u></p>	<p><삭 제></p>

현 행	개 정(안)
<p><u>또는 이와 동등한 것</u></p> <p>다) <u>비타민D 표준용액: 비타민D₂ 및 D₃가 1 mL중 4 IU(0.1 μg) 함유되도록 무알데히드 에탄올에 녹인다.</u></p> <p>라) <u>이동상 : (1단계 : 아세토니트릴 · 메탄올 (1:1))</u> <u>(2단계 : 0.4% 이소프로판올 · 헥산용액)</u></p> <p>마) <u>고속액체크로마토그래프용 칼럼충진제: 역상분배형 및 순상분배형 충전제</u></p> <p>3) <u>기구 및 장치</u></p> <p>가) <u>고속액체크로마토그래프 : 254 nm 또는 그 부근 파장의 자외부 흡수검출기가 부착된 2대의 고속액체크로마토그래프를 사용한다. 이중 1대는 제1단계(분취용)에, 다른 1대는 제2단계(분석용)에 사용한다.</u></p> <p>나) <u>고속액체크로마토그래프용 칼럼 : 내경 7.5 mm, 길이 300 mm와 내경 4.6 mm, 길이 250 mm의 칼럼에 각각 역상형 및 순상</u></p>	

현 행	개 정(안)
<p><u>형충진제를 채운 것.</u></p> <p><u>다) 분획포집기 (Fraction collector)</u></p> <p><u>4) 시험용액의 조제</u></p> <p><u>가. 액체크로마토그래프에 의한 정량(제1법) 6) 시험용액의 조제에 따라 조제 후 감압 건조된 최종 잔류물에 아세토니트릴:메탄올(1:1) 500 μL를 정확히 가하여 녹여 검액으로 한다.</u></p> <p><u>5) 시험방법</u></p> <p><u>가) 고속액체크로마토그래프 조건</u></p> <p><u>(1) 제1단계(분취용) 고속액체크로마토그래프</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <u>- 칼럼 : 역상형 칼럼(내경 7.5 mm, 길이 300 mm)</u> <u>- 이동상 : 아세토니트릴 : 메탄올(1:1)</u> <u>- 유속 : 2 mL/분</u> <u>- 검출기 : 자외선(UV) 검출기(254 nm)</u> <p><u>(2) 제2단계(분석용) 고속액체크로마토그래피</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <u>- 칼럼 : 순상형 칼럼(내경 4.6 mm, 길이 250 mm)</u> 	

현 행	개 정(안)
<p>- 이동상 : 0.4% 이소프로판올 · 헥산용액</p> <p>- 유속 : 1.6 mL/분</p> <p>- 검출기 : 자외선(UV) 검출기(254 nm)</p> <p>나) 정량시험</p> <p>(1) 제1단계(분취용) 고속액체크로마토그래프</p> <p>시험용액 200 μL를 정확히 취해 제1단계 고속액체크로마토그래프에 주입하여 분획포집기로 비타민D 분획을 분취한다(비타민D 표준용액의 크로마토그램으로 비타민D가 검출기에 도달하는 시간을 측정하여 피크가 검출기에 도달 하는 전후 30초 동안 분액을 받을 수 있도록 예비실험으로 분석조건을 준비 한다.</p> <p>(2) 제2단계(분석용) 고속액체크로마토그래프</p> <p>제1단계에서 얻은 비타민D획분의 용매를 감압농축하여 잔류물에 0.4% 이소프로판올· 헥산 200 μL를 정확히 가하여 녹인다. 이 용액 100 μL를 정확히 취하여 제</p>	

현 행	개 정(안)
<p>2단계 고속액체크로마토그래프에 주입하여 얻어진 크로마토그램에 나타난 비타민D의 피크의 높이 또는 면적을 측정한다.</p> <p>(3) <u>비타민D 표준용액에 대한 조작</u></p> <p>별도로 <u>비타민D 표준용액 1 mL에 대하여 상기의 시험용액의 조제 및 시험방법 제1단계, 제2단계의 조작에 따라 실행한 후 비타민D의 피크의 높이 또는 면적을 측정한다.</u></p> <p><u><계산></u></p> $\frac{\text{검사시료 중의 비타민D(IU)}}{100 \text{ g}} = \frac{P_{sa}}{P_{st}} \times \frac{S}{\text{검사시료채취량(g)}} \times 100$ <p>P_{st} : <u>검사시료채취량(g)</u></p> <p>S : <u>비타민D 표준용액의 농도(IU/mL)</u></p> <p>P_{st} : <u>비타민D 표준용액의 피크의 높이 또는 면적</u></p> <p>P_{sa} : <u>검사시료에 대한 피크의 높이 또는 면적</u></p> <p>※ <u>비타민D의 함량은 비타민D₂ 또는 비타민D₃를 구분 하여 계산하고 합한 값으로 한다</u></p>	

현 행	개 정(안)
<p><u>다. 고속액체크로마토그래프를 이용한 정량(제3법)</u></p> <p>1) <u>시험법 적용범위</u> <u>조제유류에 적용한다.</u></p> <p>2) <u>분석원리</u> <u>시료 중의 비타민D₃를 수산화칼륨에 탄올 용액으로 비누화시키고 헥산 추출 및 고체상 카트리지로 정제하여 역상칼럼으로 분리한 후 고속액체크로마토그래프/자외부흡광검출기를 이용하여 정량하는 방법이다.</u></p> <p>3) <u>장치 및 기구</u></p> <p>가) <u>장치</u> <u>고속액체크로마토그래프/자외부흡광검출기(HPLC/UV)</u></p> <p>나) <u>기구</u></p> <p>(1) <u>환류냉각장치</u></p> <p>(2) <u>감압농축기</u></p> <p>(3) <u>용매여과장치</u></p> <p>(4) <u>고체상추출장치</u></p> <p>(5) <u>진공펌프</u></p> <p>(6) <u>실리카 카트리지(500 mg, 6 mL) 또는 이와 동등한 것</u></p> <p>(7) <u>초자기구 : 분액깔대기, 농축플라스크(갈색, 125 mL 또는</u></p>	<p><삭 제></p>

현 행	개 정(안)
<p>250 mL)</p> <p>(8) 분석저울 : 0.1 mg까지 측정 이 가능한 것</p> <p>4) 시약 및 시액</p> <p>가) 아세트산, 아세토나이트릴, 에 틸아세테이트, 디클로르메탄, 에탄올, 이소프로판올, 헥산, 메탄올 : 액체크로마토그래프 용 또는 이와 동등한 것</p> <p>나) 수산화칼륨, 페놀프탈레인, 무수황산나트륨 : 특급시약 또는 이와 동등한 것</p> <p>다) 증류수 : 3차 증류수로 18 M Ω 이상인 것</p> <p>라) 10% 아세트산용액 : 아세 트산 10 mL를 100 mL 용 량플라스크에 넣은 후 증류수 로 용량을 맞춘다.</p> <p>마) 이소프로판올용액 A : 이소프 로판올용액 2 mL를 1 L 용량 플라스크에 넣은 후 디클로르 메탄으로 용량을 맞추고 잘 혼합한다.</p> <p>바) 이소프로판올용액 B : 이소프로 판올용액 200 mL를 1 L 용량플</p>	

현 행	개 정(안)
<p><u>라스크에 넣은 후 디클로르메탄으로 용량을 맞추고 잘 혼합한다.</u></p> <p>사) <u>에탄올수산화칼륨용액 : 에탄올 310 mL에 수산화칼륨 140 g을 녹인 후 증류수 50 mL을 넣고 혼합한다.</u></p> <p>아) <u>1% 페놀프탈레인용액 : 페놀프탈레인 1 g을 100 mL 용량플라스크에 넣은 후 에탄올로 용량을 맞춘다.</u></p> <p>5) <u>표준용액 조제</u></p> <p>가) <u>표준원액: 비타민D₂(내부표준물질) 및 D₃를 각각 30 mg을 채취하여 200 mL 용량플라스크에 넣고 에탄올로 용해하면서 용량을 맞춘다.</u></p> <p>나) <u>표준용액: 표준원액을 각각 4 mL 취하여 에탄올로 200 mL까지 채워 3 $\mu\text{g/mL}$이 되도록 조제한다.</u></p> <p>다) <u>검량곡선표준용액 : 표준용액을 각각 4 mL를 취하여 에탄올로 200 mL까지 채워 0.06 $\mu\text{g/mL}$이 되도록 조제한다.</u></p>	

현 행	개 정(안)
<p>6) <u>시험용액 조제</u></p> <p>가) <u>비누화 및 추출</u></p> <p><u>액체크로마토그래프에 의한 정량 (제1법) 6)시험용액의 조제에 따라 조제 후 감압 건조된 최종 잔류물을 이소프로판올용액 A 2 mL에 녹인다.</u></p> <p>나) <u>정제</u></p> <p><u>실리카 카트리지에 이소프로판올용액 B 4 mL를 흘려주고, 뒤이어 이소프로판올용액 A 5 mL를 흘려 카트리지를 활성화시킨 후 가)의 추출용액을 통과시킨다. 농축 플라스크의 잔류물을 이소프로판올용액 A 1 mL로 세척하고 카트리지에 통과시킨 후 이소프로판올용액 A 2 mL로 카트리지를 세척하고, 이소프로판올용액 A 7 mL로 용출하여 질소로 건조한다. 건조 잔류물에 아세트나이트릴 1 mL를 가하여 용해시키고 0.45 μm 나일론 멤브레인 필터로 여과하여 시험용액으로 한다.</u></p> <p>7) <u>시험방법</u></p> <p>가) <u>고속액체크로마토그래프 조건</u></p>	

현 행	개 정(안)																																								
<ul style="list-style-type: none"> - 분석칼럼 : C₁₈(6×250 mm, 5 μm) 또는 이와 동등한 것 - 가드칼럼 : C₁₈(4.6×10 mm, 5 μm) 또는 이와 동등한 것 - 칼럼온도 : 30℃ - 검출파장 : UV 265 nm - 주입량 : 250 μL - 이동상 : 아세트나이트릴(A), 메탄올(B), 에틸아세테이트(C) 																																									
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="text-align: center;">시간(분)</th> <th style="text-align: center;">유속(mL/min)</th> <th style="text-align: center;">A(%)</th> <th style="text-align: center;">B(%)</th> <th style="text-align: center;">C(%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="text-align: center;">0</td> <td style="text-align: center;">0.7</td> <td style="text-align: center;">91</td> <td style="text-align: center;">9</td> <td style="text-align: center;">0</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">33</td> <td style="text-align: center;">0.7</td> <td style="text-align: center;">91</td> <td style="text-align: center;">9</td> <td style="text-align: center;">0</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">33.5</td> <td style="text-align: center;">1.5</td> <td style="text-align: center;">0</td> <td style="text-align: center;">0</td> <td style="text-align: center;">100</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">36</td> <td style="text-align: center;">1.5</td> <td style="text-align: center;">0</td> <td style="text-align: center;">0</td> <td style="text-align: center;">100</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">36.5</td> <td style="text-align: center;">1.5</td> <td style="text-align: center;">91</td> <td style="text-align: center;">9</td> <td style="text-align: center;">0</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">38</td> <td style="text-align: center;">1.5</td> <td style="text-align: center;">91</td> <td style="text-align: center;">9</td> <td style="text-align: center;">0</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">45</td> <td style="text-align: center;">0.7</td> <td style="text-align: center;">91</td> <td style="text-align: center;">9</td> <td style="text-align: center;">0</td> </tr> </tbody> </table>		시간(분)	유속(mL/min)	A(%)	B(%)	C(%)	0	0.7	91	9	0	33	0.7	91	9	0	33.5	1.5	0	0	100	36	1.5	0	0	100	36.5	1.5	91	9	0	38	1.5	91	9	0	45	0.7	91	9	0
시간(분)	유속(mL/min)	A(%)	B(%)	C(%)																																					
0	0.7	91	9	0																																					
33	0.7	91	9	0																																					
33.5	1.5	0	0	100																																					
36	1.5	0	0	100																																					
36.5	1.5	91	9	0																																					
38	1.5	91	9	0																																					
45	0.7	91	9	0																																					
<p>* 이동상 A와 B를 각각 또는 91:9로 혼합하여 사용한다.</p> <p>나) 정량시험</p> <p>표준용액과 시험용액을 각각 주입하여 피크의 머무름 시간을 비교하고 동일 물질인지 정성 확인 후 검량선을 사용하여 시험용액 중의 비타민D₂ 및 D₃의 농도(μg/mL)를 구하고, 검사시료 중 비타민D₂ 및 D₃의</p>																																									

현 행	개 정(안)
<p><u>함량($\mu\text{g}/100\text{ g}$)을 산출한다.</u> <u>비타민D함량 ($\mu\text{g}/100\text{ g}$) = C × V</u> <u>/S × 100</u></p> <p>C : <u>검량선에서 구한 비타민D₂</u> <u>및 D₃의 농도($\mu\text{g}/\text{mL}$)</u></p> <p>V : <u>시험용액의 최종부피(mL)</u></p> <p>S : <u>시료 채취량(g)</u></p> <p>100 : <u>단위환산</u></p> <p>※ <u>비타민D의 함량은 비타민D₂</u> <u>와 비타민D₃를 합하여 계산</u></p> <p><u>라. 액체크로마토그래프-질량분석기</u> <u>에 의한 정량</u></p> <p>1) <u>시험법 적용범위</u> <u>영아용 조제식 및 성장기용 조제</u> <u>식, 조제유류 등에 적용한다.</u></p> <p>2) <u>분석원리</u> <u>시료 중의 비타민D₂와 비타민D₃</u> <u>를 수산화칼륨 용액으로 비누화</u> <u>시키고 BHT·헥산용액으로 추출</u> <u>한 후 액체크로마토그래프-질량</u> <u>분석기(LC-MS/MS)를 이용하여</u> <u>비타민D₂와D₃를 동시분석 및 정</u> <u>량하는 방법이다.</u></p> <p>3) <u>장치</u> <u>액체크로마토그래프-질량분석기</u></p>	<p><삭 제></p>

현 행	개 정(안)
<p>(LC-MS/MS)</p> <p>4) 시약 및 시액</p> <p>가) 증류수 : 18.0 mΩ/cm 이상 으로 정제된 것</p> <p>나) 에탄올, 헥산, 메탄올 : 액체 크로마토그래프용 또는 이와 동등한 것</p> <p>다) 비타민D 표준원액 : 비타민 D₂(Ergocalciferol)와 D₃(Cholec alciferol) 표준물질을 메탄올로 용해하여 1,000 mg/L 로 제조 한다.</p> <p>라) 표준용액 : 표준원액을 메탄 올에 녹여 1 mg/L로 제조한 다.</p> <p>마) 검량곡선 표준용액 : 표준용 액을 메탄올로 희석하여 10 ~200 µg/L가 되도록 제조한 다.</p> <p>바) 수산화칼륨, 피로갈롤, BHT, 페놀프탈레인, 무수황산나트 륨 : 특급시약 또는 이와 동 등한 것</p> <p>사) 피로갈롤·에탄올 용액 : 피로 갈롤을 100 g 취하여 에탄올</p>	

현 행	개 정(안)
<p>에 녹여 1 L로 조제한다. 사용 시 제조하며, 암소에 보관한다.</p> <p>아) 90% 수산화칼륨 : 수산화칼륨을 90 g 취하여 증류수에 녹여 100 mL로 조제한다.</p> <p>자) 헥산 추출용매 : BHT(dibutyl hydroxy toluene)를 0.01% 함유하도록 0.1 g을 취하여 헥산에 녹여 1 L로 조제한다.</p> <p>5) 시험용액의 조제</p> <p>균질화 된 시료 1 g을 비누화 플라스크에 정밀히 취한 후, 피로갈롤·에탄올 용액 40 mL를 가하여 약하게 진탕 혼합한다. 수산화칼륨 10 mL을 가하고, 환류냉각기를 부착하여 비등수욕 중에서 60분 간 가열하여 비누화한다.</p> <p>즉시 실온으로 냉각하고 갈색 분액갈때기로 옮긴 후, 0.01% BHT를 함유하는 헥산 50 mL을 가하여 10분간 강하게 진탕 혼합한다. 침전이 생기면 이것이 가라앉을 때까지 방치하여 헥산층을 250~</p>	

현 행	개 정(안)
<p>300 mL 새로운 분액깔때기로 옮긴다(층 분리가 원활하지 않을 때는 0℃, 6,000 rpm에서 10분간 원심분리). 남은 하층에 추출용매 50 mL를 넣어 2회 더 반복하여 이전의 추출용매와 합하고 1 N 수산화칼륨용액 100 mL를 가하여 15초간 강하게 진탕한다. 이를 방치하여 분리하고 혼탁한 물층을 버린다. 헥산층에 0.5 N 수산화칼륨용액 40 mL를 가하여 진탕한 후 물층을 다시 버린다.</p> <p>헥산층을 수세하여 세척액이 페놀프탈레인 시액으로 알칼리의 반응을 나타내지 않을 때까지 수회 수세한다. 수세 시 매회 15초간 격렬하게 진탕한다. 수세한 헥산층을 무수황산나트륨으로 탈수하여 갈색 플라스크로 옮기고 무수황산나트륨을 헥산 10 mL로 2회 세척한 후 탈수한 헥산용매와 합하고 이를 40℃ 이하에서 감압농축한다.</p> <p>잔류물에 메탄올 2 mL를 가해 녹이고, 이를 멤브레인 필터(PTFE,</p>	

현 행	개 정(안)									
<p>0.45 μm)로 여과하여 기기분석을 위한 시험용액으로 사용한다.</p> <p>6) 시험방법</p> <p>가) 액체크로마토그래프-질량분석기 조건</p> <p>(1) 컬럼 : C₁₈ (2.1×100 mm, 1.7 μm) 또는 이와 동등한 것</p> <p>(2) 이동상 : 5 mM Ammonium Acetate/MeOH (5/95)</p> <p>(3) 이동상유량 : 0.45 mL/min</p> <p>(4) 컬럼온도 : 40°C</p> <p>(5) 주입량 : 1 μL</p> <p>(6) 이온화 : ESI positive</p> <p>(7) 분자량 범위 : 200 ~ 500 m/z</p>										
<p>표 1. 질량분석기 분석을 위한 이온</p>										
<table border="1"> <thead> <tr> <th data-bbox="175 1367 305 1451">성분</th> <th data-bbox="305 1367 537 1451">Precursor ion(m/z)</th> <th data-bbox="537 1367 769 1451">Fragment ion(m/z)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td data-bbox="175 1451 305 1507">비타민D</td> <td data-bbox="305 1451 537 1507">397</td> <td data-bbox="537 1451 769 1507">107, 105, 91</td> </tr> <tr> <td data-bbox="175 1507 305 1564">비타민D</td> <td data-bbox="305 1507 537 1564">385</td> <td data-bbox="537 1507 769 1564">107, 105, 79</td> </tr> </tbody> </table>		성분	Precursor ion(m/z)	Fragment ion(m/z)	비타민D	397	107, 105, 91	비타민D	385	107, 105, 79
성분	Precursor ion(m/z)	Fragment ion(m/z)								
비타민D	397	107, 105, 91								
비타민D	385	107, 105, 79								
<p>나) 검량선 작성</p> <p>표준용액을 농도별로 일정량 취하여 액체크로마토그래프-질량분석기에 각각 주입한다. 얻어진 크로마토그램상의 m/z 107</p>										

현 행

개 정(안)

이온의 피크 높이 또는 면적을 구하여 검량선을 작성한다.

다) 표준용액 및 시험용액의 크로마토그램

라) 정량한계 : 3 $\mu\text{g}/\text{kg}$

7) 정성실험

위의 조건에서 얻어진 크로마토그램상의 피크는 어느 측정조건에서도 표준용액 피크의 머무름 시간과 일치하여야 한다.

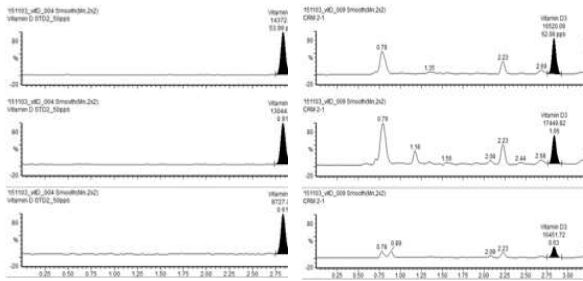


그림 1. 비타민D₃ 표준용액(100 $\mu\text{g}/\text{L}$) 및 시험용액의 크로마토그램

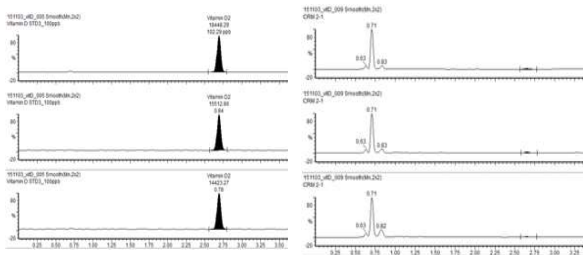


그림 2. 비타민D₂ 표준용액(100 $\mu\text{g}/\text{L}$) 및 시험용액의 크로마토그램

현 행	개 정(안)
<p>8) <u>정량시험</u></p> <p><u>위 조건으로 얻어진 크로마토그램 상의 피크가 표준용액 피크의 머무름 시간과 일치할 때 피크 높이 또는 면적을 검량선에 대입하여 시험용액의 비타민D₂와 D₃ 농도(μg/mL)를 구하고, 다음 식에 의하여 검체 중 비타민D₂와 D₃의 함량(μg/100 g)을 구한다.</u></p> <p><u>비타민D₂ 또는 D₃ 함량(μg/100 g) =</u></p> $\frac{C}{S} \times V \times 100$ <p><u>C : 검량곡선에 얻은 시험용액의 농도(μg/mL)</u></p> <p><u>S : 시료 채취량(g)</u></p> <p><u>V : 시험용액의 부피(mL)</u></p> <p><u>100 : 단위환산계수</u></p> <p><u>※ 비타민D의 함량은 비타민D₂와 비타민D₃를 합하여 계산</u></p>	
2.2.2.8 (생 략)	2.2.2.8 (현행과 같음)
2.2.2.9 <u>비타민B₆(피리독신)</u>	2.2.2.9 <u>비타민B₆(피리독신)</u>
가. <u>액체크로마토그래피에 의한 정량</u>	가. <u>액체크로마토그래프</u> ----- --
1) 장치	1) 장치

현 행	개 정(안)
<p><u>액체그로마토그래프</u> : 형광검출기를 사용한다.</p> <p>2) (생 략)</p> <p>3) 시험용액의 조제</p> <p><u>검체 적당량을</u> 취하여 잘게 부순 후, 증류수 25 mL를 가하여 30분 동안 초음파로 추출하고, <u>3,000 rpm</u>에서 원심분리하여 상등액을 여과한다. 잔류물에 증류수 25 mL를 다시 가하여 30분 동안 초음파로 추출하고, 원심분리하여 상등액을 여과하여 앞의 여액과 합하여 50 mL로 맞춘다. 이액을 0.45 μm 막 여과지(membrane filter)로 여과하여 시험용액으로 한다.</p> <p>4) 시험방법</p> <p>가) <u>액체그로마토그래프</u>의 조건</p> <p>(1) ~ (4) (생 략)</p> <p>5) (생 략)</p> <p>2.2.2.10 (생 략)</p> <p>2.2.2.11 <u>비타민B₁₂</u></p> <p>가. <u>액체크로마토그래프(육방전환밸브 시스템)에 의한 정량</u></p>	<p><u>액체크로마토그래프</u> : ----- -----.</p> <p>2) (현행과 같음)</p> <p>3) 시험용액의 조제</p> <p><u>검체 0.5 ~ 1.5 g</u>을 ----- ----- ----- <u>3,500</u> <u>× g</u>에서 ----- ----- ----- ----- ----- ----- ----- ----- -----.</p> <p>4) 시험방법</p> <p>가) <u>액체크로마토그래프</u>----- (1) ~ (4) (현행과 같음)</p> <p>5) (현행과 같음)</p> <p>2.2.2.10 (현행과 같음)</p> <p>2.2.2.11 <u>비타민B₁₂</u></p> <p>가. <u>액체크로마토그래프(육방전환밸브 시스템)/자외부검출기 또는 액체크로마토그래프/질량분석기에 의한 정</u></p>

현 행	개 정(안)
<p>1) <u>장치</u> <u>액체크로마토그래프(육방전환밸브시스템) : 자외부검출기를 사용한다.</u></p> <p>2) <u>시약 및 시액</u> 가) <u>5 mM KH₂PO₄ : KH₂PO₄ 0.6 g을 증류수에 녹이고 전량을 1 L가 되게 한다.</u> 나) <u>표준용액의 조제</u> <u>비타민B₁₂(Cyanocobalamin)을 5 mM KH₂PO₄에 녹여 표준원액(100 µg/mL)을 조제하고, 표준원액을 증류수로 적당량 희석하여 표준용액을 만든다.</u></p> <p>3) <u>시험용액의 조제</u> <u>검체 적당량을 취하여 분쇄기를 이용하여 잘게 부순 후 5mM 인산완충용액을 가하여 10분간 초음파장치로 추출한 후 50 mL로 맞추고, 21,000 rpm에서 원심분리한다. 분리 후 중간층을 취해서 21,000 rpm에서 다시 원심분리하고, 중간층을 시험관에 옮겨 클로르포름 3 mL을 첨가하여 지방층을 제</u></p>	<p><u>량</u></p> <p>1) <u>시험법 적용범위</u> <u>특수용도식품 등에 적용한다.</u></p> <p>2) <u>분석원리</u> <u>식품 중의 비타민B₁₂를 추출용매로 추출한 후 면역친화성컬럼으로 정제하여 자외부검출기 또는 질량분석기가 부착된 액체크로마토그래프로 분석한다.</u></p> <p>3) <u>장치</u> 가) <u>액체크로마토그래프(육방전환밸브시스템)/자외부검출기</u> 나) <u>액체크로마토그래프/질량분석기</u> 다) <u>정제용 컬럼: 비타민B₁₂용 면역친화성컬럼(Immunoaffinity column)(회수율 및 재현성 등이 검증된 것)</u></p> <p>4) <u>시약 및 시액</u> 가) <u>5 mM 인산이수소칼륨 용액: 인산이수소칼륨 0.68 g을 증류수에 녹이고 전량을 1 L가 되게 한다.</u> 나) <u>0.2 M 초산나트륨 용액: 초산</u></p>

현 행	개 정(안)
<p>거(2,000 rpm)한 물층을 다시 21,000 rpm에서 10분간 원심분리한다. 마지막으로 맑은 액층을 0.45 μm 막 여과지(membrane filter)로 여과하여 시험용액으로 한다.</p>	<p>나트륨 16.41 g을 증류수에 용해시킨 후 초산을 이용하여 pH 4로 맞춘 후 증류수에 녹여 1 L로 정용한다.</p>
<p>4) 시험방법</p> <p>가) 액체크로마토그래프(육방전환 밸브시스템)의 조건</p> <p>(1) 칼럼</p> <p>(가) 전처리컬럼 : Capcellpak MF C₈ (4.6 mm×150 mm, 5 μm) 또는 이와 동등한 것</p> <p>(나) 농축컬럼 : Capcellpak MG C₁₈ (2.0 mm×35 mm, 5 μm) 또는 이와 동등한 것</p> <p>(다) 분석컬럼 : Capcellpak UG C₁₈ (1.5 mm×250 mm, 5 μm) 또는 이와 동등한 것</p> <p>(2) 이동상</p> <p>(가) 전처리컬럼 이동상 : 5 mM KH₂PO₄</p> <p>(나) 분석컬럼 이동상 : 5 mM KH₂PO₄/Methanol(80/20)</p> <p>(3) 유속</p>	<p>다) 1%(w/v) 시안화나트륨 용액: 시안화나트륨 1 g을 증류수에 녹여 100 mL로 정용한다.</p> <p>라) 20 mM 개미산암모늄: 개미산암모늄 1.26 g을 증류수에 녹이고 전량을 1 L가 되게 한다(질량분석기로 분석시 사용)</p> <p>마) 표준용액의 조제 비타민B₁₂(Cyanocobalamin)을 5 mM 인산이수소칼륨 용액에 녹여 표준원액(100 μg/mL)을 조제하고, 표준원액을 증류수로 적당량 희석하여 표준용액을 만든다.</p> <p>바) 기타시약: 잔류농약 시험용 또는 HPLC용</p> <p>5) 시험용액의 조제</p> <p>가) 추출 균질화한 검체 약 1~5 g을 달아 갈색원심분리관에 취하고 0.2 M</p>

현 행	개 정(안)
<p>(가) 전처리컬럼 이동상 : 500 μL/ min</p> <p>(나) 분석컬럼 이동상 : 120 μL/ min</p> <p>(4) 검출기 : 자외부(UV) 검출기(550 nm)</p> <p>5) 정량시험</p> <p>시험용액 및 표준용액을 각각 400 μL씩 주입하여 앞의 조건에서 시험한다. 표준용액 피크의 넓이 또는 높이에 의해 구한 검량선을 사용하여 시험용액의 비타민B₁₂의 농도(ng/mL)를 구하고, 다음의 식에 의하여 검체중 비타민B₁₂의 함량(μg/100 g)을 구한다.</p> <p>가) 계산방법</p> $\text{비타민B}_{12} \text{ (}\mu\text{g/100 g)} = \frac{S \times \frac{a \times b}{\text{검체량(g)}} \times \frac{100}{1,000}}$ <p>S : 시험용액중의 <u>비타민B₁₂의 농도(ng/mL)</u></p> <p>a : 시험용액의 <u>전량(mL)</u></p> <p>b : 시험용액의 <u>희석배수</u></p>	<p>초산나트륨 용액 49.5 mL와 1% 시안화나트륨 0.5 mL를 넣고 상온에서 10분간 초음파 추출한 다음 100℃ 수욕 상에서 30분간 추출하고 상온으로 냉각한다. 이어서 여과지(Whatman No.2 또는 이와 동등한 것)로 여과한 것을 추출액으로 한다.</p> <p>나) 정제</p> <p>냉장보관 된 정제용 컬럼은 실온에 30분 방치한 후 컬럼 내부의 완충용액을 완전히 제거한다. 증류수 3 mL를 정제용 컬럼에 주입하여 활성화시킨 후 추출액 9 mL를 정제용 컬럼에 주입하여 추출액 중 비타민B₁₂을 정제용 컬럼에 흡착시킨다. 이어서 증류수로 3 mL씩 3회 주입하여 불순물을 제거하고 공기를 주입하여 컬럼 내에 남아 있는 용액을 제거한다. 정제용 컬럼에 흡착된 비타민B₁₂를 메탄올 3 mL로 시험관에 용출시킨다. 용출액을 70℃에서 질소로 건조시키고 잔류물에 증류수 0.5 mL를 가하여 녹인 것을</p>

현 행	개 정(안)
	<p><u>시험용액으로 한다.</u></p> <p>6) <u>시험방법</u></p> <p><u>가) 액체크로마토그래프(육방전환 밸브시스템)의 측정조건</u></p> <p>(1) <u>칼럼</u></p> <p>(가) <u>전처리컬럼: Capcellpak M F C₈(4.6 mm × 150 mm, 5 μm) 또는 이와 동등한 것</u></p> <p>(나) <u>농축컬럼: Capcellpak MG C₁₈(2.0 mm × 35 mm, 5 μm) 또는 이와 동등한 것</u></p> <p>(다) <u>분석컬럼: Capcellpak UG C₁₈(1.5 mm × 250 mm, 5 μm) 또는 이와 동등한 것</u></p> <p>(2) <u>이동상</u></p> <p>(가) <u>전처리컬럼 이동상: 5 mM 인산이수소칼륨 용액</u></p> <p>(나) <u>분석컬럼 이동상: 5 mM 인산이수소칼륨 용액/메탄올(80 : 20, v/v)</u></p> <p>(3) <u>유속</u></p> <p>(가) <u>전처리컬럼 이동상: 500 μL/min</u></p> <p>(나) <u>분석컬럼 이동상: 120 μL/min</u></p>

현 행	개 정(안)																											
	<p>(4) <u>육방전환밸브의 조작</u> <u>전처리 칼럼에서 비타민B₁₂의</u> <u>피크 용출시간을 확인하고 농축</u> <u>을 위한 육방전환밸브의 조작시</u> <u>간을 설정한다.</u></p> <p>(5) <u>주입량: 400 μL</u></p> <p>(6) <u>검출기: 자외부검출기(550 n</u> <u>m)</u></p> <p><u>나) 액체크로마토그래프/질량분석</u> <u>기의 측정조건</u></p> <p>(1) <u>액체크로마토그래프 조건</u></p> <p>(가) <u>컬럼: ACQUITY UPLC[®]B</u> <u>EH(2.1 mm x 50 mm, 1.7</u> <u>μm) 또는 이와 동등한 것</u></p> <p>(나) <u>이동상</u></p> <p>① <u>이동상 A: 20 mM 개미산</u> <u>암모늄</u></p> <p>② <u>이동상 B: 아세토니트릴</u></p> <table border="1" data-bbox="808 1564 1372 1942"> <thead> <tr> <th><u>시간(분)</u></th> <th><u>이동상</u> <u>A(%)</u></th> <th><u>이동상</u> <u>B(%)</u></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td><u>0.0</u></td> <td><u>95</u></td> <td><u>5</u></td> </tr> <tr> <td><u>0.7</u></td> <td><u>95</u></td> <td><u>5</u></td> </tr> <tr> <td><u>1.2</u></td> <td><u>80</u></td> <td><u>20</u></td> </tr> <tr> <td><u>1.6</u></td> <td><u>80</u></td> <td><u>20</u></td> </tr> <tr> <td><u>1.7</u></td> <td><u>20</u></td> <td><u>80</u></td> </tr> <tr> <td><u>3.7</u></td> <td><u>20</u></td> <td><u>80</u></td> </tr> <tr> <td><u>3.8</u></td> <td><u>95</u></td> <td><u>5</u></td> </tr> <tr> <td><u>6.0</u></td> <td><u>95</u></td> <td><u>5</u></td> </tr> </tbody> </table>	<u>시간(분)</u>	<u>이동상</u> <u>A(%)</u>	<u>이동상</u> <u>B(%)</u>	<u>0.0</u>	<u>95</u>	<u>5</u>	<u>0.7</u>	<u>95</u>	<u>5</u>	<u>1.2</u>	<u>80</u>	<u>20</u>	<u>1.6</u>	<u>80</u>	<u>20</u>	<u>1.7</u>	<u>20</u>	<u>80</u>	<u>3.7</u>	<u>20</u>	<u>80</u>	<u>3.8</u>	<u>95</u>	<u>5</u>	<u>6.0</u>	<u>95</u>	<u>5</u>
<u>시간(분)</u>	<u>이동상</u> <u>A(%)</u>	<u>이동상</u> <u>B(%)</u>																										
<u>0.0</u>	<u>95</u>	<u>5</u>																										
<u>0.7</u>	<u>95</u>	<u>5</u>																										
<u>1.2</u>	<u>80</u>	<u>20</u>																										
<u>1.6</u>	<u>80</u>	<u>20</u>																										
<u>1.7</u>	<u>20</u>	<u>80</u>																										
<u>3.7</u>	<u>20</u>	<u>80</u>																										
<u>3.8</u>	<u>95</u>	<u>5</u>																										
<u>6.0</u>	<u>95</u>	<u>5</u>																										

현 행	개 정(안)						
	<p>(다) 이동상 유속: 0.4 mL/min</p> <p>(라) 컬럼온도: 35℃</p> <p>(마) 주입량: 10 μL</p> <p>(2) 질량분석기 조건</p> <p>(가) Ionization: ESI positive</p> <p>(나) Source temperature: 120℃</p> <p>(다) Collision gas: N₂(질소 또는 비활성기체)</p> <p>(라) Capillary voltage: 3.5 kV</p> <p>(마) 질량분석기 분석을 위한 이온</p> <table border="1" data-bbox="889 1102 1404 1270"> <thead> <tr> <th>성분</th> <th>Precursor ion(m/z)</th> <th>Fragment ion(m/z)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>비타민B₁₂</td> <td>678</td> <td>147, 359</td> </tr> </tbody> </table> <p>다) 검량선 작성</p> <p>표준용액을 농도별로 일정량 취하여 액체크로마토그래프(육방전환 밸브시스템)/자외부검출기 또는 액체크로마토그래프/질량분석기에 각각 주입한다. 얻어진 크로마토그램 상의 각 피크 높이 또는 피크 면적을 구하여 검량선을 작성한다.</p> <p>7) 정성시험</p> <p>위의 조건에서 얻어진 크로마토</p>	성분	Precursor ion(m/z)	Fragment ion(m/z)	비타민B ₁₂	678	147, 359
성분	Precursor ion(m/z)	Fragment ion(m/z)					
비타민B ₁₂	678	147, 359					

현 행	개 정(안)
<p>나. 액체크로마토그래프/질량분석기 에 의한 정량</p> <p>1) 시험법 적용범위 영아용 조제식 및 성장기용 조제</p>	<p><u>그램상의 피크는 어느 측정조건에 서도 표준용액 피크의 머무름 시 간과 일치하여야 한다.</u></p> <p>8) 정량시험</p> <p><u>정성시험과 똑같은 조건에서 얻어진 시험결과에 의해 피크면적법에 따라 정량한다.</u></p> <p>가) 계산방법</p> $\frac{\text{비타민B}_{12}}{\text{함량}(\mu\text{g}/100\text{ g})} \equiv C \times \frac{(a \times V_2 \times b)}{(S \times V_1)} \times 100$ <p><u>C: 검량곡선에 얻은 시험용액의 농도($\mu\text{g}/\text{mL}$)</u></p> <p><u>a: 시료 추출에 사용된 용액의 부피(mL)</u></p> <p><u>V₁: 정제용 컬럼에 주입한 추출액 의 부피(mL)</u></p> <p><u>V₂: 정제 후 시험용액의 최종부피 (mL)</u></p> <p><u>b: 시험용액의 희석배수</u></p> <p><u>S: 검체 채취량(g)</u></p> <p><삭 제></p>

현 행	개 정(안)
<p><u>식, 조제유류 등에 적용한다.</u></p> <p>2) <u>장치 및 기구</u></p> <p>가) <u>장치</u></p> <p><u>액체크로마토그래프/질량분석기(LC/MS/MS)</u></p> <p>나) <u>기구</u></p> <p>(1) <u>질소농축기</u></p> <p>(2) <u>용매여과장치</u></p> <p>(3) <u>진공펌프</u></p> <p>(4) <u>HLB 카트리지(200 mg, 6 mL)</u></p> <p><u>또는 이와 동등한 것</u></p> <p>(5) <u>초자기구: 시험관</u></p> <p>(6) <u>분석저울: 0.1 mg까지 측정이 가능한 것</u></p> <p>3) <u>시약 및 시액</u></p> <p>가) <u>증류수: 3차 증류수로 18 MΩ 이상인 것</u></p> <p>나) <u>클로로포름, 메탄올, 아세트나이트릴: 액체크로마토그래프용 또는 이와 동등한 것</u></p> <p>다) <u>암모늄포메이트, 아세트산: 특급시약 또는 이와 동등한 것</u></p> <p>라) <u>20 mM 암모늄포메이트(HCO₂NH₄): HCO₂NH₄ 1.261 g을 증류수에 녹이고 전량을 1 L가 되게</u></p>	

현 행	개 정(안)
<p><u>한다.</u></p> <p>4) <u>표준용액의 조제</u></p> <p>가) <u>표준원액: 비타민B₁₂(Cyanocobalamin) 100 mg을 100 mL 용량플라스크에 넣은 후 증류수로 녹여 조제한다.</u></p> <p>나) <u>표준용액: 표준원액을 증류수로 단계별 희석하여 조제한다.</u></p> <p>5) <u>시험용액의 조제</u></p> <p>가) <u>추출</u></p> <p><u>고체시료는 약 1 g, 액체시료는 약 10 g을 원심분리관에 정밀히 달아 (고체 시료는 증류수 10 mL로 용해한다) 클로로포름 10 mL을 가하여 실온에서 5분간 진탕한다. 4°C에서 9,000 rpm으로 15분간 원심분리한다. 상등액을 멤브레인 필터로 여과하여 고체 시료는 정제과정을 수행하고, 액체시료의 경우는 시험용액으로 한다.</u></p> <p>나) <u>정제</u></p> <p><u>HLB 카트리지에 메탄올 5 mL을 흘려주고, 뒤이어 물(아세트산으로 pH 4.2로 조정) 5 mL를 흘려 카트리지를 활성화시킨 후 ①의 추</u></p>	

현 행	개 정(안)
<p><u>출용액 5 mL을 통과시킨다. 5% 메탄올 5 mL을 흘려주어 세척하고 시험관에 메탄올 5 mL로 용출하여 질소하 건조한다. 건조 잔류물에 물 1 mL을 가하여 용해시키고 시험용액으로 한다.</u></p> <p>6) <u>시험방법</u></p> <p>가) <u>액체크로마토그래프/질량분석기의 조건</u></p> <ul style="list-style-type: none"> - <u>칼럼: C₁₈(2.1 mm×50 mm, 1.7 μm) 또는 이와 동등한 것</u> - <u>칼럼온도: 35℃</u> - <u>이동상: 20 mM 암모늄포메이트:아세토니트릴(80:20)에서 (20:80)으로 농도 균배한다.</u> - <u>유속: 0.4 mL/min</u> - <u>질량분석기 조건</u> <p>(1) <u>Ionization: ESI positive</u></p> <p>(2) <u>Capillary temperature: 500 °C</u></p> <p>(3) <u>Collision gas: Ar 등</u></p> <p>(4) <u>Nebulizer gas: N₂</u></p> <p>(5) <u>질량분석기 분석을 위한 이온</u></p>	

현 행			개 정(안)
성분	Precursor ion(m/z)	Fragment ion(m/z)	
비타민B ₁₂	678	147, 359	
<p>나) 정량시험</p> <p><u>표준용액과 시험용액을 각각 주입하여 피크의 머무름 시간 등을 비교하고 동일 물질인지 정성 확인 후 표준용액 피크의 넓이 또는 높이에 의해 구한 검량선을 사용하여 시험용액의 비타민B₁₂ 농도 (ng/mL)를 구하고, 다음 식에 의하여 검체 중 비타민B₁₂의 함량(μg/100 kcal)을 구한다.</u></p> $\text{비타민B}_{12} \text{ (}\mu\text{g/100 kcal)} = \frac{S \times \frac{a \times b}{\text{검체량(g)}} \times \frac{100}{1,000}}{\frac{100}{\text{kcal}}}$ <p>S: <u>시험용액 중의 비타민B₁₂의 농도(ng/mL)</u> a: <u>시험용액의 전량(mL)</u> b: <u>시험용액의 희석배수</u></p>			
2.2.2.12 ~ 2.2.2.14 (생략)	2.2.2.12 ~ 2.2.2.14 (현행과 같음)		
2.2.2.15 비오틴	2.2.2.15 비오틴		
가. 액체크로마토그래프법	가. 액체크로마토그래프(육방전환밸)		

현 행	개 정(안)
<p>1) <u>시험법 적용범위</u> <u>영아용 조제식, 성장기용 조제식</u> <u>등에 적용한다.</u></p> <p>2) <u>분석원리</u> <u>식품에 함유된 비오틴을 0.01 M</u> <u>인산이수소칼륨(pH 4.8) 용액으</u> <u>로 추출하고, 역상 분배형 칼럼</u> <u>을 이용한 액체크로마토그래프</u> <u>(육방전환밸브시스템)로 UV 200</u> <u>nm에서 분석한다.</u></p> <p>3) <u>장치</u> <u>액체크로마토그래프(육방전환밸</u> <u>브시스템)/자외선흡광검출기(UV</u> <u>photometric detector)</u></p> <p>4) <u>시약 및 시액</u> <u>가) 0.01 M 인산이수소칼륨용액</u> <u>(pH 4.8) : 인산이수소이칼륨</u> <u>1.35 g을 증류수에 녹여 1 L</u> <u>로 한다.</u> <u>나) 표준원액 : 비오틴 표준품</u> <u>(99.9%)를 증류수에 녹여</u> <u>1,000 mg/L이 되도록 조제</u> <u>한다.(4°C 이하 암소 보관)</u> <u>다) 표준용액 : 표준원액을 0.01</u> <u>M 인산이수소칼륨용액(pH</u></p>	<p><u>브시스템)/자외부검출기 또는</u> <u>액체크로마토그래프/질량분석기</u> <u>에 의한 정량</u></p> <p>1) <u>시험법 적용범위</u> <u>영아용 조제식, 성장기용 조제식</u> <u>등에 적용한다.</u></p> <p>2) <u>분석원리</u> <u>식품 중의 비오틴을 추출용매로</u> <u>추출한 후 면역친화성컬럼으로</u> <u>정제하여 자외부검출기 또는 질</u> <u>량분석기가 부착된 액체크로마토</u> <u>그래프로 분석한다.</u></p> <p>3) <u>장치</u> <u>가) 액체크로마토그래프(육방전</u> <u>환밸브시스템)/자외부검출</u> <u>기</u> <u>나) 액체크로마토그래프/질량분</u> <u>석기</u> <u>다) 정제용 컬럼: 비오틴용 면역</u> <u>친화성컬럼(Immunoaffinity</u> <u>column)(회수율 및 재현성</u> <u>등이 검증된 것)</u> <u>라) 질소농축기</u></p> <p>4) <u>시약 및 시액</u> <u>가) 0.01 M 인산이수소칼륨 용액</u></p>

현 행	개 정(안)
<p>4.8)으로 희석하여 10 mg/L로 조제한다.(사용 시 제조)</p> <p>라) 검량곡선표준용액 : 표준용액을 0.01 M 인산이수소칼륨용액으로 희석하여 정량하기에 적합한 농도로 3개 이상 조제한다.(사용 시 제조)</p> <p>마) 기타시약 : 잔류농약 시험용 또는 HPLC용</p> <p>5) 시험용액의 조제</p> <p>균질화한 검체(약 5 g)을 50 mL 갈색 플라스크에 정확히 칭량하고, 0.01 M 인산이수소칼륨용액을 첨가하여 50 mL로 정용하고 30분간 초음파 추출한 후 원심분리관으로 옮겨 10분간 shaker에서 격렬하게 흔들여 준 다음, 영아용 및 성장기용 조제식은 0°C에서 14,000 rpm으로 90분간 원심분리한 후 중간층을 취하여 0.22 μm의 여과지(membrane filter)로 여과한 후 시험용액으로 사용하고 비오틴 첨가된 식품은 0°C에서 9,000 rpm으로 30분간 원심분리한 후 상층액을 취하여</p>	<p>(pH 4.8): 인산이수소칼륨 1.36 g을 증류수에 녹여 1 L로 한다.</p> <p>나) 표준원액: 비오틴 표준품(99.9%)를 0.01 M 인산이수소칼륨 용액에 녹여 100 mg/L이 되도록 조제한다.(4°C이하 암소 보관)</p> <p>다) 표준용액: 표준원액을 0.01 M 인산이수소칼륨용액으로 적절히 희석하여 표준용액으로 한다.(사용 시 제조)</p> <p>라) 0.15 M 인산나트륨 완충액: 제 일 인 산 나 트 른 ($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 8.07 g과 제 이 인 산 나 트 른 ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 18.36 g을 물에 녹인 것을 2 M 수산화나트륨 용액을 이용하여 pH 7.0으로 조정한 후 1 L로 한다.</p> <p>마) PBS(Phosphate buffered saline) 용액: 시판되는 PBS 완충제 정제(tablet) 또는 파우치(pouch) 형태</p>

현 행	개 정(안)
<p>검량곡선표준용액 농도범위에 맞도록 0.01 M 인산이수소칼륨용액으로 희석하여 시험용액으로 사용한다.</p>	<p>를 사용하여 제조한다.(최종 완충액 0.01 M phosphate buffer saline, 0.138 M NaCl, 0.0027 M KCl, pH 7.4, 25°C)</p>
<p>6) 시험방법</p> <p>가) 고속액체크로마토그래프의 측정조건</p> <p>(1) 칼럼</p> <p>(가) 전처리컬럼 : Capcellpak MF SCX, SG80 (4.6 mm×150 mm, 5 μm) 또는 이와 동등한 것]</p> <p>(나) 농축컬럼 : Capcellpak C18 UG120V (2.0 mm×35 mm, 5 μm) 또는 이와 동등한 것</p> <p>(다) 분석컬럼 : Capcellpak C18 UG120V (1.5 mm×250 mm, 5 μm) 또는 이와 동등한 것</p> <p>(2) 이동상</p> <p>(가) 전처리컬럼 이동상 : 0.01 M 인산이수소칼륨용액</p> <p>(나) 분석컬럼 이동상 : 0.01 M 인산이수소칼륨용액/메탄</p>	<p>바) 0.1% 포름산: 포름산을 200 μL를 넣은 후 증류수로 녹여 200 mL로 한다.(질량분석기로 분석시 사용)</p> <p>사) 0.1% 포름산이 함유된 아세토니트릴: 포름산을 200 μL 넣은 후 아세토니트릴로 녹여 200 mL로 한다.(질량분석기로 분석시 사용)</p> <p>아) 기타시약: 잔류농약 시험용 또는 HPLC용</p> <p>5) 시험용액의 조제</p> <p>가) 추출</p> <p>균질화한 검체 약 1~5 g을 달아 갈색원심분리관에 취하고 0.15 M 인산나트륨 완충액 25 mL을 넣고 상온에서 5분간 초음파 추출한 다음 100°C 수욕상에서 30분간 추출하고 상온으로 냉각한다. 0.15 M 인산나트</p>

현 행	개 정(안)
<p><u>을 (80/20)</u></p> <p>(3) 유속</p> <p>(가) 전처리컬럼 이동상 : 500 μL/min</p> <p>(나) 분석컬럼 이동상 : 100 μL/min</p> <p>(4) 육방전환밸브의 조작</p> <p>전처리 컬럼에서 비오틴의 피크 용출시간을 확인하고 농축을 위한 육방전환밸브의 조작 시간을 설정한다.</p> <p>(5) 주입량 : 200 μL</p> <p>(6) 검출기 : 자외부(UV) 검출기 (200 nm)</p> <p>나) 검량선 작성</p> <p>검량곡선표준용액을 액체크로마토그래프에 200 μL씩 각각 주입하여 얻어진 크로마토그램 상의 각 피크의 넓이를 구하여 검량선을 작성한다.</p> <p>다) 표준용액 및 시험용액의 크로마토그램</p>	<p>를 완충액을 가하여 50 mL로 정용하고 균질화 후 0°C에서 22,000 \times g으로 20분간 원심분리한다. 이어서 여과지(Whatman No.2 또는 이와 동등한 것)로 여과한 것을 추출액으로 한다.</p> <p>나) 정제</p> <p>냉장보관 된 정제용 컬럼은 실온에 30분 방치한 후 컬럼 내부의 완충용액을 완전히 제거한다. 추출액 10 mL를 정제용 컬럼에 주입하여 추출액 중 비오틴을 정제용 컬럼에 흡착시킨다. 이어서 PBS 용액 10 mL와 증류수 10 mL 주입하여 불순물을 제거하고 공기를 주입하여 컬럼 내에 남아 있는 용액을 제거한다. 정제용 컬럼에 흡착된 비오틴을 메탄올 4 mL로 시험관에 용출시킨다. 용출액을 70°C에서 질소로 건조시키고 잔류물에 0.01 M 인산이수소칼륨 용액 1 mL를 가하여 녹인 것을 시험용액으로 한다.</p>

현 행

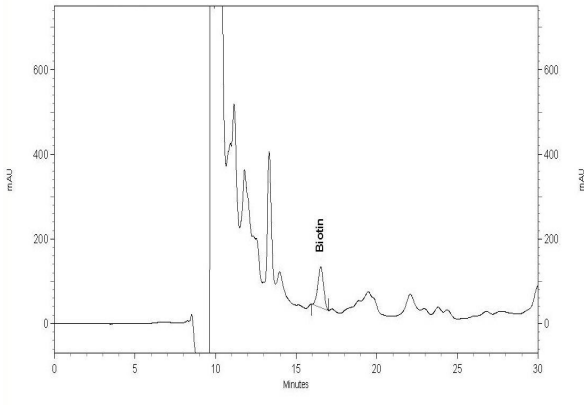
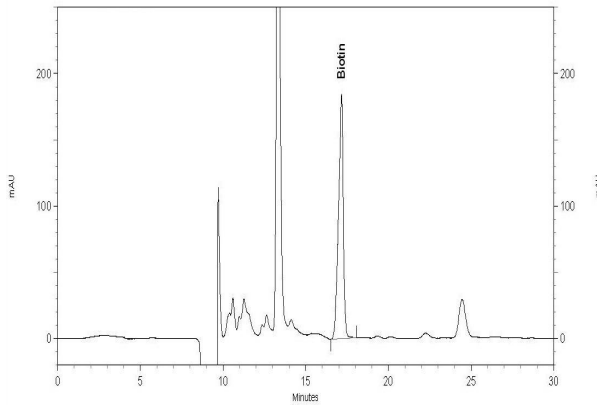


그림 1. 표준용액 및 시험용액의 크로마토그램

라) 정량한계 : 0.1 mg/kg

7) 정성시험

위의 조건에서 얻어진 크로마토그램상의 피크는 어느 측정조건에서도 표준용액 피크의 머무름 시간과 일치하여야 한다.

8) 정량시험

정성시험과 똑같은 조건에서

개 정(안)

6) 시험방법

가) 액체크로마토그래프의 측정

조건

(1) 칼럼

(가) 전처리컬럼: Capcellpak

MF C₈ SG80(4.6 mm × 150 mm, 5 μm) 또는 이와 동등한 것

(나) 농축컬럼: Capcellpak C₁₈

UG120V(2.0 mm × 35 mm, 5 μm) 또는 이와 동등한 것

(다) 분석컬럼: Capcellpak C₁₈

UG120V(1.5 mm × 250 mm, 5 μm) 또는 이와 동등한 것

(2) 이동상

(가) 전처리컬럼 이동상: 0.01 M 인산이수소칼륨용액

(나) 분석컬럼 이동상: 0.01 M 인산이수소칼륨용액/메탄올(90:10, v/v)

(3) 유속

(가) 전처리컬럼 이동상: 500 μL/min

현 행	개 정(안)																		
<p><u>얻어진 시험결과에 의해 피크면 적법에 따라 정량한다.</u></p> <p><u>가) 계산방법</u></p> $\text{비오틴 함량 } (\mu\text{g}/100 \text{ kcal}) = Y' \times \frac{V}{S} \times \frac{100}{\text{검체 } 1 \text{ g 당 kcal}}$	<p><u>(나) 분석컬럼 이동상: 100 μ L/min</u></p> <p><u>(4) 육방전환밸브의 조작</u></p> <p><u>전처리 컬럼에서 비오틴의 피크 용출시간을 확인하고 농축을 위한 육방전환밸브의 조작 시간을 설정한다.</u></p> <p><u>(5) 주입량: 200 μL</u></p> <p><u>(6) 검출기: 자외부검출기(200 nm)</u></p>																		
<p><u>Y' = 검량곡선에 대입하여 얻은 시험용액의 농도($\mu\text{g}/\text{mL}$)</u></p> <p><u>V = 시료 추출에 사용된 용액의 부피(mL)</u></p> <p><u>S = 추출시료의 무게(g)</u></p>	<p><u>나) 액체크로마토그래프/질량분석기의 조건</u></p> <p><u>(1) 액체크로마토그래프 조건</u></p> <p><u>(가) 컬럼: ACQUITY UPLC[®] BEH (2.1 mm x 100 mm, 1.7 μm) 또는 이와 동등한 것</u></p> <p><u>(나) 이동상</u></p> <p><u>① 이동상 A: 0.1% 포름산</u></p> <p><u>② 이동상 B: 0.1% 포름산이 함유된 아세트니트릴</u></p>																		
	<table border="1"> <thead> <tr> <th><u>시간(분)</u></th> <th><u>이동상 A(%)</u></th> <th><u>이동상 B(%)</u></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td><u>0.0</u></td> <td><u>100</u></td> <td><u>0</u></td> </tr> <tr> <td><u>5.0</u></td> <td><u>80</u></td> <td><u>20</u></td> </tr> <tr> <td><u>5.2</u></td> <td><u>0</u></td> <td><u>100</u></td> </tr> <tr> <td><u>6.2</u></td> <td><u>0</u></td> <td><u>100</u></td> </tr> <tr> <td><u>7.0</u></td> <td><u>100</u></td> <td><u>0</u></td> </tr> </tbody> </table>	<u>시간(분)</u>	<u>이동상 A(%)</u>	<u>이동상 B(%)</u>	<u>0.0</u>	<u>100</u>	<u>0</u>	<u>5.0</u>	<u>80</u>	<u>20</u>	<u>5.2</u>	<u>0</u>	<u>100</u>	<u>6.2</u>	<u>0</u>	<u>100</u>	<u>7.0</u>	<u>100</u>	<u>0</u>
<u>시간(분)</u>	<u>이동상 A(%)</u>	<u>이동상 B(%)</u>																	
<u>0.0</u>	<u>100</u>	<u>0</u>																	
<u>5.0</u>	<u>80</u>	<u>20</u>																	
<u>5.2</u>	<u>0</u>	<u>100</u>																	
<u>6.2</u>	<u>0</u>	<u>100</u>																	
<u>7.0</u>	<u>100</u>	<u>0</u>																	

현 행	개 정(안)								
	11.0	100	0						
	<p>(다) 이동상 유속: 0.2 mL/min</p> <p>(라) 컬럼온도: 40℃</p> <p>(마) 주입량: 2 μL</p> <p>(2) 질량분석기 조건</p> <p>(가) Ionization: ESI positive</p> <p>(나) Source temperature: 120 ℃</p> <p>(다) Collision gas: N₂(질소 또는비활성기체)</p> <p>(라) Capillary voltage: 3.5 kV</p> <p>(마) 질량분석기 분석을 위한 이온</p>								
<table border="1"> <thead> <tr> <th data-bbox="802 1289 917 1367">성분</th> <th data-bbox="922 1289 1175 1367">Precursor ion(m/z)</th> <th data-bbox="1180 1289 1414 1367">Fragment ion(m/z)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td data-bbox="802 1373 917 1440">비오틴</td> <td data-bbox="922 1373 1175 1440">245</td> <td data-bbox="1180 1373 1414 1440">227, 166</td> </tr> </tbody> </table>	성분	Precursor ion(m/z)	Fragment ion(m/z)	비오틴	245	227, 166			<p>다) 검량선 작성</p> <p>표준용액을 농도별로 일정량 취하여 액체크로마토그래프 또는 액체크로마토그래프/질량분석기에 각각 주입한다. 얻어진 크로마토그램 상의 각 피크 높이 또는 피크 면적을 구하여 검</p>
성분	Precursor ion(m/z)	Fragment ion(m/z)							
비오틴	245	227, 166							

현 행

개 정(안)

량선을 작성한다.

라) 표준용액 및 시험용액의 크로마토그램

(1) 액체크로마토그래프(육방전환 밸브시스템)/자외부검출기

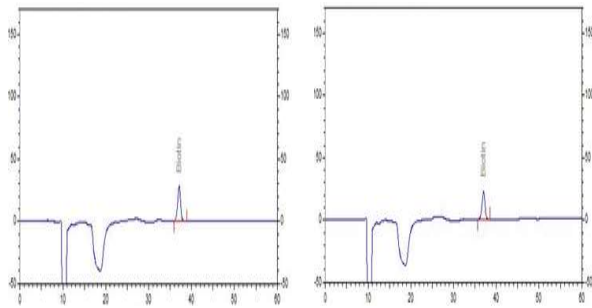


그림1. 표준용액 및 시험용액의 크로마토그램.

(2) 액체크로마토그래프/질량분석기

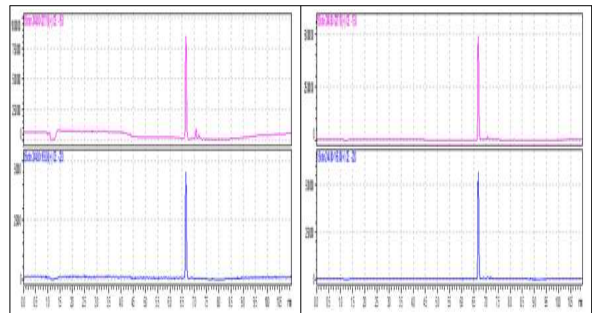


그림2. 표준용액 및 시험용액의 크로마토그램.

7) 정성시험

위의 조건에서 얻어진 크로마토그램상의 피크는 어느 측정조건에서도 표준용액 피크의 머무름

현 행	개 정(안)
	<p><u>시간과 일치하여야 한다.</u></p> <p>8) <u>정량시험</u></p> <p><u>정성시험과 똑같은 조건에서 얻어진 시험결과에 의해 피크면적법에 따라 정량한다.</u></p> <p><u>가) 계산방법</u></p> $\frac{\text{비오틴 함량}}{(\mu\text{g}/100 \text{ g})} = C \times \frac{(a \times V_2 \times b)}{(S \times V_1)} \times 100$ <p><u>C: 검량곡선에 얻은 시험용액의 농도(μg/mL)</u></p> <p><u>a: 시료 추출에 사용된 용액의 부피(mL)</u></p> <p><u>V1: 정제용 컬럼에 주입한 추출액의 부피(mL)</u></p> <p><u>V2: 정제 후 시험용액의 최종부피(mL)</u></p> <p><u>b: 시험용액의 희석배수</u></p> <p><u>S: 검체 채취량(g)</u></p> <p><u><삭 제></u></p>

현 행	개 정(안)
<p>나. 액체크로마토그래프-질량분석기법</p> <p>1) 시험법 적용범위 <u>영아용 조제식 및 성장기용 조제식, 조제유류 등에 적용한다.</u></p> <p>2) 분석원리 <u>시료에 함유된 비오틴을 0.01 M 인산이수소칼륨(pH 4.8) 용액으로 추출하고, 역상컬럼으로 분리한 후 액체크로마토그래프/질량분석기(LC-MS/MS)를 이용하여 분석한다.</u></p> <p>3) 장치 <u>액체크로마토그래프/질량분석기(LC-MS/MS)</u></p> <p>4) 시약 및 시액</p> <p>가) <u>0.01 M 인산이수소칼륨용액(KH₂PO₄) : 인산이수소칼륨 1.35 g을 증류수로 녹여 1 L로 한다. (pH 4.8)</u></p> <p>나) <u>표준원액 : 비오틴 표준품(99.9%)를 증류수에 녹여 100 mg/L가 되도록 조제한</u></p>	

현 행	개 정(안)
<p>다. (4℃이하 암소 보관)</p> <p>다) 표준용액 : 표준원액을 0.01 M 인산이수소칼륨용액(pH 4.8)으로 희석하여 100 µg/L로 조제한다. (사용 시 제조)</p> <p>라) 검량곡선표준용액 : 표준용액을 0.01 M 인산이수소칼륨용액으로 희석하여 5, 15, 30, 45, 60 µg/L가 되도록 조제한다.</p> <p>마) 기타시약 : 잔류농약 시험용 또는 HPLC용</p> <p>바) 이동상</p> <p>(1) 0.1% 포름산 : 포름산을 200 µL를 넣은 후 증류수로 녹여 200 mL로 한다.</p> <p>(2) 0.1% 포름산이 함유된 아세토니트릴 : 포름산을 200 µL 넣은 후 아세토니트릴로 녹여 200 mL로 한다.</p> <p>5) 시험용액의 조제</p> <p>시료 약 5 g을 정밀히 달아 50 mL 갈색 플라스크에 넣고 0.01 M 인산이수소칼륨용액을 첨가하여 시료를 녹인 후 정용한다.</p>	

현 행	개 정(안)												
<p>초음파추출기를 이용하여 30분 간 추출한 후, 원심분리관으로 옮겨 10분간 진탕기에서 격렬하게 흔들어 준다. 원심분리관에 추출액 10 mL과 클로로포름 10 mL를 취하여 10분 간 진탕기를 이용하여 흔들 후 0℃에서 9,000 rpm으로 30분간 원심 분리한다. 상층액의 일부를 취하여 0.2 μm 나일론 멤브레인 필터로 여과하여 시험용액으로 한다.</p> <p>6) 시험방법</p> <p>가) 액체크로마토그래프/질량분석기의 조건</p> <p>(1) 컬럼 : C18(2.1 mmx100 mm, 1.7 μm) 또는 이와 동등한 것</p> <p>(2) 이동상 :</p> <p>(가) 이동상 A : 0.1% 포름산</p> <p>(나) 이동상 B : 0.1% 포름산 이 함유된 아세토니트릴</p> <table border="1" data-bbox="164 1772 756 1965"> <thead> <tr> <th>시간(분)</th> <th>이동상 A(%)</th> <th>이동상 B(%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>0.0</td> <td>100</td> <td>0</td> </tr> <tr> <td>5.0</td> <td>80</td> <td>20</td> </tr> <tr> <td>5.2</td> <td>0</td> <td>100</td> </tr> </tbody> </table>	시간(분)	이동상 A(%)	이동상 B(%)	0.0	100	0	5.0	80	20	5.2	0	100	
시간(분)	이동상 A(%)	이동상 B(%)											
0.0	100	0											
5.0	80	20											
5.2	0	100											

현 행			개 정(안)
<u>6.2</u>	<u>0</u>	<u>100</u>	
<u>7.0</u>	<u>100</u>	<u>0</u>	
<u>11.0</u>	<u>100</u>	<u>0</u>	
<p>(3) <u>이동상유량 : 0.2 mL/min</u></p> <p>(4) <u>컬럼온도 : 40°C</u></p> <p>(5) <u>주입량 : 2 μL</u></p> <p>(6) <u>이온화 : ESI positive</u></p> <p>(7) <u>분자량 범위 : 100 ~ 500</u></p> <p><u>m/z</u></p>			
<u>성분</u>	<u>Precursor ion(m/z)</u>	<u>Fragment ion(m/z)</u>	
<u>비오틴</u>	<u>245</u>	<u>227, 166</u>	
<p><u>표 1. 액체크로마토그래프-질량분석기 분석을 위한 특성이온</u></p> <p><u>나) 검량선 작성</u></p> <p><u>표준용액을 농도별로 일정량 취하여 액체크로마토그래프-질량분석기에 각각 주입한다. 얻어진 크로마토그램상의 m/z 227 이온의 피크 높이 또는 면적을 구하여 검량선을 작성한다.</u></p> <p><u>다) 표준용액 및 시험용액의 크로마토그램</u></p>			

현 행

개 정(안)

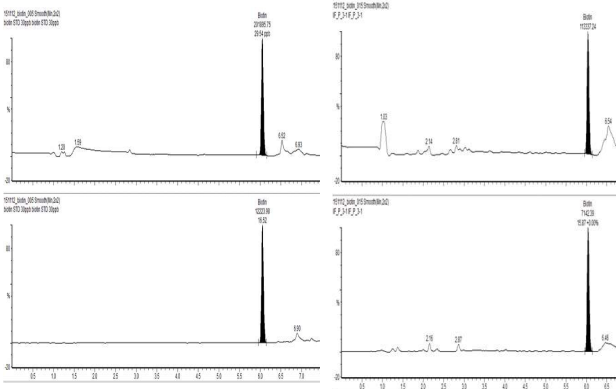


그림 2. 표준용액(30 $\mu\text{g/L}$) 및 시험용액의 크로마토그램

라) 정량한계 : 3 $\mu\text{g/kg}$

7) 정성실험

위의 조건에서 얻어진 크로마토그램상의 피크는 어느 측정조건에서도 표준용액 피크의 머무름 시간과 일치하여야 한다.

8) 정량시험

위 조건으로 얻어진 크로마토그램상의 피크가 표준용액 피크의 머무름 시간과 일치할 때 피크 높이 또는 면적을 검량선에 대입하여 정량한다.

$$\text{비오틴 함량}(\mu\text{g}/100 \text{ g}) = C \times \frac{V}{S} \times 100$$

C : 검량곡선에 얻은 시험용액의 농도($\mu\text{g/L}$)

V : 시험용액의 부피(L)

S : 시료 채취량(g)

현 행	개 정(안)
<p><u>100 : 단위환산계수</u></p> <p>2.2.2.16 ~ 2.2.2.17 (생 략)</p> <p>3. 식품 중 식품첨가물 시험법</p> <p>3.1 보존료</p> <p>빵 또는 떡류, 잼류, <u>식육</u> 또는 알가공품, 어육가공품, 유가공품, 식용유지류, 면류, 음료류 등 식품에 적용한다.</p> <p>3.1.1 ~ 3.3 (생 략)</p> <p>3.4 착색료</p> <p>3.4.1 타르색소</p> <p>가. 모사염색법에 의한 분리·정성법</p> <p>1) 시험법 적용범위</p> <p>과자류, 빵 또는 떡류, 잼류, <u>식육</u> 또는 알가공품, 어육가공품, 두부류 또는 묵류, 면류, 다류, 음료류, 장류 등 식품에 적용한다.</p> <p>2) ~ 3.5 (생 략)</p> <p>3.6 발색제</p> <p><u>식육</u> 또는 알가공품, 어육가공품 등 식품에 적용한다.</p> <p>3.6.1 (생 략)</p> <p>4. ~ 5. (생 략)</p>	<p>2.2.2.16 ~ 2.2.2.17 (현행과 같음)</p> <p>3. 식품 중 식품첨가물 시험법</p> <p>3.1 보존료</p> <p>----- <u>식육가공품</u> -----</p> <p>-----</p> <p>-----</p> <p>-----.</p> <p>3.1.1 ~ 3.3 (현행과 같음)</p> <p>3.4 착색료</p> <p>3.4.1 타르색소</p> <p>가. 모사염색법에 의한 분리·정성법</p> <p>1) 시험법 적용범위</p> <p>----- <u>식육가공품</u> -----</p> <p>-----</p> <p>-----.</p> <p>2) ~ 3.5 (현행과 같음)</p> <p>3.6 발색제</p> <p><u>식육가공품</u> 또는 알가공품, 어육가공품 등 식품에 적용한다.</p> <p>3.6.1 (현행과 같음)</p> <p>4. ~ 5. (현행과 같음)</p>

현 행	개 정(안)
<p>6. 식품별 규격 확인 시험법</p> <p>6.1 (생 략)</p> <p>6.2 당류</p> <p>6.2.1 <u>올리고당</u></p> <p><u>가. 프락토올리고당</u></p> <p>1) <u>장치</u></p> <p><u>고속액체크로마토그래프</u></p> <p>2) <u>시약</u></p> <p>(가) <u>아세트니트릴 : HPLC용</u></p> <p>(나) <u>글리세롤 : 특급</u></p> <p>(다) <u>에탄올 : 특급(99.5%)</u></p> <p>(라) <u>규조토 : 여과조제용(정제품)</u></p> <p>(마) <u>80% 에탄올 : 99.5% 에탄올 과 물을 80 : 20(v/v)으로 혼합한다.</u></p> <p>(바) <u>5% 글리세롤 : 글리세롤 5 g 을 취하여 100 mL 메스플라 스크에 넣고 에탄올 50 mL 를 넣어 용해시킨 후 물로 표선까지 채워 내부표준물질 로 사용한다(글리세롤외에 아라비노스도 내부표준물질 로서 사용할 수 있다).</u></p> <p>3) <u>표준용액의 조제</u></p> <p><u>1-케스토즈(GF₂), 니스토즈(GF₃),</u></p>	<p>6. 식품별 규격 확인 시험법</p> <p>6.1 (현행과 같음)</p> <p>6.2 당류</p> <p>6.2.1 <u>올리고당</u></p> <p><u>가. 프락토올리고당</u></p> <p>1) <u>장치</u></p> <p><u>액체크로마토그래프-시차굴절 검출기(refractive index detector, RI)</u></p> <p>2) <u>시약 및 시액</u></p> <p><u>가) 표준당</u></p> <p><u>1-케스토즈(GF₂)</u></p> <p><u>니스토즈(GF₃)</u></p> <p><u>1-F 프락토피라노실니스토 즈(GF₄)</u></p> <p><u>나) 물: HPLC용</u></p> <p><u>다) 에탄올: HPLC용</u></p> <p><u>라) 아세트니트릴: HPLC용</u></p> <p>3) <u>표준용액의 조제</u></p> <p><u>각 표준당을 물로 녹여 20 mg/mL 농도가 되도록 조제한 후 혼합하여 표준원액으로 한다. 표준원액을 물로 희석하여 312.5~5,000 µg/mL 범위로 조 제하여 표준용액으로 한다.</u></p>

현 행	개 정(안)
<p>1-F 프락토피라노실니스토즈 (GF₄)를 0.4 g씩 달아 각각 20 mL의 메스플라스크에 넣고 약 10 mL의 물을 넣어 용해시킨 후 증류수로 표선까지 채운 것을 표준원액으로 한다. 표준원액 1, 2, 3, 4, 및 5 mL를 정확히 취하여 각각 10 mL용 메스플라스크에 옮겨 넣고, 이에 5% 글리세롤 1 mL를 넣은 뒤 물로 표선까지 채운 것을 표준용액으로 한다.</p> <p>4) 시험용액 조제</p> <p>(가) 유지를 거의 함유하지 않은 시료의 경우</p> <p>프락토올리고당으로서 0.2~2 g이 함유되도록 적당량의 검체를 정확히 달아 100 mL용 메스플라스크에 넣고 이에 물 20 mL를 가하여 용해 또는 추출한다(가열하면서 혼합하던지 초음파처리를 한다). 용해되지 않는 물질이 거의 없을 때에는 5% 글리세롤용액 20 mL를 가한 후 증류수로 표선까지 채운다. 필요하면 여과(No.5B)하여 사용한다. 얻어진</p>	<p>4) 시험용액의 조제</p> <p>프락토올리고당으로서 0.2~2 g이 되도록 검체를 취해 물 20 mL에 용해한 후 100 mL로 정용한다(필요시 1,000 × g에서 10분간 원심분리한다). 상등액 25 mL를 취하여 50 mL 메스플라스크에 옮겨 넣고 에탄올로 정용한다. 이 용액을 0.45 μm의 필터로 여과하여 시험용액으로 사용한다.</p> <p>5) 시험방법</p> <p>가) 액체크로마토그래프 조건</p> <p>(1) 칼럼: Asahipak NH₂P-50 4E(4.6 mm i.d. × 250 mm × 5 μm) 혹은 이와 동등한 것</p> <p>(2) 온도: 40°C</p> <p>(3) 이동상: 65% 아세토니트릴</p> <p>(칼럼의 종류나 상태에 따라 조성을 달리 할 수 있다. 아세토니트릴과 물의 비율을 65 : 35 에서 70 : 30정도의 차이로 조정한다.)</p>

현 행	개 정(안)
<p>액체 25 mL를 정확히 취하여 50 mL용 메스플라스크에 옮겨 넣고 표선까지 에탄올로 채워 희석한다. 침전 또는 탁한 것이 생겼을 경우에는 여과(No. 5B)하고 여과액을 시험용액으로 한다.</p> <p>주1. 용해되지 않는 물질이 많을 때에는 추출액을 여과(No. 5B)하면서 100 mL 메스플라스크에 전가용물을 옮겨 넣고 이하 똑같이 처리한다.</p> <p>(나) 유지를 많이 함유한 시료의 경우</p> <p>검체가 액체인 경우에는 프락토올리고당으로서 0.2~2 g 함유되도록 적당량의 검체를 비커에 정확히 달아 필요하다면 중화한다(산성인 채로 가열조작하면 프락토올리고당류가 가수분해되어버릴 염려가 있다).</p> <p>여기에 규조토를 넣어 잘 혼합한다(규조토의 양은 혼합한 후의 상태가 바슬바슬한정도). 이것은 60±2°C에서 2~4시간 감압 건조한다. 건조한 뒤 전량을 원</p>	<p>다.)</p> <p>(4) 유속: 1.0 mL/min</p> <p>(5) 검출기: 시차굴절검출기(RI)</p> <p>6) 정성시험</p> <p>위의 조건에서 얻어진 크로마토그램 상의 피크는 어느 측정조건에서도 시험용액과 표준용액 피크의 머무름 시간이 일치하여야 한다.</p> <p>7) 정량시험</p> <p>표준용액과 시험용액을 각각 10 µL씩 주입하여 위의 조건에서 시험한다. 표준용액의 피크 면적 또는 높이에 의해 구한 검량선을 사용하여 프락토올리고당의 농도(mg/mL)를 구하고, 다음 식에 의해 프락토올리고당 함량(%)을 계산한다.</p> $\text{프락토올리고당 함량(\%)} = \frac{(A+B+C)}{\text{시료채취량(g)}} \times a \times b \times \frac{100}{1,000}$ <p>A: 시험용액 중의 GF₂의 농도(mg/mL)</p>

현 행	개 정(안)
<p>통여과지에 옮겨놓고, 석유에테르를 사용하여 속시렛 지방추출기로 8~16시간 탈지한다. 탈지 후 원통여과지 안의 전량을 꺼내서 이하는 위의 (가)와 같이 물로 추출한다. 시료가 분말상태인 경우에는 규조토를 넣지 않고 직접여과지에 넣고 이하도록 같이 조작한다.</p>	<p>B: 시험용액 중의 GF₃의 농도 (mg/mL) C: 시험용액 중의 GF₄의 농도 (mg/mL) a: 시험용액의 전량(mL) b: 시험용액의 희석배수</p>
<p>5) 시험조작</p> <p>(가) 고속액체크로마토그래피 조건</p> <p>- 칼럼 : μ-Bondapak CH. PNH₂-10 상당품(Biosil Amino 5S, Shodex RSpak DC-613, Nueleosil NH₂, Lichrosorb NH₂ 등)</p> <p>- 이동상 : 아세토니트릴 : 물(65 : 35)(칼럼의 종류나 상태에 따라 조성을 달리 할 수 있다. 아세토니트릴과 물의 비율을 65 : 35에서 70 : 30정도의 차이로 조정한다. 소량의 에틸알코올을 넣어 조정할 수도 있다)</p>	

현 행	개 정(안)
<p>- 유속 : 1.0 mL/min</p> <p>- 검출기 : 시차굴절계(RI)</p> <p>(나) 정량시험</p> <p>프락토올리고당 표준용액을 각각 10 μL 씩 주입하여 각 프락토올리고당과 내부표준물질의 크로마토그램을 얻어 각 프락토올리고당과 내부표준물질의 피크 면적 또는 높이를 구하고 검량선을 작성한다. 시험용액 10 μL를 주입하여 프락토올리고당과 내부표준물질의 크로마토그램을 얻은 후 각 피크 면적 또는 높이를 구하고 다음 식에 의하여 검체중 총프락토올리고당(GF₂+GF₃+GF₄)의 함유량을 구한다.</p> <p><계 산></p> <p>총프락토올리고당 함량(%) = $(A + B + C) \times D \times \frac{100}{E} \times \frac{100}{1000}$</p> <p>A : 검량선에서 구해진 시험용액중의 GF₂의 농도(mg/mL)</p> <p>B : 검량선에서 구해진 시험용액중의 GF₃의 농도(mg/mL)</p> <p>C : 검량선에서 구해진 시험용액중의 GF₄의 농도(mg/mL)</p>	

현 행	개 정(안)
<p>D : 희석배수</p> <p>E : 시료채취량(g)</p> <p>나. ~ 다. (생 락)</p> <p>라. <u>갈락토올리고당(라피노스, 스타치오스)</u></p> <p>1) <u>시약</u></p> <p>(가) <u>설포살리실린산(Sulfosalicylic acid)</u></p> <p>(나) <u>락토올리고당(Raffinose, Stachyose) 표준용액</u> <u>각 갈락토올리고당을 각각 0.6 g 씩 정확하게 취하여 물에 넣고 용해시켜 20 mL로 한다.</u></p> <p>2) <u>시험용액 조제</u></p> <p>(가) <u>유지를 거의 함유하지 않은 시료인 경우</u> <u>검체 적당량(각 갈락토올리고당 0.07~0.7 g 함유한 양)을 정확히 달아 물을 가하여 용해 혹은 추출하여 50 mL로 한다. 이 용액을 0.45 μm의 필터로 여과한다.</u></p> <p>(나) <u>유지를 많이 함유한 시료인 경우</u></p>	<p>나. ~ 다. (현행과 같음)</p> <p>라. <u>갈락토올리고당(라피노스, 스타치오스)</u></p> <p>1) <u>장치</u> <u>액체크로마토그래프-시차굴절 검출기(Refractive Index detector, RI)</u></p> <p>2) <u>시약 및 시액</u></p> <p>가) <u>표준당</u> <u>Raffinose</u> <u>Stachyose</u></p> <p>나) <u>물: HPLC용</u></p> <p>다) <u>20%(w/v) 설포살리실린산 용액: 설포살리실산(Sulfosalicylic acid) 20 g에 물을 넣어 용해시켜 100 mL로 한다.</u></p> <p>라) <u>아세토니트릴: HPLC용</u></p> <p>3) <u>표준용액의 조제</u> <u>각 표준당을 물로 녹여 10 mg/mL 농도가 되도록 조제한</u></p>

현 행	개 정(안)
<p>검체가 액체인 경우에는 그 적당량(위의 (가)와 같음)을 정확히 재고, 필요하다면 중화한다. 여기에 규조토를 넣고 잘 혼합한다. 60±2℃에서 2~4시간 감압 건조한다. 건조후 전량을 원통여과지에 옮겨 넣고 석유에테르를 사용하여 속시렛 지방 추출기로 8~16시간 탈지한다. 탈지후 원통여과지안의 전량을 꺼내서 이하 상기 (가)와 같이 조작한다. 시료가 분말상태인 경우에는 규조토를 넣지 않고 직접 원통여과지에 넣어 이하 똑같이 조작한다.</p> <p>주1. 시료에 단백질이 함유된 경우 0.2 g/mL 설포살리실린산 수용액을 수방울 가해 단백질을 제거한다. 또한 덱스트린이 검체중에 혼재하는 경우는 글루코아밀라제(Glucoamylase)로 분해한다.</p> <p>3) 시험조작</p> <p>(가) 고속액체크로마토그래피 조건</p>	<p>후 혼합하여 표준원액으로 한다. 표준원액을 물로 희석하여 312.5~5,000 µg/mL 범위로 조제하여 표준용액으로 한다.</p> <p>4) 시험용액 조제</p> <p>각 갈락토올리고당으로서 0.01~0.1 g이 되도록 검체를 취해 물 20 mL에 용해한 후 50 mL로 정용한다. 단, 단백질 제거 조작이 필요한 시료에 대해서는 20% 설포살리실산용액을 여러 방울 첨가하여 생긴 불용성 단백질을 1,000 × g에서 10분간 원심분리하여 제거한다. 이 용액을 0.45 µm의 필터로 여과하여 시험용액으로 한다.</p> <p>5) 시험방법</p> <p>가) 액체크로마토그래프 조건</p> <p>(1) 칼럼: Asahipak NH₂P-50 4E(4.6 mm i.d × 250 mm × 5 µm) 혹은 이와 동등한 것</p> <p>(2) 칼럼온도: 35℃</p> <p>(3) 이동상: 65% 아세토니트릴</p>

현 행	개 정(안)
<p>— 칼럼 : Shodex Ionpak KS-802 상당품</p> <p>— 칼럼온도 : 70℃</p> <p>— 이동상 : 물</p> <p>— 유속 : 1.0 mL/min</p> <p>— 검출기 : 시차굴절계(RI)</p> <p>(나) 정량시험</p> <p>갈락토올리고당 표준용액을 1, 2, 3, 4 및 5 mL를 10 mL용 메스플라스크에 정확하게 취하여 물로 눈금을 맞춘 다음, 각각 10 µL씩 고속액체크로마토그래프에 주입시켜 피크의 높이 또는 면적을 읽어내어 검량선을 작성한다. 검체중의 갈락토올리고당의 함량(%)은 다음 식으로 구한다.</p> $\text{갈락토올리고당}(\%) = (A+B) \times \frac{50}{C} \times \frac{100}{1000}$ <p>A : 검량선에서 구한 갈락토올리고당의 농도(mg/mL)</p> <p>B : 검량선에서 구한 시험용액중의 갈락토올리고당의 농도(mg/mL)</p> <p>C : 시료 채취량(g)</p>	<p>(4) 유속: 1.0 mL/min</p> <p>(5) 검출기: 시차굴절검출기(RI)</p> <p>6) 정성시험</p> <p>위의 조건에서 얻어진 크로마토그램 상의 피크는 어느 측정조건에서도 시험용액과 표준용액 피크의 머무름 시간이 일치하여야 한다.</p> <p>7) 정량시험</p> <p>표준용액과 시험용액을 각각 10 µL씩 주입하여 위의 조건에서 시험한다. 표준용액의 피크 면적 또는 높이에 의해 구한 검량선을 사용하여 갈락토올리고당의 비율(%)을 구하고, 다음 식에 의해 갈락토올리고당 함량(%)을 계산한다.</p> $\text{갈락토올리고당 함량}(\%) = \frac{A+B}{\text{시료채취량}(g)} \times a \times b \times \frac{100}{1,000}$ <p>A: 시험용액 중의 라피노스의 농도(mg/mL)</p> <p>B: 시험용액 중의 스타치오스</p>

현 행	개 정(안)
<p>마. (생 략)</p> <p>바. <u>자일로올리고당</u></p> <p>1) <u>장치</u></p> <p><u>고속액체크로마토그래프</u></p> <p>2) <u>시약</u></p> <p>(가) <u>물 : HPLC용</u></p> <p>(나) <u>아세토니트릴 : HPLC용</u></p> <p>(다) <u>퍼라이트(Perlite)</u></p> <p>(라) <u>표준당</u></p> <p><u>이당류 - xylobiose</u></p> <p><u>삼당류 - xylotriose</u></p> <p><u>사당류 - xylotetraose</u></p> <p><u>오당류 - xylopentaose</u></p> <p><u>육당류 - xylohexaose</u></p> <p>3) <u>표준용액의 제조</u></p> <p><u>각 중합도의 자일로올리고당이 약 50~100 mg 포함되도록 검체 적당량을 정확히 달아 탈기한 물 50 mL에 녹이고 이 용액을 0.45 μm의 필터로 여과시켜 이를 표준용액으로 한다.</u></p>	<p><u>의 농도(mg/mL)</u></p> <p>a: <u>시험용액의 전량(mL)</u></p> <p>b: <u>시험용액의 희석배수</u></p> <p>마. (현행과 같음)</p> <p>바. <u>자일로올리고당</u></p> <p>1) <u>장치</u></p> <p><u>액체크로마토그래프-시차굴절 검출기(refractive index detector, RI)</u></p> <p>2) <u>시약 및 시액</u></p> <p>가) <u>표준당</u></p> <p><u>이당류 - xylobiose</u></p> <p><u>삼당류 - xylotriose</u></p> <p><u>사당류 - xylotetraose</u></p> <p><u>오당류 - xylopentaose</u></p> <p><u>육당류-xylohexaose</u></p> <p>나) <u>물: HPLC용</u></p> <p>다) <u>아세토니트릴 (Acetonitrile): HPLC용</u></p> <p>3) <u>표준용액의 조제</u></p> <p><u>각 표준당을 물로 녹여 100 mg/mL 농도가 되도록 조제한 후 혼합하여 표준원액으로 한다. 표준원액을 물로 희석하여 1~5 mg/mL 범위로 조제하여 표준용</u></p>

현 행	개 정(안)
<p>4) <u>시험용액의 제조</u></p> <p>(가) <u>유지를 거의 함유하지 않은 시료의 경우</u> <u>시료 3 g을 정확히 담아 물을 가해 용해하여 30 mL가 되게 한다. 이 용액을 0.45 μm의 필터로 여과시켜 이를 시험용액으로 한다.</u></p> <p>(나) <u>유지를 많이 함유한 시료의 경우</u> <u>시료 3 g을 정확히 달아 분말인 경우에는 그대로 추출기에 넣고, 시료가 액체인 경우에는 필요하다면 중화 후 퍼라이트를 부석부석할 때까지 넣고 분산시켜 8~16 시간동안 탈지한다. 탈지 후 원통여과지 내의 전량을 회수하여 (가)와 같이 이하 똑같이 조작한다.</u></p>	<p><u>액으로 한다.</u></p> <p>4) <u>시험용액의 조제</u> <u>자일로올리고당이 약 100 mg 되도록 검체를 취해 물 20 mL에 용해한 후 50 mL로 정용한다. 이 용액을 0.45 μm의 필터로 여과하여 시험용액으로 한다.</u></p> <p>5) <u>시험방법</u> <u>가) 액체크로마토그래프 조건</u> (1) <u>칼럼: RSpak DC613 column(6.0 mm i.d × 150 mm × 6 μm) 혹은 이와 동등한 것</u> (2) <u>칼럼온도: 50℃</u> (3) <u>이동상: 67% 아세토니트릴 (칼럼의 종류나 상태에 따라 조성을 달리 할 수 있다.)</u> (4) <u>유속: 0.8 mL/min</u> (5) <u>검출기: 시차굴절검출기(RI)</u></p>
<p>5) <u>시험조작</u></p> <p>(가) <u>고속액체크로마토그래피 조건</u> — <u>칼럼 : Carbohydrate column 4.6×250 mm 또는 이에 상응하는 칼럼</u></p>	<p>6) <u>정성시험</u> <u>위의 조건에서 얻어진 크로마토그램 상의 피크는 어느 측정조건에서도</u></p>

현 행	개 정(안)
<p>— 칼럼온도 : 상온</p> <p>— 이동상 : 아세토니트릴 : 물 (75 : 25)(칼럼의 종류나 상태에 따라 조성을 달리 할 수 있다)</p> <p>— 유속 : 1.2 mL/min</p> <p>— 검출기 : 시차굴절계 (RI detector)</p>	<p>시험용액과 표준용액 피크의 머무름 시간이 일치하여야 한다.</p>
<p>(나) 정량시험</p> <p>각 농도의 표준용액을 10 µL씩 주입하여 분석한 후 검량선의 횡축은 자일로올리고당(mg), 종축은 크로마토그램 피크의 면적을 읽어 검량선을 작성한다. 시료중의 자일로올리고당의 함량(%)은 다음 식으로 구한다.</p> <p>자일로올리고당 함량(%) = $\frac{(A+B+C+D+E) \text{ mg}}{\text{시료채취량(mg)}} \times \text{희석배수} \times 100$</p>	<p>7) 정량시험</p> <p>표준용액과 시험용액을 각각 5 µL씩 주입하여 위의 조건에서 시험한다. 표준용액의 피크 면적 또는 높이에 의해 구한 검량선을 사용하여 자일로올리고당의 농도(mg/mL)를 구하고, 다음 식에 의해 자일로올리고당 함량(%)을 계산한다.</p> $\text{자일로올리고당 함량(}\%) = \frac{(A+B+C+D+E)}{\text{시료채취량(g)}} \times a \times b \times 100$
<p>xylobiose A mg</p> <p>xylotriose B mg</p> <p>xylotetraose C mg</p> <p>xylopentaose D mg</p> <p>xylohexaose E mg</p> <p>사 . 겐티오올리고당</p> <p>1) 장치</p>	<p>A: 시험용액 중의 xylobiose의 농도(mg/mL) _____</p> <p>B: 시험용액 중의 xylotriose의 농도(mg/mL) _____</p> <p>C: 시험용액 중의 xylotetraose의 농도(mg/mL) _____</p> <p>D: 시험용액 중의 xylopentaose의 농도(mg/mL) _____</p> <p>E: 시험용액 중의 xylohexaose의 농도(mg/mL) _____</p> <p>a: 시험용액의 전량(mL)</p>

현 행	개 정(안)
<p><u>고속액체크로마토그래프</u></p> <p>2) <u>시약</u></p> <p>(가) <u>물 : HPLC용</u></p> <p>(나) <u>Sodium Hydroxide</u></p> <p>(다) <u>Sodium acetate</u></p> <p>(라) <u>퍼라이트(Perlite)</u></p> <p>(마) <u>표준당</u></p> <p><u>이당류 Gentiobiose, Cellobiose</u></p> <p>3) <u>표준용액의 조제</u></p> <p><u>Gentiobiose와 Cellobiose가 약 50~100 mg 포함되도록 검체 적당량을 정확히 달아 탈기한 물 1 L에 녹이고 이용액을 0.45 μm의 필터로 여과시켜 이를 표준용액으로 한다.</u></p> <p>4) <u>시험용액의 조제</u></p> <p>(가) <u>유지를 거의 함유하지 않은 검체인 경우</u></p> <p><u>시료 100 mg을 정확히 담아 물을 가해 용해하여 1 L가 되게 한다. 이 용액을 0.45 μm의 필터로 여과시켜 이를 시험용액으로 한다.</u></p> <p>(나) <u>유지를 많이 함유한 검체인 경우</u></p>	<p><u>b: 시험용액의 희석배수</u></p> <p><u>사. 겐티오올리고당</u></p> <p>1) <u>장치</u></p> <p><u>액체크로마토그래프-시차굴절검출기(refractive index detector, RI)</u></p> <p>2) <u>시약 및 시액</u></p> <p>가) <u>표준당</u></p> <p><u>단당류(DP1): Glucose, Fructose</u></p> <p><u>이당류(DP2): Gentiobiose, Cellobiose, Maltose</u></p> <p>나) <u>물: HPLC용</u></p> <p>다) <u>0.3 M Sodium hydroxide solution</u></p> <p>라) <u>0.5 M PMP 용액 (1-phenyl-3-methyl-5-pyrazolone, PMP): PMP시약 4.36 g을 메탄올에 녹여 50 mL가 되도록 한다.</u></p> <p>마) <u>0.3 M Hydrochloride solution</u></p> <p>바) <u>Chloroform</u></p> <p>사) <u>0.01 M Potassium phosphate monobasic buffer: Potassium phosphate monobasic 2.7218</u></p>

현 행	개 정(안)
<p>시료 100 mg을 정확히 달아 분말인 경우에는 그대로 추출기에 넣고 시료가 액체인 경우에는 필요하다면 중화 후 펄라이트를 부석부석할 때까지 넣고 8~16시간 동안 탈지한다. 탈지 후 원통여과지 내의 전량을 회수하여 (가)와 같이 이하 똑같이 조작한다.</p>	<p>g을 물에 녹여 2L가 되도록 한다.</p> <p>아) 0.01 M Potassium phosphate dibasic buffer: Potassium phosphate dibasic 3.4836 g을 물에 녹여 2L가 되도록 한다.</p> <p>자) 0.01M Potassium phosphate buffer(pH6.7): 사)용액에 아)용액을 첨가하여 pH 6.7로 조정한다.</p>
<p>5) 시험조작</p>	<p>차) 아세토니트릴: HPLC용</p>
<p>(가) 고속액체크로마토그래피 조</p>	<p>카) Methanol</p>
<p>건(1)</p>	<p>3) 표준용액의 조제</p>
<p>— 칼럼 : PA-1 Column 4.6 ×</p>	<p>가) 배제형 이온교환계</p>
<p>250 mm 또는 이에 상응하는</p>	<p>Glucose, fructose, maltose,</p>
<p>칼럼</p>	<p>gentiobiose, cellobiose를 각각</p>
<p>— 칼럼온도 : 상온</p>	<p>물로 녹여 50,000 µg/mL 농도가</p>
<p>— 이동상 :</p>	<p>되도록 조제한 후 혼합하여 표준</p>
<p>A : 150 mM Sodium Hydroxide</p>	<p>원액으로 한다. 표준원액을 물로</p>
<p>B : 150 mM Sodium Hydroxide</p>	<p>희석하여 500~4,000 µg/mL 범</p>
<p>+ 600 mM Sodium Acetate</p>	<p>위로 조제하여 표준용액으로 한</p>
<p>— 유속 : 1.0 mL/min</p>	<p>다.</p>
<p>— 검출기 : Pulsed</p>	<p>나) 역상분배계</p>
<p>Amperometric Detector</p>	<p>Glucose, maltose, gentiobiose,</p>
<p>(나) 고속액체크로마토그래피 조</p>	<p>cellobiose를 각각 물로 녹여</p>
<p>건(2)</p>	
<p>— 칼럼 : Aminex HPX-42A</p>	

현 행	개 정(안)
<p>Column 7.8 × 300 mm 또는 이에 상응하는 배제형 이온교환계</p> <ul style="list-style-type: none"> — 칼럼온도 : 85°C — 이동상 : 물 — 유속 : 0.6 mL/min — 검출기 : 시차굴절계(RI) <p>(다) 정량시험</p> <p>① 검량선 작성</p> <p>각 농도의 표준용액을 10 μL 씩 주입하여 분석한 후 검량선의 횡축은 겐티오올리고당 (mg), 종축은 크로마토그램 피크의 면적을 읽어 검량선을 작성한다.</p> <p>② 계산</p> <p>배제형 이온교환계에서 분석한 피크의 면적 또는 높이에 의해 구해진 각 중합도의 검량선에서 각각의 중합도의 함량이 구해지며 그 결과는 다음과 같다.</p> <p>중합도 DP1(단당류) : A 중합도 DP2(이당류) : B 중합도 DP3 이상(3당류 이상) : C</p>	<p>1,000 μg/mL 농도가 되도록 조제한 후 혼합하여 표준원액으로 한다. 표준원액을 물로 희석하여 25~200 μg/mL 범위로 조제하여 표준용액으로 한다.</p> <p>4) 시험용액의 조제</p> <p>가) 배제형 이온교환계</p> <p>겐티오올리고당으로서 약 100 mg이 되도록 검체를 취해 물 10 mL에 용해한 후 물을 사용하여 적당한 농도로 희석한다. 이 용액을 0.45 μm의 필터로 여과하여 이를 시험용액으로 한다.</p> <p>나) 역상분배계</p> <p>겐티오올리고당으로서 약 10 mg이 되도록 검체를 취해 물 10 mL에 용해한다. 시료 및 각 농도의 표준용액 100 μL를 각각 1.5 mL tube에 취하고 0.3 M NaOH 100 μL를 첨가한다. 0.5 M PMP 100 μL를 첨가하고 혼합하여 70°C 수조에 서 1시간 유도체화 후 냉각</p>

현 행	개 정(안)
<p>PA-1 칼럼에서 시료를 분석한 Data의 각 당분함유율(%)은 다음과 같다.</p>	<p>한다. 0.3 M HCl 100 μL를 첨가하여 중화한 후 CHCl₃ 1 mL를 넣고 20,000 \times g에서 5분간 원심분리한다. 상층액을 취해 CHCl₃ 1 mL를 첨가하고 혼합하여 20,000 \times g에서 5분간 원심분리한다(2회 반복). 상층액을 취해 0.45 μm의 필터로 여과하여 이를 시험용액으로 한다.</p>
<p>DP1 Fructose A₁</p>	
<p>DP1 Glucose A₂</p>	
<p>DP2 Maltose B₁</p>	
<p>DP2 Gentiobiose B₂</p>	
<p>DP2 Cellobiose B₃</p>	
<p>DP3 이상 C</p>	
<p><계산></p>	
<p>DP1 Fructose A mg \times $\frac{A_1}{A_1 + A_2} = a_1 \text{ mg}$</p>	
<p>DP1 Glucose A mg \times $\frac{A_2}{A_1 + A_2} = a_2 \text{ mg}$</p>	
<p>DP2 Maltose B mg \times $\frac{B_1}{B_1 + B_2 + B_3} = b_1 \text{ mg}$</p>	
<p>DP2 Gentiobiose B mg \times $\frac{B_2}{B_1 + B_2 + B_3} = b_2 \text{ mg}$</p>	
<p>DP2 Cellobiose B mg \times $\frac{B_3}{B_1 + B_2 + B_3} = b_3 \text{ mg}$</p>	
<p>젠티오올리고당의 함량(%) = (b₂ + b₃) mg \div 시료채취량 mg \times 희석배수 \times 100</p>	<p>5) 시험방법 가) 배제형 이온교환계 (1) 칼럼: Shodex KS801 Column(8.0 mm i.d \times 300 mm \times 6 μm) 혹은 이와 동등한 것 (2) 칼럼온도: 80$^{\circ}$C (3) 이동상: 물 (4) 유속: 0.8 mL/min (5) 검출기: 시차굴절검출기 (RI) 나) 역상분배계 (1) 칼럼: Shiseido UG120 C₁₈ Column(4.6 mm i.d \times 250</p>

현 행	개 정(안)
	<p><u>mm × 5 μm) 혹은 이와 동 등한 것</u></p> <p><u>(2) 칼럼온도: 35℃</u></p> <p><u>(3) 이동상: A : B = 83 : 17</u> <u>A: 0.01 M Potassium phosphate buffer(pH 6.7)</u> <u>B: Acetonitrile</u></p> <p><u>(4) 유속: 0.8 mL/min</u></p> <p><u>(5) 검출기: PDA</u></p> <p><u>6) 정성시험</u> <u>위의 조건에서 얻어진</u> <u>크로마토그램 상의 피크는</u> <u>어느 측정조건에서도</u> <u>시험용액과 표준용액 피크의</u> <u>머무름 시간이 일치하여야</u> <u>한다.</u></p> <p><u>7) 정량시험</u> <u>표준용액과 시험용액을 각각 5</u> <u>μL씩 주입하여 위의 조건에서</u> <u>시험한다. 표준용액의 피크</u> <u>면적 또는 높이를 구하여</u> <u>검량선을 작성한다.</u></p> <p><u>가) 배제형 이온교환계에서 분석</u> <u>한 피크의 면적 또는 높이에</u> <u>의해 각 중합도의 함유량</u></p>

현 행	개 정(안)
	<p>(mg)이 구해지며 그 결과는 다음과 같다.</p> <p><u>DP1(단당류): A</u></p> <p><u>DP2(이당류): B</u></p> <p><u>DP3 이상(3당류 이상): C</u></p> <p>나) 역상분배계에서 시료를 분석한 Data의 각 당분함유율(%)은 다음과 같다.</p> <p><u>DP1 Fructose</u> <u>A₁</u></p> <p><u>DP1 Glucose</u> <u>A₂</u></p> <p><u>DP2 Maltose</u> <u>B₁</u></p> <p><u>DP2 Gentiobiose</u> <u>B₂</u></p> <p><u>DP2 Cellobiose</u> <u>B₃</u></p> <p><u>DP3 이상</u> <u>C</u></p> <p><u>DP2 Gentiobiose</u> <u>B mg</u> ×</p> $\frac{B_2}{B_1 + B_2 + B_3} = b_2 \text{ mg}$ <p><u>DP2 Cellobiose</u> <u>B mg</u> ×</p> $\frac{B_3}{B_1 + B_2 + B_3} = b_3 \text{ mg}$ <p>젠티오올리고당 함량(%) = $\frac{b_2 + b_3}{\text{시료채취량(mg)}} \times d \times 100$</p> <hr/> <p><u>d: 시험용액의 희석배수</u></p>

현 행	개 정(안)
<p>6.2.2 ~ 6.6.4.2 (생 략)</p> <p>6.6.4.3 페로시아화이온</p> <p>가. 액체크로마토그래피에 의한 정성 및 정량</p> <p>1) ~ 2) (생 략)</p> <p>3) 시약 및 시액</p> <p>가) 이동상 : <u>0.2 M 과염소산나트륨(NaClO₄)/0.02 M 수산화나트륨(NaOH) 용액</u></p> <p>나) (생 략)</p> <p>다) 표준용액 : 페로시아화칼륨, 페로시아화나트륨 또는 페로시아화칼슘의 일정량을 0.02 M 수산화나트륨 용액에 녹여 표준원액(페로시아화이온으로서 1 mg/mL)을 조제하고, 표준원액을 0.02 M 수산</p>	<p>6.2.2 ~ 6.6.4.2 (현행과 같음)</p> <p>6.6.4.3 페로시아화이온</p> <p>가. 액체크로마토그래피에 의한 정성 및 정량</p> <p>1) ~ 2) (현행과 같음)</p> <p>3) 시약 및 시액</p> <p>가) 이동상 : <u>0.2 M 과염소산나트륨과 0.02 M 수산화나트륨이 함유된 용액(과염소산나트륨(순도 98% 이상) 25 g과 수산화나트륨(순도 97% 이상) 0.82 g을 정밀히 달아 물을 가하여 1,000 mL로 한다. 다만, 시약의 순도에 따라 첨가량을 조정할 수 있다.)</u></p> <p>나) (현행과 같음)</p> <p>다) ----- ----- ----- ----- ----- ----- -----</p>

현 행	개 정(안)
<p>화나트륨 용액으로 희석하여 <u>0.1~10 mg/mL</u>(페로시아화 이온으로서)로 조제한다.</p>	<p>----- <u>0.1~10 ug/mL</u> ----- -----.</p>
<p>4) (생 략)</p>	<p>4) (현행과 같음)</p>
<p>5) 시험조작</p>	<p>5) 시험조작</p>
<p>가) 액체크로마토그래프의 측정 조건</p>	<p>가) 액체크로마토그래프의 측정 조건</p>
<p>(1) ~ (2) (생 략)</p>	<p>(1) ~ (2) (현행과 같음)</p>
<p>(3) 이동상 : <u>0.2 M 과염소산나 트륨(NaClO₄)/0.02 M수산화 나트륨(NaOH) 용액</u></p>	<p>(3) 이동상 : <u>0.2 M 과염소산나 트륨과 0.02 M 수산화나트 륨이 함유된 용액</u></p>
<p>(4) ~ (5) (생 략)</p>	<p>(4) ~ (5) (현행과 같음)</p>
<p>6) ~ 7) (생 략)</p>	<p>6) ~ 7) (현행과 같음)</p>
<p>6.7 ~ 6.14 (생 략)</p>	<p>6.7 ~ 6.14 (현행과 같음)</p>
<p>7. 식품 중 잔류농약 분석법</p>	<p>7. 식품 중 잔류농약 분석법</p>
<p>7.1 ~ 7.1.4.233 (생 략)</p>	<p>7.1 ~ 7.1.4.233 (현행과 같음)</p>
<p><신 설></p>	<p><u>7.1.4.234 아사이노나피르(Acynonapyr)</u></p>
	<p>가. 시험법 적용범위 <u>곡류, 서류, 두류, 과일류, 채소 류 등의 식품에 적용한다.</u></p> <p>나. 분석원리 <u>검체 중 아사이노나피르 및 대 사산물(AP, 3-endo-[2-proxy-4 -(trifluoromethyl) phenoxy]-9- azabicyclo[3,3,1]nonane)을 아세</u></p>

현 행	개 정(안)
	<p><u>토니트릴로 추출한 후 d-SPE(dispersive-solid phase extraction)로 정제하여 액체크로마토그래프-질량분석기로 분석한다.</u></p> <p><u>다. 장치</u></p> <p><u>1) 액체크로마토그래프-질량분석기 (LC-MS/MS)</u></p> <p><u>라. 시약 및 시액</u></p> <p><u>1) 용매: 잔류농약 시험용 또는 특급</u></p> <p><u>2) 물: 3차 증류수 또는 이와 동등한 것</u></p> <p><u>3) 표준원액: 아사이노나피르 및 대사산물(AP) 표준품을 각각 아세토니트릴에 녹여 1,000 mg/L가 되게 한다.</u></p> <p><u>4) 표준용액: 표준원액을 무처리 시료 추출물을 이용하여 적당한 농도로 혼합, 희석한다(무처리 시료 추출물 90% 이상 포함).</u></p> <p><u>5) d-SPE: 무수황산마그네슘 (MgSO₄, Anhydrous magnesium sulfate), 1차 2차 아민(PSA, Primary secondary amine)</u></p>

현 행	개 정(안)
	<p>6) 기타시약: 잔류농약 시험용 또는 특급</p> <p>7) 특이사항: 대사산물(AP)은 유리 벽면에 흡착할 가능성이 있으므로 모든 시험과정은 폴리프로필렌으로 된 용기를 사용한다.</p> <p>마. 시험용액의 조제</p> <p>1) 추출</p> <p>검체를 분쇄하여 균질화한 후 5 g(곡류 및 두류는 약 1 kg을 혼합하여 표준체 420 μm를 통과하도록 분쇄한 후 5 g, 서류, 과일류 및 채소류는 약 1 kg을 분쇄한 후 5 g)을 정밀히 달아 50 mL 원심분리관에 넣고(곡류 및 두류의 경우 증류수 5 mL 첨가 후 30 분간 방치) 아세토니트릴 20 mL를 가한 뒤 1 N 수산화나트륨 용액을 첨가하여 추출용액의 pH를 10으로 조절한 뒤 10분간 진탕한다. 진탕 후 추출물에 염화나트륨 4 g을 추가하여 1분간 흔들고 4°C, 4,000 G에서 10분간 원심</p>

현 행	개 정(안)
	<p><u>분리하여 상층액 1 mL를 취한다.</u></p> <p><u>2) 정제</u></p> <p><u>무수황산마그네슘 150 mg과 1차 2차 아민 25 mg이 담긴 2 mL 원심분리관에 ‘1)추출’로부터 얻은 아세토니트릴 상층액을 30초간 와류교반기 등을 이용하여 충분히 혼합한 후 이를 4℃, 4,000 G에서 10분간 원심분리한다. 정제된 상층액을 멤브레인 필터(PTFE, 0.2 μm)로 여과한 후 시험용액으로 한다.</u></p> <p><u>바. 시험조작</u></p> <p><u>1) 액체크로마토그래프 분석조건</u></p> <p><u>가) 컬럼: C₁₈계 역상 컬럼 또는 이와 동등한 것</u></p> <p><u>나) 컬럼 온도: 40℃</u></p> <p><u>다) 이동상</u></p> <p><u>(1) 이동상 A: 0.1% 포름산 함유 메탄올</u></p> <p><u>(2) 이동상 B: 0.1% 포름산 함유 물</u></p> <p><u>(3) 농도구배조건</u></p>

현 행

개 정(안)

시간(분)	A(%)	B(%)
0.0	50	50
2.0	50	50
4.0	80	20
8.0	100	0
9.0	100	0
9.1	50	50
12.0	50	50

라) 이동상 유속: 0.3 mL/분

마) 주입량: 2 µL

2) 질량분석기 분석조건

가) 이온화 방법: ESI positive-ion mode

나) Capillary voltage: 1.0 kV

다) Collision gas: 아르곤(Ar)

표. 액체크로마토그래프-질량분석기 분석을 위한 특성이온

분석성분 (Compound)	평균 분자량 (MW)	관측질량 (Exact mass)	선구이온 (Precursor ion, [M+H] ⁺ , m/z)	생성이온 (Product ion, m/z)	충돌에너지 (Collision energy, eV)
아사이노나피르 (Acynonapyr)	504.5	504.18	505	342 ¹⁾	10
				96	26
				122	32
AP	343.4	343.17	344	82 ¹⁾	32
				96	32
				124	24

1) 정량이온이며, 그 외는 정성이온
인.

※ 각 생성이온에 대한 질량분석기의
기기조건은 사용기기의 최적값으
로 변경하여 사용할 수 있으며, 제시
된 이외의 생성이온도 적용이 가능함.

현 행

개 정(안)

3) 검량선 작성

표준용액을 농도별로 일정량 취하여 액체크로마토그래프-질량 분석기에 각각 주입하여 얻은 크로마토그램상의 각 피크 높이 또는 면적 값으로 검량선을 작성한다.

4) 표준품의 크로마토그램

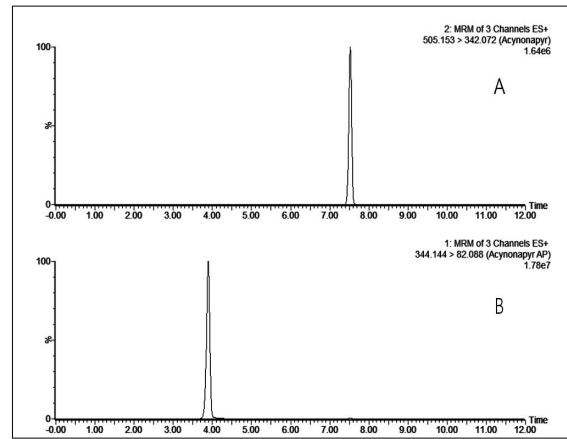


그림.

액체크로마토그래프-질량분석기에서

표준품의 크로마토그램

A: 아사이노나피르(7.5분),

B: AP(3.9분)

* 분석기기: LC(Waters® Acquity

UPLC),

MS/MS(Waters® Xevo TQ-S),

컬럼(Capcell Pak C₈ MG II(3.0 mm ID. ×

150 mm L, 3.0 μm)

현 행	개 정(안)
<p><신 설></p>	<p>5) <u>정량한계</u> <u>0.01 mg/kg</u></p> <p><u>사. 정량시험</u> <u>위 조건으로 얻어진 크로마토</u> <u>그램상의 피크가 표준용액 피크의</u> <u>머무름 시간과 일치할 때 피크</u> <u>높이 또는 면적을 검량선에 대입</u> <u>하여 정량한다.</u></p> <p><u>* 아사이노나피르의 잔류량 = 아</u> <u>사이노나피르의 잔류량 + (환</u> <u>산계수 × 대사산물(AP)의 잔류</u> <u>량)</u></p> <p><u>* 환산계수 = 1.47(아사이노나피</u> <u>르 분자량 505/AP 분자량 343)</u></p> <p><u>아. 확인시험</u> <u>액체크로마토그래프-질량분석기</u> <u>상의 머무름 시간과 특성이온으로</u> <u>아사이노나피르 및 대사산물(AP)</u> <u>을 확인한다.</u></p> <p><u>7.1.4.235 아피도피로펜(Afidopyropen)</u></p> <p><u>가. 시험법 적용범위</u> <u>곡류, 서류, 두류, 과일류, 채소</u> <u>류 등의 식품에 적용한다.</u></p>

현 행	개 정(안)
	<p><u>나. 분석원리</u></p> <p><u>검체 중 아피도피로펜을 포름산 함유 아세토니트릴로 추출한 후 d-SPE(dispersive-solid phase extraction)로 정제하여 액체크로마토그래프-질량분석기로 분석한다.</u></p> <p><u>다. 장치</u></p> <p><u>1) 액체크로마토그래프-질량분석기 (LC-MS/MS)</u></p> <p><u>라. 시약 및 시액</u></p> <p><u>1) 용매: 잔류농약 시험용 또는 특급</u></p> <p><u>2) 물: 3차 증류수 또는 이와 동등한 것</u></p> <p><u>3) 표준원액: 아피도피로펜 표준품을 아세토니트릴에 녹여 1,000 mg/L가 되게 한다.</u></p> <p><u>4) 표준용액: 표준원액을 무처리 시료 추출물을 이용하여 적당한 농도로 혼합, 희석한다(무처리 시료 추출물 90% 이상 포함).</u></p> <p><u>5) d-SPE: 무수황산마그네슘 (MgSO₄, Anhydrous magnesium sulfate), 1차 2차 아민(PSA, Primary secondary amine), C₁₈</u></p>

현 행	개 정(안)
	<p>(Octadecyl bonded silica)</p> <p>6) 기타시약: 잔류농약 시험용 또는 특급</p> <p>마. 시험용액의 조제</p> <p>1) 추출</p> <p>검체를 분쇄하여 균질화한 후 5 g(곡류 및 두류는 약 1 kg을 혼합하여 표준체 420 μm를 통과하도록 분쇄한 후 5 g, 서류, 과일류 및 채소류는 약 1 kg을 분쇄한 후 5 g)을 정밀히 달아 50 mL 원심분리관에 넣고(곡류 및 두류의 경우 증류수 5 mL 첨가 후 30분간 방치) 0.1% 포름산 함유 아세토니트릴 20 mL를 가한 뒤 10분간 진탕한다. 진탕 후 추출물에 무수황산마그네슘 4 g과 염화나트륨 1 g, 구연산이나트륨·1.5수화물 0.5 g, 구연산삼나트륨·2수화물 1 g을 추가하여 1분간 흔들고 4℃, 4,000 G에서 10분간 원심분리하여 상층액 1 mL를 취한다.</p> <p>2) 정제</p> <p>무수황산마그네슘 150 mg과 1차</p>

현 행	개 정(안)																					
	<p>2차 아민 25 mg, C₁₈ 25 mg이 미리 담겨져 있는 2 mL 원심 분리관에 '1)추출'로부터 얻은 상층액 1 mL를 가하고 30초간 와류교반기 등을 이용하여 충 분히 혼합한 후 이를 4℃, 4,00 0 G에서 10분간 원심분리한다. 정제된 상층액을 멤브레인 필 터(Nylon, 0.2 μm)로 여과한 후 시험용액으로 한다.</p> <p><u>바. 시험조작</u></p> <p>1) 액체크로마토그래프 분석조건</p> <p>가) 컬럼: C₁₈계 역상 컬럼 또는 이와 동등한 것</p> <p>나) 컬럼 온도: 40℃</p> <p>다) 이동상</p> <p>(1) 이동상 A: 0.1% 포름산 함유 아세트니트릴</p> <p>(2) 이동상 B: 0.1% 포름산 함유 물</p> <p>(3) 농도구배조건</p> <table border="1" data-bbox="883 1696 1386 1940"> <thead> <tr> <th>시간(분)</th> <th>A(%)</th> <th>B(%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>0.0</td> <td>5</td> <td>95</td> </tr> <tr> <td>1.0</td> <td>5</td> <td>95</td> </tr> <tr> <td>6.0</td> <td>90</td> <td>10</td> </tr> <tr> <td>8.0</td> <td>90</td> <td>10</td> </tr> <tr> <td>8.1</td> <td>5</td> <td>95</td> </tr> <tr> <td>10.0</td> <td>5</td> <td>95</td> </tr> </tbody> </table>	시간(분)	A(%)	B(%)	0.0	5	95	1.0	5	95	6.0	90	10	8.0	90	10	8.1	5	95	10.0	5	95
시간(분)	A(%)	B(%)																				
0.0	5	95																				
1.0	5	95																				
6.0	90	10																				
8.0	90	10																				
8.1	5	95																				
10.0	5	95																				

현 행

개 정(안)

라) 이동상 유속: 0.3 mL/분

마) 주입량: 2 µL

2) 질량분석기 분석조건

가) 이온화 방법: ESI positive-ion mode

나) Capillary voltage: 3.0 kV

다) Collision gas: 아르곤(Ar)

표. 액체크로마토그래프-질량분석기 분석을 위한 특성이온

분석 성분 (Compound)	평균 분자량 (MW)	관측질량 (Exact mass)	선구이온 (Precursor ion, [M+H] ⁺ , m/z)	생성이온 (Product ion, m/z)	충돌에너지 (Collision energy, eV)
				148 ^{b)}	43
아피도피로펜 (Afidopyropen)	593.7	593.26	594	202	45
				106	45

1) 정량이온이며, 그 외는 정성이온
임.

※ 각 생성이온에 대한 질량분석기의
기기조건은 사용기기의 최적값으
로 변경하여 사용할 수 있으며, 제시
된 이외의 생성이온도 적용이 가능함.

3) 검량선 작성

표준용액을 농도별로 일정량
취하여 액체크로마토그래프-질량
분석기에 각각 주입하여 얻은
크로마토그램상의 각 피크 높이
또는 면적 값으로 검량선을 작성

현 행

개 정(안)

한다.

4) 표준품의 크로마토그램

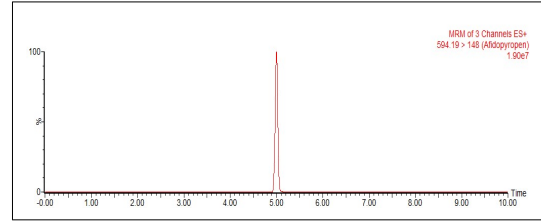


그림.

액체크로마토그래프-질량분석기에서

표준품의 크로마토그램

아피도피로펜(5.0분)

* 분석기기: LC(Waters[®] Acquity

UPLC),

MS/MS(Waters[®] Xevo TQ-S),

컬럼(Unison UK-C₈, 2.0 mm I.D. ×

100 mm L., 3.0 μm)

5) 정량한계

0.01 mg/kg

사. 정량시험

위 조건으로 얻어진 크로마토

그램상의 피크가 표준용액 피크의

머무름 시간과 일치할 때 피크

높이 또는 면적을 검량선에 대입

하여 정량한다.

아. 확인시험

액체크로마토그래프-질량분석기상의

현 행	개 정(안)
<p>7.2 (생 략)</p> <p>7.3 축·수산물 의 잔류물질</p> <p>7.3.1 (생 략)</p> <p>7.3.2 단성분 분석법(Individual residue method)</p> <p>7.3.2.1 ~ 7.3.2.9 (생략)</p> <p>7.3.2.10 글리포세이트 (Glyphosate)</p> <p>가. 시험법 적용범위</p> <p><u>가금류고기, 돼지고기, 돼지고기부산물, 소부산물, 소고기, 알, 우유 등에 적용한다.</u></p> <p>나. 분석원리</p> <p><u>검체를 메탄올 및 클로로포름으로 추출한 후 이온교환수지 및 후로리실 칼럼크로마토그래피로 정제하여 기체크로마토그래프로 측정한다.</u></p> <p>다. 장치</p> <p>1) <u>기체크로마토그래프 : 불꽃광도검출기(GC/FPD : 간섭필터(interference filter), 파장 526nm)를 사용한다.</u></p>	<p><u>머무름 시간과 특성이온으로 아피도 피로펜을 확인한다.</u></p> <p>7.2 (현행과 같음)</p> <p>7.3 축·수산물 의 잔류물질</p> <p>7.3.1 (현행과 같음)</p> <p>7.3.2 단성분 분석법(Individual residue method)</p> <p>7.3.2.1 ~ 7.3.2.9 (현행과 같음)</p> <p>7.3.2.10 글리포세이트 (Glyphosate)</p> <p>가. 시험법의 적용범위</p> <p><u>소고기, 돼지고기, 가금류고기, 유, 알 등의 축산물에 적용한다.</u></p> <p>나. 분석원리</p> <p><u>검체 중 글리포세이트와 대사산물(N-acetylglyphosate)을 1% 포름산 함유 용액으로 추출하여 HLB 카트리지로 정제한 후 액체크로마토그래프-질량분석기로 분석한다</u></p> <p>다. 장치</p> <p>1) <u>액체크로마토그래프 : 질량분석기(LC-MS/MS)</u></p>

현 행	개 정(안)
<p>라. 시약 및 시액</p> <p>1) 유기용매 : 잔류농약시험용</p> <p>2) 물증류수 또는 이와 동등한 물</p> <p>3) 이온교환수지</p> <p>(1) 양이온 교환수지 : AG 500W-X8, 분석용 200~400 메쉬(mesh), 수 소형태를 사용한다. 수지를 반을 나누어 0.5 kg의 용기에 나누어 넣고 각각을 물 500 mL로 3회 세 척한다. 사용전까지 수지를 물에 저장한다.</p> <p>(2) 음이온 교환수지 : Duolite A-101D, 20~50 메쉬(mesh), 염소형태를 사 용한다. 수지에 물을 섞어 크로마토 그래프용 관에 넣고 물 50 mL로 3 회 유출시키고 눈에 보이는 잔류물 이 없을 때까지 1M 중탄산암모늄 용액을 흘려보낸다. 일반적으로 수 지 1 lb당 1M 중탄산암모늄 용액이 13~15 L가 사용된다. 수지량의 4 배의 물로 수지를 세척하고 과량의 물은 버리고 사용할 때까지 이 상 태로 저장한다.</p> <p>4) 후로리실 : 60~100메쉬(mesh)</p> <p>5) 알루미나 : 흡착형태 중성</p>	<p>라. 시약 및 시액</p> <p>1) 용매: ——— 또는 이와 동등한 것</p> <p>2) 물: 3차 증류수 또는 이와 동등한 것</p> <p>3) 표준원액 : 글리포세이트와 대 사산물인 N-아세틸글리포세이 트 표준품을 1% 포름산 함유 용액에 녹여 1,000 mg/L이 되 게 한다.</p> <p>4) 표준용액 : 표준원액을 무처리 시료 추출물을 이용하여 적당 한 농도로 혼합, 희석한다(무 처리 시료 추출물 90% 이상 포함).</p> <p>5) 기타시약 : 잔류농약 시험용 또 는 특급</p> <p>6) 특이사항: 글리포세이트는 유리 벽면에 흡착할 가능성이 있으므로 모든 시험과정에서 폴리프로필렌 재질의 용기를 사용한다.</p>

현 행	개 정(안)
<p><u>Brockman 활성도 I, 80~200메쉬(mesh)</u></p> <p>6) <u>디아조메탄 : 에테르과 함께 증류(N-니트로조메틸우레아로부터 준비, '95 식품공전 926쪽 참조)</u></p> <p>7) <u>표준용액 : 글리포세이트(글리포세이트의 N-TFA 트리메틸에스터) : 건조관이 달린 냉각관과 25 mL 둥근바닥플라스크가 부착된 환류플라스크를 사용하여 가열과 증발조작은 통풍이 잘 되는 후드에서 한다. 글리포세이트 0.005 g을 둥근바닥플라스크에 넣고 트리플루오로초산 5 mL를 가하여 가열관상에서 약하게 가열하여 용해한 다음 무수트리플루오로초산(anhydrous trifluoroacetate) 5 mL를 가하여 환류건조장치를 부착하여 15분간 약하게 환류시킨다. 둥근바닥플라스크를 떼어내고 약한 질소의 흐름으로 증발, 건조시킨다음 메탄올 5 mL로 잔류물을 다시 용해시</u></p>	

현 행	개 정(안)
<p>킨다. <u>디아조메탄 및 에테르용액 5 mL를 가하여 실온에서 30분간 방치하고 증기욕상에서 약한 가열로 총량이 2~3 mL가 되도록 디아조메탄 및 에테르용액을 제거한 후 5 mL 메스플라스크로 옮기고 환류플라스크에 남아 있는 잔류물을 메탄올로 씻어 5 mL 메스플라스크에 합하여 표선까지 채운다. 농축된 용액은 1 mL당 글리포세이트 1,000 μg에 해당하는 N-TFA를 함유한다. 이 용액을 0.10, 0.25, 0.50 mL를 취하여 디클로로메탄으로 10 mL로 희석하면 1 mL당 10, 25, 50 μg의 글리포세이트를 함유하는 용액이 된다. 이 용액은 4~6°C에서 저장한다.</u></p> <p>마. 시험용액의 조제</p> <p>1) 추출</p> <p><u>검체 적당량을 드라이아이스를 넣고 얼려서 균질화한 후 냉장고에서 드라이아이스를 승화시켜서 50 g을 교반기에 취하여</u></p>	<p>마. 시험용액의 조제</p> <p>1) 추출</p> <p><u>검체를 분쇄하여 균질화한 후 5 g을 정밀히 달아 원심분리관에 넣고 1% 포름산 용액 5 mL과 아세토니트릴 15 mL을 가한 뒤</u></p>

현 행	개 정(안)
<p>이에 메탄올 및 클로로포름(2+1) 300 mL를 넣고 1분간 균질화한 후 여과지를 깔은 흡인 여과기로 여과하고 여액을 1 L 둥근바닥플라스크에 받는다. 메탄올 및 클로로포름(2+1) 2~3 mL로 교반기를 세척하고 잔사(residue)를 통과시켜 여액을 1 L 플라스크에 합치고 버리고 잔사(residue)는 15분간 감압 건조시킨다. 잔사(residue)에 물을 적당량 가하여 1분간 혼합한 후 냉장하거나 원심분리한다. 원심분리기의 데스크 톱에 whatman No. 2의 원통여과지(Strip)를 부착하여 현탁액을 서서히 부어 원심분리한 다음 유출된 여액으로 교반기를 씻어 같은 여과지로 재여과한다. 물로 잔사(residue)를 씻어 내리는 작업을 반복하여 총여액이 1,800 mL가 되도록 한다. 250 mL 폴리프로필렌 용기 2~3개에 추출물을 나누어 넣고 물 50~75</p>	<p>1분간 심하게 흔들어 추출한 후 여과지(Whatman 6)로 여과 후 10 mL 아세토니트릴로 여과지를 씻어준다(추출액이 여과지를 통과하지 못하는 경우는 10,000 G 이상으로 원심분리 후 상등액 전량을 취한다). 이후 40°C 이하에서 질소가스를 사용하여 유기용매층을 증발시키고 물층만을 남긴 후 1% 포름산 함유 용액으로 10 mL 정용한다.</p>

현 행	개 정(안)
<p><u>mL로 교반기를 세척하여 원심 분리용 용기에 나누어 넣는데 이 때 각 용기간의 용량차이가 3 g이하가 되도록 하여 12,500 rpm에서 30분간 원심분리하고 상등액은 유리솜이 있는 프리그가 달린 깔때기(Power funnel)를 통과시킨다. 2~3 mL의 물로 유리솜과 깔때기를 씻어 1,800 mL가 되도록 희석하여 A-101D칼럼 정제를 한다.</u></p> <p>2) <u>정제(A-101D 중탄산 형태)</u></p> <p><u>유리여과기(Glass filter)가 달린 안지름 22 mm의 칼럼에 물 7~8 cm를 넣고 A-101D 수지 25 mL를 가한다음 1M 중탄산암모늄용액 100 mL로 세척하고 이어 물 100 mL로 3회 세척한다. 위의 검체용액을 칼럼에 넣고 시간당 600~800 mL의 속도로 유출시키고 물 100 mL로 3회 통과시킨다음 모든 유출액은 버린다. 이어서 0.5M 중탄산암모늄용액</u></p>	<p>2) <u>정제</u></p> <p><u>HLB SPE 카트리지가(200 mg)를 0.1% 포름산 함유 용액 6 mL로 활성화한 후, '1) 추출'로부터 얻은 추출물 2 mL을 카트리지에 넣고 흘러내려 받는다. 카트리지 상단이 마르기 전에 0.1% 포름산 함유 용액 2 mL을 용출하여 앞서 받은 추출액과 합하여 4 mL로 만들고 멤브레인필터(nylon, 0.2 μm)로 여과한 후 시험용액으로 한다.</u></p>

현 행	개 정(안)
<p><u>으로 클리포세이트와 대사물을 유출시켜 150 mL가 되도록 플라스크에 받는다.</u></p>	
<p>3) <u>활성탄 처리</u> <u>유출액에 활성탄 2.0 g을 넣고 15분간 진탕한다음 유리여과기로 흡착여과하여 500 mL 둥근바닥플라스크에 받고 0.5M 중탄산암모늄용액 10 mL로 플라스크와 잔사(residue)를 씻어 여과하는 조작을 2회 반복한 후 여과액을 합한다.</u></p>	<p><삭 제></p>
<p>4) <u>증류</u></p>	<p><삭 제></p>
<p>5) <u>500 mL 둥근바닥플라스크에 있는 여액을 50°C의 항온수조에서 증발, 건조 시킨다음 기벽을 물 50 mL로 씻어 내려 증발, 건조 시키는 조작을 3회 반복한다. 잔류물을 물 5 mL에 녹여 AG 50W X-8 칼럼 정제에 따라 시험한다.</u></p>	<p><삭 제></p>
<p>6) <u>정제(AG 50W-X8 수소 형태) 바깥지름이 12 mm인 유리솜 프러그가 채워진 칼럼에 물을 5~10 cm 채우고 미리 물세척</u></p>	<p><삭 제></p>

현 행	개 정(안)
<p>한 수지 12.0 mL를 가한다. 수지가 가라앉으면 싸이폰을 이용하여 물 75 mL로 칼럼벽에 붙은 수지를 씻어 내린다(싸이폰 장치는 칼럼보다 8 cm 이상 높게 두고 물이 통과되는 관은 안지름 0.157 cm인 폴리에틸렌용기를 사용한다. 수지는 피펫을 사용하여 옮기고 수지칼럼 길이는 14.5 cm가 적당하다). 500 mL 둥근바닥플라스크에 있는 잔류물을 칼럼에 옮기고 물 5 mL로 2회 용기를 세척하여 칼럼에 넣고 유출하여 버리고 이어서 다시 물 10 mL를 칼럼에 넣어 용출시켜 40°C의 수욕중에서 농축시키고 플라스크에 있는 잔류물중에 남아있는 미량의 수분을 제거하기 위하여 질소가스를 약하게 통과시키면서 증발, 건조시킨다. 트리플루오로초산 1 mL를 가하고 마개를 닫은 후 50°C의 항온수조에서 10분간 방치하며 가열하는 동안 3~4분</p>	

현 행	개 정(안)
<p>간격으로 반응물을 흔들어준다. 플라스크를 제거한 후 마개를 열어 실온으로 냉각하고 약한 질소의 흐름으로 증발, 건고시킨다. 메탄올 1 mL를 가하여 기벽에 묻은 반응물을 용해시키고 5분 동안 정치한다. 음 충분한 양(정상적으로는 3~5 mL가 적당)의 디아조메탄 및 에테르용액을 황색이 될 때까지 가하고 가끔 흔들어 주면서 30분간 방치한다. 후드내에서 약하게 증기욕조로 가열함으로써 과량의 디아조메탄 및 에테르용액을 제거하여 0.5 mL 정도되게 증류한 다음 미량의 메탄올을 이용하여 첫번째 원심분리관으로 옮겨 1 mL가 되도록 한다. 이중 0.5 mL를 취하여 두번째 원심분리관에 넣고 5% 황산나트륨 2.5 mL를 가한 후 다시 디클로로메탄 2 mL를 가하여 2분간 진탕한다. 하층부(디클로로메탄층)를 취하여 위와같은 조작을</p>	

현 행	개 정(안)
<p>반복한 후 세번째 원심분리관에 염화추출물을 모은다. 약한 질소의 흐름으로 추출물을 0.5 mL로 증류시켜 시험용액으로 한다.</p> <p>7) <u>추가정제</u></p> <p>기체크로마토그래피법에 의한 측정시 방해인자가 있으면 다음과 같은 정제과정을 따른다. 바깥지름이 75 mm이고 유리 솥 여과깔때기가 달린 관에 후로리실을 6 cm 넣고 그 위에 무수황산나트륨을 1 cm 넣는다. 칼럼을 메탄올 5 mL로 세척하고 디클로로메탄 및 아세톤(3 : 1) 5 mL로 세척한 후 세액은 버린다. 칼럼에 에스테르화된 용액을 0.5 mL씩 나누어 넣고 위의 용기를 디클로로메탄 및 아세톤(3 : 1)의 혼합액 1 mL로 세척하여 칼럼을 통과시키는 조작을 3회 반복한다. 계속하여 디클로로메탄 및 아세톤(3 : 1)의 혼합액 2 mL를 통과시킨 다음 용출액을 모아</p>	<p><삭 제></p>

현 행	개 정(안)																		
<p><u>약한 질소의 흐름으로 0.5 mL</u> <u>되게 증류시켜 시험용액으로</u> <u>한다.</u></p> <p>바. 시험조작</p> <p>1) <u>가스크로마토그래프의 측정조건</u></p> <p>가) <u>충전칼럼(Packed column)</u></p> <p>(1) <u>고정상담체 : 기체크로마토그래</u> <u>프용 크로모솔브 W(AW-DMCS,</u> <u>HP 80~100메쉬(mesh)) 및 가스</u> <u>크롬 Q(80~100메쉬(mesh)) 또는</u> <u>이와 동등한 것</u></p> <p>(2) <u>고정상액체 : 100% Methyl</u> <u>siloxane을 Chromosorb W</u> <u>에 10%로, 또는 50%</u> <u>Phenyl 50% Methyl</u> <u>siloxane을 Gas Chrom Q</u> <u>에 3.8%로 입힌 것</u></p> <p>(3) <u>칼럼 : 안지름 2~3 mm,</u> <u>길이 100~200 cm의 유리</u> <u>관</u></p> <p>나) <u>시험용액 주입부 및 검출기</u> <u>의 온도 : 각각 230℃, 250℃</u></p> <p>다) <u>칼럼온도 : 180℃(100%</u> <u>Methyl siloxane 코팅칼럼) 항</u> <u>온, 150℃(50% Phenyl 50%</u></p>	<p>바. 시험조작</p> <p>1) <u>액체크로마토그래프의 측정조건</u></p> <p>가) <u>컬럼 : 용매피크의 용리시간</u> <u>이 1분 이내이면서 글리포세</u> <u>이트와 N-아세틸글리포세이</u> <u>트의 머무름 시간이 1.5분 이</u> <u>상 분리 가능한 컬럼</u></p> <p>나) <u>컬럼 온도 : 35℃</u></p> <p>다) <u>이동상</u></p> <p>(1) <u>이동상 A : 0.1% 포름산 함유</u> <u>물</u></p> <p>(2) <u>이동상 B : 0.1% 포름산 함유</u> <u>메탄올</u></p> <p>(3) <u>농도구배조건</u></p> <table border="1" data-bbox="824 1434 1393 1682"> <thead> <tr> <th>시간(분)</th> <th>A (%)</th> <th>B (%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>0.00</td> <td>90.0</td> <td>10.0</td> </tr> <tr> <td>5.00</td> <td>10.0</td> <td>90.0</td> </tr> <tr> <td>6.00</td> <td>10.0</td> <td>90.0</td> </tr> <tr> <td>7.00</td> <td>90.0</td> <td>10.0</td> </tr> <tr> <td>10.00</td> <td>90.0</td> <td>10.0</td> </tr> </tbody> </table> <p>라) <u>이동상 유속 : 0.25 mL/분</u></p> <p>마) <u>주입량 : 5 µL</u></p>	시간(분)	A (%)	B (%)	0.00	90.0	10.0	5.00	10.0	90.0	6.00	10.0	90.0	7.00	90.0	10.0	10.00	90.0	10.0
시간(분)	A (%)	B (%)																	
0.00	90.0	10.0																	
5.00	10.0	90.0																	
6.00	10.0	90.0																	
7.00	90.0	10.0																	
10.00	90.0	10.0																	

현 행	개 정(안)																		
<p><u>Methyl siloxane 코팅칼럼) 항온</u> <u>라) 운반기체(carrier gas) 및 유량 : 질소 또는 헬륨을 적절하게 조절한다.</u> <u><신 설></u></p>	<p><u>2) 질량분석기 분석조건</u> <u>가) 이온화 방법 : ESI negative-ion mode</u> <u>나) Capillary voltage : 3.5 kV</u> <u>다) Collision gas : 아르곤(Ar) 또는 질소(N₂)</u> <u>표. 액체크로마토그래프-질량분석기 분석을 위한 특성이온</u></p> <table border="1" data-bbox="797 1161 1422 1398"> <thead> <tr> <th>분석성분 (Compound)</th> <th>평균 분자량 (MW)</th> <th>관측질량 (Exact mass)</th> <th>선구이온 (Precursor ion, [NH], m/z)</th> <th>생성이온 (Product ion, m/z)</th> <th>충돌에너지 (Collision energy, eV)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Glyphosate</td> <td>169.1</td> <td>168.10</td> <td>168</td> <td>93 150</td> <td>3 9</td> </tr> <tr> <td>N-Acetyl glyphosate</td> <td>211.1</td> <td>209.86</td> <td>210</td> <td>150 124</td> <td>7 5</td> </tr> </tbody> </table> <p><u>※ 밑줄 표시 되어 있는 것은 정량 이온이며 그 외 이온들은 정성 이온임</u> <u>※ 각 생성이온에 대한 질량분석기의 기기조건은 사용기기의 최적 값으로 변경하여 사용할 수 있으며, 제시된 이외의 생성이온도 적용이 가능함.</u></p>	분석성분 (Compound)	평균 분자량 (MW)	관측질량 (Exact mass)	선구이온 (Precursor ion, [NH], m/z)	생성이온 (Product ion, m/z)	충돌에너지 (Collision energy, eV)	Glyphosate	169.1	168.10	168	93 150	3 9	N-Acetyl glyphosate	211.1	209.86	210	150 124	7 5
분석성분 (Compound)	평균 분자량 (MW)	관측질량 (Exact mass)	선구이온 (Precursor ion, [NH], m/z)	생성이온 (Product ion, m/z)	충돌에너지 (Collision energy, eV)														
Glyphosate	169.1	168.10	168	93 150	3 9														
N-Acetyl glyphosate	211.1	209.86	210	150 124	7 5														

현 행	개 정(안)
<p>3) 검량선의 작성</p> <p>표준용액을 농도별로 일정량 취하여 <u>기체크로마토그래프에 각각 주입한다. 얻어진 크로마토그램상의 각 피크 높이 또는 면적을 구하여 검량선을 작성한다.</u></p>	<p>3) 검량선 작성</p> <p>-----</p> <p>---<u>액체크로마토그래프-질량 분석기에 각각 주입하여 얻은 크로마토그램상의 각 피크</u>-----</p> <p>-----</p> <p>4) <u>표준품의 크로마토그램</u></p> <div data-bbox="813 848 1424 1010" data-label="Figure"> <p>The figure contains two side-by-side chromatograms. The left chromatogram shows a single sharp peak at 1.9 minutes on a time axis from 0.0 to 32.0 minutes. The right chromatogram shows a single sharp peak at 4.1 minutes on a time axis from 3.0 to 9.5 minutes. Both plots have 'Abundance' on the y-axis and 'Time, min.' on the x-axis.</p> </div> <p>그림.</p> <p><u>액체크로마토그래프-질량분석기 크로마토그램</u></p> <p><u>Glyphosate(1.9분), N-acetyl</u></p> <p><u>Glyphosate(4.1분)</u></p> <p>* <u>분석기기: LC(SHISEIDO®</u></p> <p><u>Nanospace Nasca 2 system),</u></p> <p><u>MS/MS(AB SCIEX QTRAP</u></p> <p><u>4500)</u></p> <p><u>컬럼 : Hypercarb™ (2.1 mm I.D. ×</u></p> <p><u>100 mm L., 5 μm), 농도 : 100</u></p> <p><u>μg/L</u></p>
<p>4) <u>정량한계</u></p> <p>0.05 mg/kg</p>	<p>5) <u>정량한계</u></p> <p><u>글리포세이트(Glyphosate) : 0.05</u></p>

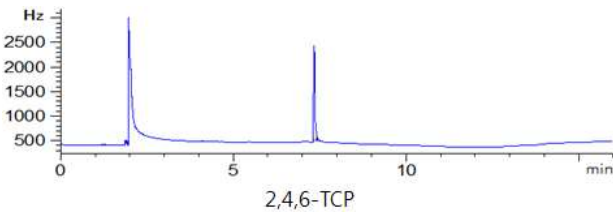
현 행	개 정(안)
<p>사. 정성시험</p> <p><u>위 조건으로 얻어진 크로마토그램상의 피이크는 어느 측정조건에서도 표준용액 피이크의 머무름 시간(retention time)과 일치하여야 한다.</u></p> <p>아. 정량시험</p> <p><u>정성시험과 똑같은 조건에서 얻어진 시험결과에 의해 피이크높이법 또는 피이크면적법에 따라 정량한다.</u></p> <p><u>주1) 액체크로마토그래피에 의한 글리포세이트의 측정조건은 제8. 일반시험법 7. 식품 중 잔류농약 분석법 7.1.4.18 글리포세이트(Glyphosate)를 참조할 것</u></p> <p><u><신 설></u></p>	<p><u>mg/kg</u></p> <p><u>N-아세틸글리포세이트(N-acetyl glyphosate) : 0.05 mg/kg</u></p> <p><u><삭 제></u></p> <p>사. 정량시험</p> <p><u>위 조건으로 얻어진 크로마토그램상의 피이크가 표준용액 피이크의 머무름 시간과 일치할 때 피이크 높이 또는 면적을 검량선에 대입하여 정량한다.</u></p> <p><u>* 글리포세이트의 잔류량 = 글리포세이트의 잔류량 + (환산계수 × N-아세틸글리포세이트의 잔류량)</u></p> <p><u>* 환산계수 = 0.80(글리포세이트의 분자량 169 / N-아세틸글리포세이트의 분자량 211)</u></p> <p>아. 확인시험</p> <p><u>액체크로마토그래프-질량분석기상의 머무름 시간과 특성이온으</u></p>

현 행	개 정(안)
<p>7.3.2.11 ~ 7.3.2.15 (생 략)</p> <p>7.3.2.16 프로클로라즈(Prochloraz)</p> <p>가. 시험법 적용범위 <u>소부산물, 소지방, 소고기, 유 등에 적용한다.</u></p> <p>나. 분석원리 <u>검체를 아세톤으로 추출한 후 C₁₈ 칼럼크로마토그래피로 정제하여 기체크로마토그래프로 측정한다.</u></p> <p>다. 장치 1) <u>기체크로마토그래프 : 전자포획 검출기(electron capture detector)를 사용한다.</u></p> <p>라. 시약 및 시액 1) <u>용매 : 잔류농약 시험용</u> 2) <u>물 : 증류수 또는 이와 동등한 물 및 액체크로마토그래프용</u> 3) <u>기타시약 : 특급</u> 4) <u>표준원액 : 프로클로라즈 표준품을 아세톤에 녹여 100 mg/kg이 되게 한다.</u> 5) <u>표준용액 : 표준원액 적당량을</u></p>	<p><u>로 클리포세이트와 N-아세틸클리포세이트를 확인한다.</u></p> <p>7.3.2.11 ~ 7.3.2.15 (현행과 같음)</p> <p>7.3.2.16 프로클로라즈(Prochloraz)</p> <p>가. 시험법의 적용범위 <u>소고기, 돼지고기, 가금류고기, 유, 알 등의 축산물에 적용한다.</u></p> <p>나. 분석원리 <u>검체 중 프로클로라즈와 대사산물 (BTS 44595, BTS 44596, 2,4,6-트리클로로페놀)를 pyridine hydrochloride 을 사용하여 2,4,6-트리클로로페놀로 변환 후 기체크로마토그래프-전자포획검출기로 분석한다.</u></p> <p>다. 장치 1) <u>기체크로마토그래프 : 전자포획 검출기(GC-ECD)</u></p> <p>라. 시약 및 시액 1) <u>용매 : 잔류농약 시험용 또는 이와 동등한 것</u> 2) <u>물 : 3차 증류수 또는 이와 동등한 것</u> 3) <u>표준원액 : 2,4,6-트리클로로페놀 (2,4,6-trichlorophenol;</u></p>

현 행	개 정(안)
<p>플라스크에 넣고 질소가스를 통과시켜 건고한 후 마. 시험용액의 조제 2) 분해 이후의 실험을 한 후 헥산으로 희석하여 적당한 농도로 하여 표준용액으로 한다 (2, 4, 6-Trichlorophenol의 경우는 바로 아세톤을 사용하여 적당한 농도로 희석하여 사용한다).</p> <p>마. 시험용액의 조제</p> <p>1) 추출</p> <p>검체를 잘게 썰거나 갈은 후 10 g 을 달아 아세톤 150 mL 및 2% 디에틸렌글리콜 아세톤용액 1 mL를 넣고 속슬렛추출장치에서 6시간 추출하고 여과한 후 여액에 아세톤을 넣어 150 mL로 한다.</p>	<p>2,4,6-TCP) 표준품을 아세톤에 녹여 100 mg/L이 되게 한다.</p> <p>4) 표준용액 : 표준원액을 에틸아세테이트를 이용하여 적당한 농도로 희석한다.</p> <p>5) 기타시약 : 잔류농약 시험용 또는 특급</p> <p>마. 시험용액의 조제</p> <p>1) 추출</p> <p>가) 고기류 등 지방 많이 함유한 검체: 검체를 균질화한 시료 10 g을 정밀히 달아 아세톤 100 mL을 넣은 뒤 30분간 추출하고 흡입여과한다. 아세톤 50 mL로 잔류물과 흡입여과에 사용한 용기를 씻어 합한 후 감압농축하고 '1% 포름산 함유된 n-헥산:아세토니트릴(1:1, v/v) 50 mL' 을 넣고 분배추출을 2회 반복 후 아래층을 모아 감압농축한다. 잔류물을 디클로로메탄 10 mL에 녹인 후 질소가스를 사용하여 1 mL로 농축한 뒤, 2)의 과정으로 진행한다.</p>

현 행	개 정(안)
<p>2) 분해</p> <p>위의 용액중 15 mL(검체 1 g에 해당)를 취하여 질소를 통과하면서 증발건조시키고 잔류물에 피리딘염산염 5 g 및 비등석 몇개를 넣고 냉각관을 달아 1시간 동안 가열환류시키고 냉각한다. 이에 0.2M 염산용액 20 mL를 넣어 반응물을 용해한다.</p>	<p>나) 알과 유: 균질화한 시료 10 g을 정밀히 달아 아세톤 20 mL을 넣고 30분간 추출하고 3,500 rpm으로 5분간 원심분리한다. 상층액을 전량 취한 후 물 100 mL와 포화 염화나트륨 용액 50 mL을 넣고 디클로로메탄 50 mL로 2회 분배 추출한 후 아래층을 무수황산나트륨에 통과시켜 탈수한 다음 감압농축한다. 잔류물을 디클로로메탄 10 mL에 녹여 1 mL로 질소농축한 뒤, 2)의 과정을 거쳐 시험 용액으로 한다.</p> <p>2) 2,4,6-TCP로 변환</p> <p>‘1) 추출’ 과정에서 얻은 용액에 pyridine hydrochloride 5 g을 넣고 200°C에서 2시간 동안 분해시킨다. 이후 0.2 M HCl 20 mL을 넣고 물 100 mL과 포화 염화나트륨 용액 50 mL을 넣은 뒤, 디클로로메탄 50 mL로 2회 분배추출하여 아래층을 무수황산나트륨을 통과시켜 탈수 후 감압농축한다. 유와 알은 에틸아세테이트 10</p>

현 행	개 정(안)
<p>3) 정제</p> <p>미리 메탄올 5 mL 및 물 5 mL를 유출시켜 활성화한 C18 카트리지를 (1 g)에 위의 반응액을 넣고 유출하여 버린다. 이 카트리지를 물 10 mL와 메탄올 및 물(50 : 50)의 혼합액 10 mL 및 물 5 mL를 차례로 씻어 버린다. C18 카트리지 아래 무수황산나트륨을 충전한 칼럼과 플로리실 카트리지(Florisil cartridge)를 연결하고 C18 카트리지에 헥산 10 mL를 넣어 프로클로라즈 분해물인 TCP를 C18 카트리지에서 용출시켜 플로리실 카트리지(Florisil cartridge)에 흡착시킨다. 이어서 무수황산칼럼을 제거하고 플로리실 카트리지(Florisil cartridge)에 에틸아세테이트 8 mL를 넣어 유출시켜 버리고 이어서 메탄올 및</p>	<p>mL에 녹여 멤브레인 필터(PTFE, 0.2 μm)로 여과한 후 시험용액으로 하고, 고기류 등 지방 많은 검체는 '3) 정제' 과정을 따른다.</p> <p>3) 정제</p> <p>고기류를 추출 및 2,4,6-TCP로 변환 후 감압농축한 잔류물을 디클로로메탄 6 mL로 녹여, 디클로로메탄 10 mL로 활성화시킨 아미노프로필 카트리지(1 g)에 넣고 1% 포름산 함유 메탄올 10 mL로 용출하여 받은 후 감압농축한다. 잔류물을 에틸아세테이트 10 mL에 녹여 멤브레인 필터(PTFE, 0.2 μm)로 여과한 후 시험용액으로 한다.</p> <p>바. 시험조작</p> <p>1) 기체크로마토그래프의 분석조건</p> <p>가) 컬럼 : DB-5 capillary column (0.53 mm I.D. \times 30 m L., 0.50 μm) 또는 이와 동등한 것</p> <p>나) 이동상 가스(Carrier gas) 및 유속 : 질소(N₂), 7.0 mL/분</p>

현 행	개 정(안)
<p>아세톤(1 : 9)의 혼합액 20 mL로 용출하고 용출액을 농축, 증발건조시키고 잔류물을 헥산 일정량에 녹여 시험용액으로 한다.</p> <p>바. 시험조작</p> <p>1) 기체크로마토그래프의 측정조건</p> <p>가) 모세관 컬럼(capillary column) : 0.2~0.32 또는 0.53 mm의 안지름을 가지는 30 m의 모세관 유리 칼럼에 Neutra Bond-1을 화학결합 또는 Cross-link 코팅한 것 또는 이와 동등한 것(7. 식품중 잔류농약 분석법, 7.1.2.1의 바. 시험조작중 「사용이 가능한 동등한 칼럼」 참조)</p> <p>나) 시험용액 주입부 및 검출기의 온도 : 각각 250℃, 280℃</p> <p>다) 칼럼온도 : 150℃ 항온(필요에 따라서 적절히 조절한다)</p> <p>라) 운반기체(carrier gas) 및 유량 : 질소를 적절하게 조절한다.</p> <p>2) 검량선의 작성</p> <p>표준용액을 농도별로 일정량 취하</p>	<p>다) 주입부 온도 : 300℃</p> <p>라) 오븐온도</p> <p>100℃에서 시료를 주입하고 2분간 유지한 후 15℃/분의 비율로 190℃까지 온도를 상승시켜 1분간 유지하고 20℃/분의 비율로 290℃까지 온도를 상승시켜 2분 이상 유지한다.</p> <p>마) 주입량 : 1 μL, splitless</p> <p>바) 검출기 온도 : 300℃</p> <p>2) 검량선 작성</p> <p>표준용액을 농도별로 일정량 취하여 기체크로마토그래프-전자포획검출기에 각각 주입하여 얻은 크로마토그램상의 각 피크 높이 또는 면적 값으로 검량선을 작성한다.</p> <p>3) 표준품의 크로마토그램</p>  <p>그림.</p> <p>기체크로마토그래프-전자포획검출기에서 표준품의 크로마토그램 2,4,6-트리클로로페놀 (7.3분)</p>

현 행	개 정(안)
<p>여 기체크로마토그래프에 각각 주입한다. 얻어진 크로마토그램상의 각 피크 높이 또는 면적을 구하여 검량선을 작성한다.</p> <p>3) 정량한계 0.05 mg/kg</p> <p>사. 정성시험 위 조건으로 얻어진 크로마토그램상의 피크는 어느 측정조건에서도 표준용액피크의 머무름 시간 (retention time)과 일치하여야 한다.</p> <p>아. 정량시험 정성시험과 똑같은 조건에서 얻어진 시험결과에 의해 피크높이법 또는 피크면적법에 따라 정량한다.</p>	<p>* 분석기기 : GC (Agilent 6890), ECD (Agilent), 컬럼 : DB-5 capillary column (0.53 mm I.D. × 30 m L., 0.50 μm), 농도 : 20 μg/L</p> <p>4) 정량한계 0.02 mg/kg</p> <p>사. 정량시험 위 조건으로 얻어진 크로마토그램상의 피크가 표준용액 피크의 머무름 시간과 일치할 때 피크 높이 또는 면적을 검량선에 대입하여 정량한다.</p> <p>* 프로클로라즈의 잔류량 = 환산계수 × 2,4,6-TCP의 잔류량 * 환산계수 = 1.91 (프로클로라즈의 분자량 377/2,4,6-TCP의 분자량 197)</p> <p>아. 확인시험 기체크로마토그래프-질량분석기상의 머무름 시간과 질량분석 스펙트럼으로 대상성분을 확인한다.</p> <p>1) 기체크로마토그래프-질량분석기의 분석조건</p>

현 행	개 정(안)						
	<p>가) 칼럼: DB-5MS(Agilent, 0.25 mm i.d. x 30 m L., 0.25 μm) 또는 이와 동등한 것</p> <p>나) 이동상가스 및 유속: 헬륨, 1.0 mL/분</p> <p>다) 오븐 온도: 80℃에서 2분간 유지한 후 15℃/분의 속도로 180℃까지 승온하고 10℃/분의 속도로 250℃까지 승온한다.</p> <p>라) 주입부 온도: 250℃</p> <p>마) 인터페이스 온도: 280℃</p> <p>바) 이온화: 전자충격(EI), 70 eV</p> <p>사) 주입모드: splitless</p> <p>아) 주입량: 1 μL</p> <p>표. 기체크로마토그래프-질량분석기 분석을 위한 특성이온</p>						
	<table border="1"> <thead> <tr> <th data-bbox="797 1444 1084 1539">분석성분 (Compound)</th> <th data-bbox="1084 1444 1219 1539">평균분자량 (MW)</th> <th data-bbox="1219 1444 1424 1539">관측이온 (Monitoring ion, m/z)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td data-bbox="797 1539 1084 1602">2,4,6-trichlorophenol</td> <td data-bbox="1084 1539 1219 1602">197.5</td> <td data-bbox="1219 1539 1424 1602">196, 132</td> </tr> </tbody> </table>	분석성분 (Compound)	평균분자량 (MW)	관측이온 (Monitoring ion, m/z)	2,4,6-trichlorophenol	197.5	196, 132
분석성분 (Compound)	평균분자량 (MW)	관측이온 (Monitoring ion, m/z)					
2,4,6-trichlorophenol	197.5	196, 132					
	<p>※ 관측이온에 대한 질량분석기의 기기조건은 사용기기의 최적값으로 변경하여 사용할 수 있으며, 제시된 이외의 관측이온도 적용이 가능함.</p>						

현 행	개 정(안)
<p>7.3.2.17 ~ 7.3.2.30 (생 략)</p> <p>8. 식품 중 잔류동물용의약품시험법</p> <p>8.1 ~ 8.2 (생 략)</p> <p>8.3. 정량시험법</p> <p>8.3.1 ~ 8.3.57 (생 략)</p> <p>8.3.58 플로르페니콜(Florfenicol)</p> <p>1) 시험법 적용범위</p> <p><u>축·수산물 등에 적용한다.</u></p> <p>2) 분석원리</p> <p><u>검체 중 플로르페니콜과 대사물</u> <u>질인 플로르페니콜 아민을 에틸</u> <u>아세테이트로 추출하고 헥산으로</u> <u>지방을 제거한 후, 산을 가해 플</u> <u>로르페니콜을 대사물질인 플로르</u> <u>페니콜 아민으로 전환시켜 양이</u> <u>온교환 카트리지로 정제하고 액</u> <u>체크로마토그래프/자외선흡광검</u> <u>출기(UV photometric detector)</u> <u>로 분석한다. 플로르페니콜 양은</u> <u>플로르페니콜 아민으로서 정량한</u> <u>다.</u></p> <p>3) 측정기기</p> <p><u>액체크로마토그래프/자외선흡광</u> <u>검출기(UV photometric</u></p>	<p>7.3.2.17 ~ 7.3.2.30 (현행과 같음)</p> <p>8. 식품 중 잔류동물용의약품시험법</p> <p>8.1 ~ 8.2 (현행과 같음)</p> <p>8.3. 정량시험법</p> <p>8.3.1 ~ 8.3.57 (현행과 같음)</p> <p>8.3.58 플로르페니콜(Florfenicol)</p> <p>1) 시험법 적용범위</p> <p><u>축·수산물 등에 적용한다.</u></p> <p>2) 분석원리</p> <p><u>검체 중 플로르페니콜과 플로르페</u> <u>니콜아민을 암모니아수</u> <u>(Ammonia water), 아세토니트릴</u> <u>로 추출하고 PSA, C₁₈, MgSO₄</u> <u>으로 정제하여 액체크로마토그래</u> <u>프/질량분석기로 분석한다.</u></p> <p>3) 측정기기</p> <p><u>액체크로마토그래프/질량분석기</u> <u>(LC-MS/MS)</u></p> <p>4) 시약 및 시액</p> <p>가) 용매 : <u>액체크로마토그래프용</u> <u>또는 이와 동등한 것</u></p> <p>나) 물 : <u>3차 증류수 또는 이와 동</u> <u>등한 것</u></p> <p>다) 표준원액 : <u>100 mL 용량플라</u></p>

현 행	개 정(안)
<p>detector)</p>	
<p>4) 시약 및 시액</p>	
<p>가) 용매 : 고속액체크로마토그래프용 또는 이와 동등한 것</p>	<p>스크에 표준품을 정밀히 달아 아세토니트릴에 각각 녹여 1,000 $\mu\text{g}/\text{mL}$이 되게 한다.</p>
<p>나) 표준원액 : 플로르페니콜 아민 표준품을 정밀히 달아 아세토니트릴에 녹여 100 mg/L로 한다.</p>	<p>라) 표준용액 : 표준원액을 아세토니트릴로 희석하여 0.25, 0.5, 1, 2, 4 mg/L 농도가 되게 한다. 다만, 기기의 특성 등 필요에 따라 농도를 조정하여 사용할 수 있다.</p>
<p>다) 표준용액 : 표준원액을 0.01 M 제이인산나트륨(Na_2HPO_4):메탄올(8:2) 혼합용액으로 희석하여 플로르페니콜 아민이 0.5, 1.0, 2.0, 3.0 및 4.0 mg/L가 되게 한다.</p>	<p>마) 0.1% 개미산 함유 용액 : 1,000 mL 용량플라스크에 개미산(Formic acid) 1 mL을 넣고 물로 표시선까지 채운다.</p>
<p>라) 0.01 M 제이인산나트륨 용액 : 제이인산나트륨(Na_2HPO_4) 3.58 g을 물에 녹여 1 L로 한다.</p>	<p>바) 0.1% 개미산 함유 메탄올 용액 : 1,000 mL 용량플라스크에 개미산 1 mL을 넣고 메탄올로 표시선까지 채운다.</p>
<p>마) 0.02 M 헵탄설폰산(heptanesulphonate)-0.025 M 제삼인산나트륨(trisodiumphosphate)</p>	<p>사) 기타시약 : 특급 또는 이와 동등한 것</p>
<p>(pH 3.85) 혼합용액 : 1 L 메스플라스크에 헵탄설폰네이트(sodium-1-heptanesulphonate) 4.05 g과 제삼인산나트륨($\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) 9.50 g을 넣</p>	<p>5) 첨가시료의 조제 정량을 하는 경우 조직표준곡선(Tissue standard curve) 작성을 위하여 각 해당 물질이 검출되지 않은 음성대조시료(Negative control sample) 2 g씩 준비한</p>

현 행	개 정(안)
<p>고 물에 녹이고 인산으로 pH 3.85로 조정한 후 물로 표시선까지 채운다.</p>	<p>후 Blank를 제외하고 각 표준용액을 0.2 mL씩 가하여 0.025, 0.05, 0.1, 0.2, 0.4 mg/kg 농도가 되게 한다.</p>
<p>바) 양이온교환 카트리지 : MCX(Mixed Mode Cation Exchange) 카트리지(60 mg) 또는 이와 동등한 것</p>	<p>6) 시험용액의 조제</p>
<p>5) 시험용액의 조제</p> <p>균질화 한 검체 5 g을 50 mL 원심분리관에 취하고 제이인산칼륨(K₂HPO₄) 1 g과 에틸아세테이트 10 mL를 가하여 균질화한 후 1,200 G에서 10분간 원심분리하여 상층액을 취한다. 남은 액에 에틸아세테이트 10 mL과 물 4 mL를 가하여 앞의 조작을 2회 더 반복한 후 상층액을 합한다. 모아진 상층액을 35°C에서 감압농축하여 1 mL가 되도록 한다. 이 농축액에 아세토니트릴 3 mL를 가하여 녹이고, 헥산 5 mL를 가하여 격렬히 흔들어 섞은 후 원심분리하여 층을 분리한다. 헥산층을 버리고 헥산 5 mL를 가한 후, 이 과정을 2회 더 반복하</p>	<p>균질화한 검체 2 g을 정밀히 달아 50 mL 폴리프로필렌 원심분리관에 취한다. 아세토니트릴 10 mL와 암모니아수 100 µL를 가하여 10분간 진탕한 후 4,700 G, 4°C에서 10분간 원심분리한다. 원심분리한 상층액을 모두 취하여 150 mg PSA, 150 mg C₁₈과 900 mg MgSO₄가 담겨진 50 mL 원심분리관에 옮기고 1분간 진탕한 후 4,700 G, 4°C에서 10분간 원심분리한다. 원심분리한 상층액 중 5 mL를 취하여 40°C 수욕상에서 질소농축한다. 잔류물에 아세토니트릴/물 (30/70, v/v) 1 mL를 가하여 재용해하고, 멤브레인 필터(PTFE, 0.2 µm)로 여과하여 시험용액으로 한다.</p> <p>7) 시험조작</p> <p>가) 액체크로마토그래프 측정조건</p>

현 행	개 정(안)																		
<p>고 분리된 아세토니트릴층(하층)을 50℃에서 감압농축한다. 잔류물에 12 N 염산 2 mL를 가하고 100℃에서 1시간 동안 반응시킨다. 미리 메탄올 3 mL와 물 3 mL로 활성화시킨 양이온교환 카트리지에 반응액을 흡착시키고 물 3 mL로 세척한다. 카트리지를 감압하여 건조시킨 후, 흡착된 성분을 아세토니트릴:수산화암모늄:클로르포름(8:1:1) 혼합용액 6 mL로 용출시킨다. 용출액을 50℃에서 감압농축한 후 잔류물에 이동상 용액 300 μL를 가하여 녹이고 막 여과지(membrane filter)로 여과하여 시험용액으로 한다.</p>	<p>(1) 칼럼 : C18(X-SELECT-HSS, 2.1 mm i.d. × 150 mm, 3.5 μm) 또는 이와 동등한 것</p> <p>(2) 이동상</p> <p>(가) 이동상 A: 0.1% 개미산 용액</p> <p>(나) 이동상 B: 0.1% 개미산 함유 메탄올 용액</p> <table border="1" data-bbox="821 898 1349 1079"> <thead> <tr> <th>시간(분)</th> <th>이동상 A(%)</th> <th>이동상 B(%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>90</td> <td>10</td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>10</td> <td>90</td> </tr> <tr> <td>5</td> <td>10</td> <td>90</td> </tr> <tr> <td>5.1</td> <td>90</td> <td>10</td> </tr> <tr> <td>10</td> <td>90</td> <td>10</td> </tr> </tbody> </table> <p>(3) 유속 : 0.25 mL/분</p> <p>(4) 칼럼온도 : 40℃</p> <p>(5) 주입량 : 5 μL</p> <p>나) 질량분석기 조건</p> <p>(1) Ionization : ESI (positive, negative)</p> <p>(2) Capillary temperature : 350℃</p> <p>(3) Capillary voltage: 3.8 kV</p> <p>(4) Collision gas : 아르곤(Ar)</p> <p>(5) 분석대상물질의 조건</p>	시간(분)	이동상 A(%)	이동상 B(%)	1	90	10	3	10	90	5	10	90	5.1	90	10	10	90	10
시간(분)	이동상 A(%)	이동상 B(%)																	
1	90	10																	
3	10	90																	
5	10	90																	
5.1	90	10																	
10	90	10																	
<p>6) 시험조작</p> <p>가) 측정조건</p> <p>(1) 칼럼 : C18(4.6 × 150 mm, 5 μm) 또는 이와 동등한 것</p> <p>(2) 칼럼온도 : 35℃</p> <p>(3) 이동상</p> <p>- 이동상 A : 0.1% 개미산을 함유한 10% 아세토니트릴 용액</p>																			

현 행	개 정(안)						
<p>- 이동상 B : 0.02 M 헵탄설폰산(heptanesulphonate) -0.025 M 제삼인산나트륨(pH 3.85):0.1% 트리에틸아민 메탄올 용액(82:18)</p> <p>(4) 유속 : 1.5 mL/분</p> <p>(5) 측정파장 : 224 nm</p> <p>(6) 주입량 : 30 μL</p>	물질명 (Compound)	머무름 시간 (분)	이온 화 (Ionization mode)	분자량 (Molecular weight)	선구 이온 (Precursor ion, m/z)	생성 이온 (Product ion, m/z)	충돌에 너지 (Collision Energy, eV)
플로르페 니콜 (Florfenicol)							
<p>7) 정량시험</p>	플로르페 니콜 아민 (Florfenicol amine)	1.75	+	247.07	248	230 130 91	11 21 48
<p>가) 표준용액 및 시험용액을 각각 액체크로마토그래프에 주입한다. 얻어진 피크 머무름 시간을 비교하여 플로르페니콜 아민의 피크 면적으로 검량선을 작성하고 시험용액 중 플로르페니콜 함량을 구한다.</p>						<p>※ 밑줄 표시 되어 있는 것은 정</p>	<p>량이온이며 그 외 이온들은 정성 이온임</p>
<p>나) 정량한계</p>	<p>8) 정성시험</p>	<p>(1) 어류 : 0.05 mg/kg</p>	<p>가) 정성</p>	<p>(2) 갑각류 : 0.01 mg/kg</p>	<p>위의 조건으로 얻어진 크로마토그램상의 피크는 표준용액 피크의 머무름 시간과 비교하여 일치하여야 한다. 또한 표준용액과 시험용액의 선구이온(Precursor ion) 및 생성이온(Product ion)이 일치하여야 하고, 표준용액과 시험용액의 생성이온간 반응세기의</p>	<p>(3) 어류 및 갑각류 외 식품 : 0.1 mg/kg</p>	

현 행

개 정(안)

비율(Ion ratio)을 비교하여 그 비율은 주1)과 일치하여야 한다.

주1. 생성이온간 반응세기의 비율 허용범위

이온간 반응세기의 비율(%)	허용범위
> 50 %	≤ 20 %
> 20 %, ≤ 50 %	≤ 25 %
> 10 %, ≤ 20 %	≤ 30 %

나) 표준품 크로마토그램

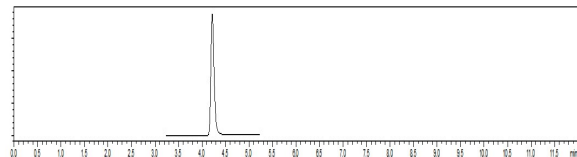


그림 1. 플로르페니콜 표준용액(0.1 mg/L, 4.23분) 크로마토그램

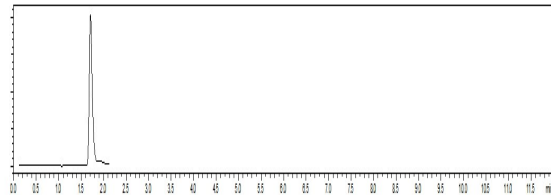


그림 2. 플로르페니콜 아민 표준용액(0.1 mg/L, 1.75분) 크로마토그램

9) 정량시험

가) 정량

정성 및 확인시험과 똑같은 조건에서 Blank 시료를 포함하여 각 농도별 첨가시료에서 얻어진 크로마토그램상의 각 피크 높이 또는 면적을 구하여 검량선을 작


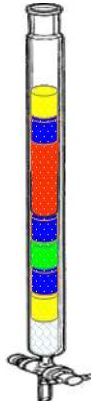
현 행	개 정(안)
<p>8.3.59 ~ 8.3.117 (생 략)</p> <p>9. 식품 중 유해물질 시험법</p> <p>9.1 ~ 9.2 (생 략)</p> <p>9.3 다이옥신</p> <p>9.3.1 (생 략)</p> <p>9.3.2 <u>고분해능 기체크로마토그래프/</u> <u>고분해능 질량분석기</u> <u>(HRGC/HRMS)에 의한 시험</u> 가. (생 략) 나. 분석원리 ----- 4염화~8염화</p>	<p><u>성한 후 시험용액의 크로마토그</u> <u>램으로부터 정량이온</u> <u>(Quantitative ion)의 각 피크 높</u> <u>이 또는 피크 면적에 따라 산출</u> <u>된 시험용액 중 검출농도, 검체</u> <u>량과 최종 시험용액의 부피와 추</u> <u>출과정에서의 사용한 추출액의</u> <u>량(희석배수)를 고려하여 정량한다.</u> 나) 정량한계 <u>플로르페니콜(Florfenicol) :</u> <u>0.005 mg/kg</u> <u>플로르페니콜 아민(Florfenicol</u> <u>amine) : 0.005 mg/kg</u></p> <p>8.3.59 ~ 8.3.117 (현행과 같음)</p> <p>9. 식품 중 유해물질 시험법</p> <p>9.1 ~ 9.2 (현행과 같음)</p> <p>9.3 다이옥신</p> <p>9.3.1 (현행과 같음)</p> <p>9.3.2 <u>기체크로마토그래프/고분해능</u> <u>질량분석기(GC/HRMS)에 의한</u> <u>시험</u> 가. (현행과 같음) 나. 분석원리 ----- 4~8염</p>

현 행	개 정(안)
<p><u>dibenzo-p-dioxin(CDDs)</u> -----</p> <p>-----</p> <p>-----</p> <p>----- <u>고분해능 기체크로마토그래프/고분해능 질량분석기(HRGC/HRMS)로 분석한다.</u></p> <p>다. 장치</p> <p><u>고분해능 기체크로마토그래프/고분해능 질량분석기(HRGC/HRMS)</u></p> <p>: <u>분해능이 10,000 이상을</u> 사용한다.</p> <p>라. 시약 및 시액</p> <p>(생 략)</p> <p>1) (생 략)</p> <p>2) ----- <u>17종과, ¹³C₁₂ 동족체(Labeled) 및 ³⁷Cl₄ 동족체 (또는 이와 동등한 효과를 갖는 것)를 사용한다.</u></p> <p>3) -----</p> <p><u>표1과 같은 화합물(또는 이와 동등한 효과를 갖는 것)을 사용한다.</u></p> <p>4) -----</p> <p><u>¹³C₁₂-1,2,3,4-TCDD(또는 이와 동등한 효과를 갖는 것) 및</u></p>	<p><u>화 dibenzo-p-dioxin(CDDs)</u> -----</p> <p>-----</p> <p>-----</p> <p>----- <u>기체크로마토그래프/고분해능 질량분석기(GC/HRMS)로 분석한다.</u></p> <p>다. 장치</p> <p><u>기체크로마토그래프/고분해능 질량분석기(GC/HRMS) : 분해능 10,000 이상을</u> 사용한다.</p> <p>라. 시약 및 시액</p> <p>(현행과 같음)</p> <p>1) (현행과 같음)</p> <p>2) ----- <u>17종과 ¹³C₁₂ 동족체(Labeled) 및 ³⁷Cl₄ 동족체를 사용한다.</u></p> <p>3) -----</p> <p><u>표1과 같은 화합물을 사용한다.</u></p> <p>4) -----</p> <p><u>¹³C₁₂-1,2,3,4-TCDD 및 ¹³C₁₂-1,2,3,7,8,9-HxCDD를 사</u></p>

현 행	개 정(안)
<p><u>$^{13}\text{C}_{12}$-1,2,3,7,8,9-HxCDD(또는 이와 동등한 효과를 갖는 것)를 사용한다.</u></p>	<p><u>용한다.</u></p>
<p>5) ----- <u>농도 범위로 조제한 것(또는 이와 동등한 효과를 갖는 것을 사용한다.)</u></p>	<p>5) ----- <u>농도 범위로 조제한다.</u></p>
<p>(생 략)</p>	<p>(현행과 같음)</p>
<p>6) ~ 16) (생 략)</p>	<p>6) ~ 16) (현행과 같음)</p>
<p>마. 시험용액의 조제</p>	<p>마. 시험용액의 조제</p>
<p>1) 추출 -----</p>	<p>1) 추출 -----</p>
<p>--- <u>속슬레(Soxhlet)추출장치용</u> -----</p>	<p>-- <u>속슬렛 추출장치용</u> -----</p>
<p>--- <u>속슬레(Soxhlet)추출장치에</u> -----</p>	<p>-- <u>속슬렛 추출장치에</u> -----</p>
<p>---- <u>시료 에는</u> -----.</p>	<p>---- <u>시료에는</u> -----.</p>
<p>2) 조지방 함량 <u>속실렛 추출장치</u> ----- -----.</p>	<p>2) 조지방 함량 <u>속슬렛 추출장치</u> ----- -----.</p>
<p>(생 략)</p>	<p>(현행과 같음)</p>
<p>3) ~ 4) (생 략)</p>	<p>3) ~ 4) (현행과 같음)</p>
<p>바. 시험조작</p>	<p>바. 시험조작</p>
<p>1) (생 략)</p>	<p>1) (현행과 같음)</p>
<p>2) 고분해능 질량분석기의 측정조건</p>	<p>2) 고분해능 질량분석기의 측정조건</p>

현 행	개 정(안)
<p>가) 튜닝 표준물질 : <u>PFK</u> 또는 이와 동등한 것</p> <p>나) ~ 다) (생략)</p> <p>라) <u>질량설정</u> : (생략)</p> <p>마) ~ 바) (생략)</p> <p>사) 검출한계 : <u>4~5염화물의</u> -----.</p>	<p>가) 튜닝 표준물질 : <u>PFK(perfluorkerosene)</u> 또는 이와 동등한 것</p> <p>나) ~ 다) (현행과 같음)</p> <p>라) <u>질량 설정</u> : (현행과 같음)</p> <p>마) ~ 바) (현행과 같음)</p> <p>사) 검출한계 : <u>4, 5염화물 각각의</u> -----.</p>
<p>3) 검량선 작성</p> <p>-----</p> <p>----- 상대감응도(<u>Relation</u> Response : RR)를 구한다. ---</p> <p>-----.</p>	<p>3) 검량선 작성</p> <p>-----</p> <p>----- 상대감응도(<u>Relative</u> Response : RR)를 구한다. ---</p> <p>-----.</p>
<p>(생략)</p> <p>4) <u>반응계수</u></p> <p><u>반응계수(RF)</u>는 -----</p> <p>----- <u>반응계수의</u> -----.</p>	<p>(현행과 같음)</p> <p>4) <u>감응계수(Response Factor)</u></p> <p><u>감응계수(RF)</u>는 -----</p> <p>----- <u>감응계수의</u> -----.</p>
<p>(생략)</p> <p>5) 회수율 측정용 표준물질의 <u>검출</u> 농도 및 회수율</p> <p>----- <u>검출농도(C_i)</u> 및 -----.</p>	<p>(현행과 같음)</p> <p>5) 회수율 측정용 표준물질의 <u>농도</u> 및 회수율</p> <p>----- <u>농도(C_i)</u> 및 -----.</p>
<p>(생략)</p> <p>사. (생략)</p> <p>아. 정량시험</p> <p>(생략)</p>	<p>(현행과 같음)</p> <p>사. (현행과 같음)</p> <p>아. 정량시험</p> <p>(현행과 같음)</p>

현 행	개 정(안)																
<p>1) 다이옥신 농도의 계산 (생 략)</p> $\text{다이옥신 농도 (ng/g fat)} = \frac{(A_{1n} + A_{2n})(C_1)}{(A_{1l} + A_{2l})(RR)} \times \frac{V_{ex}}{W_s}$	<p>1) 다이옥신 농도의 계산 (현행과 같음)</p> $\text{다이옥신 농도 (pg/g fat)} = \frac{(A_{1n} + A_{2n})(C_1)}{(A_{1l} + A_{2l})(RR)} \times \frac{V_{ex}}{W_s} \times 1,000$																
<p>A_{1n}, A_{2n} : 시료에 함유된 대상물질의 1차 또는 2차 선택이온의 피크 면적</p> <p>A_{1l}, A_{2l} : A_{1n} 와 A_{2n}에 대응하는 시료에 첨가된 $^{13}\text{C}_{12}$ 동족체 화합물의 1차 또는 2차 선택 이온의 피크 면적</p> <p>C_1 : 시료에 첨가된 $^{13}\text{C}_{12}$ 동족체 표준물질의 농도(ng/mL)</p> <p>RR : 상대감응도</p> <p>V_{ex} : 추출량(mL)</p> <p>W_s : 조지방 함량(g)</p>	<p>A_{1n}, A_{2n} : 시료에 함유된 대상물질의 1차 또는 2차 선택이온의 피크 면적</p> <p>A_{1l}, A_{2l} : A_{1n} 와 A_{2n}에 대응하는 시료에 첨가된 $^{13}\text{C}_{12}$ 동족체 화합물의 1차 또는 2차 선택 이온의 피크 면적</p> <p>C_1 : 시료에 첨가된 $^{13}\text{C}_{12}$ 동족체 표준물질의 농도(pg/mL)</p> <p>RR : 상대감응도</p> <p>V_{ex} : 추출량(mL)</p> <p>W_s : 조지방 함량(g)</p>																
<p>2) (생 략)</p>	<p>2) (현행과 같음)</p>																
<p>표 1. ~ 표 3 (생 략)</p> <p>표 4. 독성등가계수 (Toxic Equivalency Factors; WHO-TEFs)</p>	<p>표 1. ~ 표 3 (현행과 같음)</p> <p>표 4. 독성등가계수 (Toxic Equivalency Factors; WHO 2005 TEFs)</p>																
<table border="1"> <thead> <tr> <th>다이옥신</th> <th>WHO - TEF</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>2,3,7,8-TCDD</td> <td style="text-align: center;">1.0</td> </tr> <tr> <td>-----</td> <td style="text-align: center;">-----</td> </tr> <tr> <td>1,2,3,7,8-PeCDD (생 략)</td> <td style="text-align: center;">1.0 (생 략)</td> </tr> </tbody> </table>	다이옥신	WHO - TEF	2,3,7,8-TCDD	1.0	-----	-----	1,2,3,7,8-PeCDD (생 략)	1.0 (생 략)	<table border="1"> <thead> <tr> <th>다이옥신</th> <th>WHO 2005 TEF</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>2,3,7,8-TCDD</td> <td style="text-align: center;">1</td> </tr> <tr> <td>-----</td> <td style="text-align: center;">-----</td> </tr> <tr> <td>1,2,3,7,8-PeCDD (현행과 같음)</td> <td style="text-align: center;">1 (현행과 같음)</td> </tr> </tbody> </table>	다이옥신	WHO 2005 TEF	2,3,7,8-TCDD	1	-----	-----	1,2,3,7,8-PeCDD (현행과 같음)	1 (현행과 같음)
다이옥신	WHO - TEF																
2,3,7,8-TCDD	1.0																
-----	-----																
1,2,3,7,8-PeCDD (생 략)	1.0 (생 략)																
다이옥신	WHO 2005 TEF																
2,3,7,8-TCDD	1																
-----	-----																
1,2,3,7,8-PeCDD (현행과 같음)	1 (현행과 같음)																
<p>9.4 폴리염화비페닐(PCBs)</p> <p>9.4.1 (생 략)</p> <p>9.4.2 기체크로마토그래프/질량분석기에</p>	<p>9.4 폴리염화비페닐(PCBs)</p> <p>9.4.1 (현행과 같음)</p> <p>9.4.2 기체크로마토그래프/질량분석기에</p>																

현 행	개 정(안)
<p>의한 시험</p> <p>가. (생 략)</p> <p>나. 분석원리</p> <p>----- <u>속실렛</u> -----</p> <p>-----</p> <p>다. (생 략)</p> <p>라. 시약 및 시액</p> <p>1) ~ 2) (생 략)</p> <p>3) 다층 실리카겔 칼럼 : -----</p> <p>----- 무수황산나트륨 1 g, 중성실리카겔 1 g, 염기성실리카겔 3 g, 중성실리카겔 1g, 산성실리카겔 5 g, 중성실리카겔 2g, 무수황산나트륨 2g의 순서로 -----.</p> <div style="display: flex; align-items: center;">  <div style="margin-left: 20px;"> <p>무수황산나트륨 2g</p> <p>중성실리카겔 2g</p> <p>산성실리카겔 5g</p> <p>중성실리카겔 1g</p> <p>염기성실리카겔 3g</p> <p>중성실리카겔 1g</p> <p>무수황산나트륨 1g</p> </div> </div> <p><그림 1> 다층 실리카겔 칼럼</p> <p>4) ~ 8) (생 략)</p> <p><표1> 분석대상 폴리염화비페닐 (indicator PCBs 7종)의 표준물질</p>	<p>의한 시험</p> <p>가. (현행과 같음)</p> <p>나. 분석원리</p> <p>----- <u>속슬렛</u> -----</p> <p>-----</p> <p>다. (현행과 같음)</p> <p>라. 시약 및 시액</p> <p>1) ~ 2) (현행과 같음)</p> <p>3) 다층 실리카겔 칼럼 : -----</p> <p>----- 무수황산나트륨 1 g, 중성실리카겔 1 g, 염기성실리카겔 3 g, 중성실리카겔 1g, 산성실리카겔 5 g, 중성실리카겔 2 g, 무수황산나트륨 2 g의 순서로 -----.</p> <div style="display: flex; align-items: center;">  <div style="margin-left: 20px;"> <p>무수황산나트륨 2 g</p> <p>중성실리카겔 2 g</p> <p>산성실리카겔 5 g</p> <p>중성실리카겔 1 g</p> <p>염기성실리카겔 3 g</p> <p>중성실리카겔 1 g</p> <p>무수황산나트륨 1 g</p> </div> </div> <p>그림 1. 다층 실리카겔 칼럼</p> <p>4) ~ 8) (현행과 같음)</p> <p>표 1. 분석대상 폴리염화비페닐 (indicator PCBs 7종)의 표준물질</p>

현 행			개 정(안)		
동족체	IUPAC 번호		동족체	BZ 번호*	
(생 략)	(생 략)	(생 략)	(현행과 같음)	(현행과 같음)	(현행과 같음)
<u><신 설></u>			* Ballschmiter and Zell 번호: PCBs의 각 페닐 고리의 염소 위치를 나타낸 번호		
9) ~ 10) (생 략)			9) ~ 10) (현행과 같음)		
<u><표 2> 폴리염화비페닐의 검량선 작성용 표준용액</u>			<u>표 2. 폴리염화비페닐의 검량선 작성용 표준용액</u>		
(단위 : $\mu\text{g/mL}$)			(단위 : $\mu\text{g/mL}$)		
표준액	IUPAC 번호	(생 략)	표준액	BZ 번호	(현행과 같음)
(생 략)	(생 략)	(생 략)	(현행과 같음)	(현행과 같음)	(현행과 같음)
(생 략)			(현행과 같음)		
마. 시험용액의 조제			마. 시험용액의 조제		
1) 조지방 추출			1) 조지방 추출		
----- ----- <u>속실렛</u> 추출장치용 ----- -----			----- ----- <u>속슬렛</u> 추출장치용 ----- -----		
----- <u>속실렛</u> 추출장치용 ----- -----			----- <u>속슬렛</u> 추출장치용 ----- -----		
----- <u>속실렛</u> 추출장치를 -----.			----- <u>속슬렛</u> 추출장치를 -----.		
2) (생 략)			2) (현행과 같음)		
바. (생 략)			바. (현행과 같음)		

현 행	개 정(안)
<표 3> 대상물질 및 이온세기의 이론비	표 3. 대상물질 및 이온세기의 이론비
동족체 <u>IUPAC</u> (생략) <u>번호</u>	동족체 <u>BZ 번호</u> (현행과 같음)
(생략) (생략) (생략)	(현행과 같음) (현행과 같음) (현행과 같음)
(생략) 사. ~ 아. (생략) 9.5 벤조피렌 9.5.1 (생략) 9.5.2 식용유지 중 벤조피렌 가. 제1법 1) 시험법 적용범위 <u>식용유지에 적용한다.</u> 2) ~ 3) (생략) 4) 시약 및 시액 가) ~ 나) (생략) 다) <u>플로리실 카트리지(Florisil cartridge) : SPE용 또는 이와 동등한 것</u> 라) ~ 자) (생략) 5) 시험용액의 조제 가) (생략) 나) 정제 <u>후로리실카트리지는 -----.</u>	(현행과 같음) 사. ~ 아. (현행과 같음) 9.5 벤조피렌 9.5.1 (현행과 같음) 9.5.2 식용유지 중 벤조피렌 가. 제1법 1) 시험법 적용범위 <u>식용유지(크릴유 제외)에 적용한다.</u> 2) ~ 3) (현행과 같음) 4) 시약 및 시액 가) ~ 나) (현행과 같음) 다) <u>플로리실 또는 실리카 카트리지: 플로리실 또는 실리카 1 g을 함유한 SPE용 또는 이와 동등한 것</u> 라) ~ 자) (현행과 같음) 5) 시험용액의 조제 가) (현행과 같음) 나) 정제 <u>카트리지는 -----.</u>

현 행	개 정(안)
<p>6) ~ 8) (생 략)</p> <p>나. 제2법</p> <p>1) 시험법 적용범위 <u>식용유지에</u> 적용한다.</p> <p>2) ~ 3) (생 략)</p> <p>4) 시약 및 시액 가) ~ 나) (생 략)</p> <p>다) <u>실리카 카트리지 : SPE용 또는 이와 동등한 것</u></p> <p>라) ~ 자) (생 략)</p> <p>5) 시험용액의 조제 가) (생 략) 나) 정제 <u>실리카 카트리지</u>는 -----.</p> <p>6) (생 략) <u>7)</u> (생 략) <u>8)</u> (생 략)</p> <p>9.5.3 (생 략)</p> <p>9.5.4 수산물 및 그 가공품, 훈제식육가공품 및 <u>특수용도식품</u> 중 벤조피렌</p> <p>가. 시험법 적용범위</p>	<p>6) ~ 8) (현행과 같음)</p> <p>나. 제2법</p> <p>1) 시험법 적용범위 <u>식용유지(크릴유 제외)에</u> 적용한다.</p> <p>2) ~ 3) (현행과 같음)</p> <p>4) 시약 및 시액 가) ~ 나) (현행과 같음)</p> <p>다) <u>플로리실 또는 실리카 카트리지: 플로리실 또는 실리카 1 g을 함유한 SPE용 또는 이와 동등한 것</u></p> <p>라) ~ 자) (현행과 같음)</p> <p>5) 시험용액의 조제 가) (현행과 같음) 나) 정제 <u>카트리지</u>는 -----.</p> <p>6) (현행과 같음) <u>7)</u> (현행과 같음) <u>8)</u> (현행과 같음)</p> <p>9.5.3 (현행과 같음)</p> <p>9.5.4 수산물 및 그 가공품, 훈제식육가공품, <u>특수용도식품</u> 및 <u>크릴유</u> 중 벤조피렌</p> <p>가. 시험법 적용범위</p>

현 행	개 정(안)
<p>수산물 및 그 가공품, 훈제식육 가공품 및 특수용도식품에 한한다.</p> <p>나. ~ 아. (생 략)</p>	<p>수산물 및 그 가공품, 훈제식육 가공품, 특수용도식품 및 크릴유에 한한다.</p> <p>나. ~ 아. (현행과 같음)</p>
<p>9.6. ~ 9.16 (생 략)</p>	<p>9.6. ~ 9.16 (현행과 같음)</p>
<p>9.17 <u>테트라하이드로칸나비놀(δ-9-Tetrahydrocannabinol)</u></p>	<p>9.17 <u>테트라하이드로칸나비놀(δ-9-Tetrahydrocannabinol) 및 칸나비디올(Cannabidiol) 시험법</u></p>
<p>가. (생 략) (생 략)</p>	<p>가. (현행과 같음) (현행과 같음)</p>
<p>나. (생 략) 검체를 <u>헥산으로 추출하고 여과하 여 질량분석기가 부착된 기체크로 마토그래프로 분석한다.</u></p>	<p>나. (현행과 같음) ---- <u>메탄올로</u> ----- -- <u>액체크로마토그래프/질량분석 기</u> -----.</p>
<p>다. 장치 <u>기체크로마토그래프/질량분석기 (GC/MS)를 사용한다.</u></p>	<p>다. 장치 <u>액체크로마토그래프-질량분석기 (LC-MS/MS)-----.</u></p>
<p>라. 시약 및 시액 1) 용매 : <u>기체크로마토그래피용 또는 이와 동등한 것</u> 2) <u>내부표준용액 및 용매</u> <u>테스토스테론(Testosterone) 표준 품을 노말헥산(n-hexane)에 녹여 10 mg/kg이 되도록 조제한다.</u> <u>이때, 표준품 및 용매는 모두 무</u></p>	<p>라. 시약 및 시액 1) ----: <u>액체크로마토그래피용</u> ----- 2) <u>표준원액: CBD(Cannabidiol), T H C ((-) δ -9-Tetrahydrocannabinol) 표 준품을 각각 메탄올에 녹여 100 mg/L가 되게 한다.</u></p>

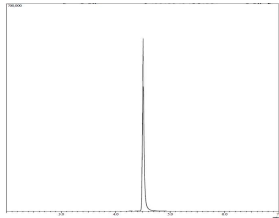
현 행	개 정(안)
<p>계를 재서 농도를 맞춘다.</p> <p>3) <u>표준원액 : THC(δ-9-Tetrahydrocannabinol) 1 mg/mL(알코올)로서 시판되는 원액이다.</u></p> <p>4) (생 약)</p> <p>마. 시험용액의 조제</p> <p><u>뚜껑이 달린 유리시험관에 검체(대마씨앗은 500 g을 잘 혼합하여 분쇄, 액체 검체의 경우 분취 전에 충분히 혼합된 검체) 10 g을 정밀히 달고, 내부표준용액 200 g을 첨가하여 20분간 초음파세척기로 균질화한다. 대마씨앗의 경우, 24시간동안 방치하고, 대마씨유는 5분간 진탕혼합기를 이용하여 강하게 흔들여 준 뒤, 상등액을 취하여 멤브레인필터로 정제한 후 시험용액으로 한다.</u></p> <p>바. 시험조작</p> <p>1) <u>기체크로마토그래프/질량분석기(GC/MS)의 측정조건</u></p> <p>가) <u>칼럼 : DB-5MS (30 m × 0.25 mm, 고정상 두께 0.25</u></p>	<p>3) <u>표준용액: 표준원액을 무처리 시료 추출물을 이용하여 적당한 농도로 혼합, 희석한다(무처리 시료 추출물 90% 이상 포함).</u></p> <p>4) (현행과 같음)</p> <p>마. 시험용액의 조제</p> <p><u>검체를 균질화한 후 1 g에 메탄올 20 mL을 가하여 10분간 진탕한 후 10분간 초음파 추출한다. 이를 4℃, 4,000 G에서 10분간 원심분리하고 상등액을 멤브레인 필터(PTFE, 0.2 μm)로 여과한 후 시험용액으로 한다.</u></p> <p>바. 시험조작</p> <p>1) <u>액체크로마토그래프의 분석조건</u></p> <p>가) <u>칼럼: C₁₈계 역상 칼럼 또는 이와 동등한 것</u></p>

현 행	개 정(안)																					
<p><u>μm) 또는 이와 동등한 것</u></p> <p>나) <u>운반기체 및 흐름속도 : 헬륨 1.2 mL/분</u></p> <p>다) <u>칼럼오븐온도 : 65°C에서 검체를 주입하고 40°C/분의 비율로 250°C까지 온도를 상승시키고, 250°C부터 320°C까지는 10°C/분 비율로 상승시킨 후, 10분 이상 유지한다.</u></p>	<p>나) <u>칼럼 온도: 40°C</u></p> <p>다) <u>이동상</u></p> <p>(1) <u>이동상 A: 0.1% 포름산 함유 물</u></p> <p>(2) <u>이동상 B: 0.1% 포름산 함유 아세토니트릴</u></p> <p>(3) <u>농도구배조건</u></p> <table border="1" data-bbox="802 898 1416 1186"> <thead> <tr> <th>시간(분)</th> <th>A(%)</th> <th>B(%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>0.0</td> <td>70</td> <td>30</td> </tr> <tr> <td>0.5</td> <td>70</td> <td>30</td> </tr> <tr> <td>2.5</td> <td>30</td> <td>70</td> </tr> <tr> <td>10</td> <td>30</td> <td>70</td> </tr> <tr> <td>10.1</td> <td>70</td> <td>30</td> </tr> <tr> <td>11.0</td> <td>70</td> <td>30</td> </tr> </tbody> </table>	시간(분)	A(%)	B(%)	0.0	70	30	0.5	70	30	2.5	30	70	10	30	70	10.1	70	30	11.0	70	30
시간(분)	A(%)	B(%)																				
0.0	70	30																				
0.5	70	30																				
2.5	30	70																				
10	30	70																				
10.1	70	30																				
11.0	70	30																				
<p>라) <u>주입부 : Splitless 모드(320°C)</u></p> <p>마) <u>주입량 : 1 μL</u></p> <p>바) <u>검출기 : 질량분석기 온도 (300°C), 인터페이스 온도 (320°C)</u></p> <p>사) <u>선택이온조건(Selected-ion mode) : THC(m/z=299), Testosterone(m/z=124)</u></p>	<p>라) <u>이동상 유속: 0.4 mL/min</u></p> <p>마) <u>주입량: 5 μL</u></p>																					
<p>2) <u>검량선의 작성</u></p> <p><u>표준용액을 농도별로 일정량 취</u></p>	<p>2) <u>질량분석기 분석조건</u></p> <p>가) <u>이온화 : ESI positive-ion</u></p>																					

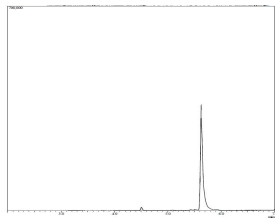
현 행	개 정(안)																		
<p>하여 기체크로마토그래프에 각각 주입한다. 얻어진 크로마토그램 상의 각 분석물질과 내부표준물질의 면적비와 농도비를 이용하여 검량선을 작성한다. 이때, 표준품, 내부표준물질 및 용매는 모두 무게를 재서 농도를 구한다.</p>	<p>mode</p> <p>나) 분자량 범위 : 100 ~ 500</p> <p>m/z</p> <p>표. 액체크로마토그래프-질량분석기 분석을 위한 특성이온</p> <table border="1" data-bbox="803 630 1388 1291"> <thead> <tr> <th>분석 성분 (Compound)</th> <th>평균 분자량 (MW)</th> <th>관측 질량 (Exact mass)</th> <th>선구 이온 (Precursor ion, [M+H]⁺, m/z)</th> <th>생성 이온 (Product ion, m/z)</th> <th>충돌 에너지 (Collision energy, eV)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>간나비디올 (Cannabidiol)</td> <td>314.5</td> <td>314.20</td> <td>315</td> <td>193.1¹⁾ 259.2</td> <td>23 20</td> </tr> <tr> <td>테트라하이드로칸나비놀 (Tetrahydrocannabinol)</td> <td>314.5</td> <td>314.22</td> <td>315</td> <td>193.1¹⁾ 259.3</td> <td>25 14</td> </tr> </tbody> </table> <p>1) 정량이온이며, 그 외는 정성이온임.</p> <p>※ 각 생성이온에 대한 질량분석기의 기기조건은 사용기기의 최적값으로 변경하여 사용할 수 있으며, 제시된 이외의 생성이온도 적용이 가능함.</p> <p>3) 검량선의 작성</p> <p>표준용액을 농도별로 일정량 취</p>	분석 성분 (Compound)	평균 분자량 (MW)	관측 질량 (Exact mass)	선구 이온 (Precursor ion, [M+H] ⁺ , m/z)	생성 이온 (Product ion, m/z)	충돌 에너지 (Collision energy, eV)	간나비디올 (Cannabidiol)	314.5	314.20	315	193.1 ¹⁾ 259.2	23 20	테트라하이드로칸나비놀 (Tetrahydrocannabinol)	314.5	314.22	315	193.1 ¹⁾ 259.3	25 14
분석 성분 (Compound)	평균 분자량 (MW)	관측 질량 (Exact mass)	선구 이온 (Precursor ion, [M+H] ⁺ , m/z)	생성 이온 (Product ion, m/z)	충돌 에너지 (Collision energy, eV)														
간나비디올 (Cannabidiol)	314.5	314.20	315	193.1 ¹⁾ 259.2	23 20														
테트라하이드로칸나비놀 (Tetrahydrocannabinol)	314.5	314.22	315	193.1 ¹⁾ 259.3	25 14														

현 행

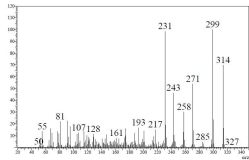
3) 표준품의 크로마토그램



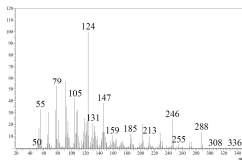
THC 5 ppm



Testosterone(Internal Standard) 10 ppm



THC fragmentation spectrum



Testosterone fragmentation spectrum

라) 정량 한계 : 대마씨앗 및 대마씨유(0.1 mg/kg)

사. 정성시험

위의 조건에서 얻어진 크로마토그램상의 피크는 동일한 측정조건에서 표준용액 피크의 머무름 시간

개 정(안)

하여 액체크로마토그래프-질량 분석기에 각각 주입하여 얻은 크로마토그램상의 피크 높이 또는 면적을 구하여 검량선을 작성한다.

4) 표준품의 크로마토그램

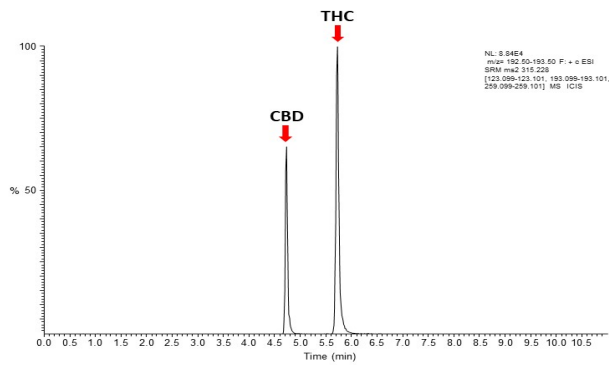


그림. 액체크로마토그래프-질량분석기에서 표준품의 크로마토그램

CBD(4.7분), THC(5.7분)

* 분석기기: LC(Thermo scientific® Accela), MS/MS(Thermo scientific® US/TSQ vantage), 칼럼(Waters XSelect® HSS C₁₈ SB, 2.1 mm I.D.× 100 mm L., 2.5 μm)

5) 정량한계 : 0.1 mg/kg

사. 정량시험

----- 피크가 표준용액 피크의 머무름 시간과 일치할 때 피크 높이

현 행	개 정(안)
<p>과 일치하여야 하며 질량분석기의 딸이온의 분포를 이용하여 표준용액과 시험용액이 동일한 질량스펙트럼을 보여야 한다.</p> <p>아. 정량시험</p> <p>정성시험에 의해 얻은 THC 피크 면적, 내부표준물질의 피크면적으로부터 다음과 같이 정량을 한다.</p> <p>가) 계산방법</p> $R = \frac{AS_{IS} \times CS_{THC}}{AS_{THC} \times CS_{IS}}$ $AR = \frac{AA_{THC}}{AA_{IS}}$ $C_{THC} = \frac{AR \times R \times CA_{IS} \times S_A}{W_A}$ <p>R : 반응계수(표준용액 내 THC와 Testosterone 농도비간 비율) AS_{THC} : 표준용액 중 THC의 피크 면적 AS_{IS} : 표준용액 중 Testosterone의 피크 면적 CS_{THC} : 표준용액 중 THC의 농도(mg/kg) CS_{IS} : 표준용액 중 Testosterone의 농도(mg/kg) AR : 시험용액 중 THC와 Testosterone의 피크 AA_{THC} : 시험용액 중 THC의 피크 면적 AA_{IS} : 시험용액 중 Testosterone의 피크 면적 CA_{IS} : 시험용액 중 Testosterone의 농도(mg/kg) S_A : 검체 용해 내부표준용액 무게(mg) W_A : 검체 무게(mg) C_{THC} : 검체의 THC 농도(mg/kg)</p> <p>9.18. ~ 12. (생략)</p>	<p>또는 면적을 검량선에 대입하여 정량한다.</p> <p>9.18. ~ 12 (현행과 같음)</p>

현 행

[별표 1] “식품에 사용할 수 있는 원료”의 목록

1. 식물성

고유 번호	명 칭	기타 명칭 또는 시장 명칭	학명 또는 특성	사용부위 (생약명)
A가000100 ~ A가051000	(생 략)			
A가051100	동근마	쓴감자마, Air Potato	<i>Dioscorea bulbifera</i> L. / <i>Dioscorea sativa</i> L.	덩이뿌리
A가051200 ~ A가060300	(생 략)			
A가060400	마	참마, East Asian mountain yam	<i>Dioscorea batatas</i> Decaisne / <i>Dioscorea japonica</i> Thunberg / <i>Dioscorea pokystachya</i> / <신설>	뿌리, 뿌리줄기 ※ (산약), 주아(영 여자)
A가060500 ~ A가075700	(생 략)			
A가075800	바닐라	<신설> Vanilla Orchid	<i>Vanilla planifolia</i> G. Jackson / <신설>	열매(씨 포함)
A가075900 ~ A가083000	(생 략)			
A가083100	벼	쌀, 현미, 백미, 미강, Rice	<i>Oryza sativa</i> / <i>Oryza glaberrima</i>	씨앗, 겨(속껍질 제외), 순
A가083200 ~ A가102100	(생 략)			
A가102200	석류나무	Dwarf Pomegra nate	<i>Punica granatum</i> L. / <i>Punica florida</i> Salisb.	열매(열매 껍질, 씨앗 제외)
A가102300 ~ A가124600	(생 략)			

개 정(안)

[별표 1] “식품에 사용할 수 있는 원료”의 목록

1. 식물성

고유 번호	명 칭	기타 명칭 또는 시장 명칭	학명 또는 특성	사용부위 (생약명)
A가000100 ~ A가051000	(현행과 같음)			
A가051100	동근마	쓴감자마, Air Potato, 열매마	<i>Dioscorea bulbifera</i> L. / <i>Dioscorea sativa</i> L.	덩이뿌리, 주아
A가051200 ~ A가060300	(현행과 같음)			
A가060400	마	참마, East Asian mountain yam	<i>Dioscorea batatas</i> Decaisne / <i>Dioscorea japonica</i> Thunberg / <i>Dioscorea pokystachya</i> / <i>Dioscorea opposita</i>	뿌리, 뿌리줄기 ※ (산약), 주아(영여 자)
A가060500 ~ A가075700	(현행과 같음)			
A가075800	바닐라	타히티, Vanilla Orchid	<i>Vanilla planifolia</i> G. Jackson / <i>Vanilla tahitensis</i>	열매(씨 포함)
A가075900 ~ A가083000	(현행과 같음)			
A가083100	벼	쌀, 현미, 백미, 미강, Rice	<i>Oryza sativa</i> / <i>Oryza glaberrima</i>	씨앗, 겨(왕겨 제외), 순
A가083200 ~ A가102100	(현행과 같음)			
A가102200	석류나 무	Dwarf Pomegra nate	<i>Punica granatum</i> L. / <i>Punica florida</i> Salisb.	열매(열매 껍질 제외)
A가102300 ~ A가124600	(현행과 같음)			

현 행					개 정(안)				
A가124700	여두	쥐눈이콩, 서목태	<i>Rhynchosia volubilis</i>	열매	A가124700	여두	쥐눈이콩, 서목태, 약콩	<i>Rhynchosia volubilis</i>	열매
A가124800 ~ A가130000	(생 략)				A가124800 ~ A가130000	(현행과 같음)			
A가130100	왕느릅나 무	유백피, 큰잎느릅 나무, Large-fru it elm	<i>Ulmus macrocarpa</i> <i>Hance</i>	나무껍질 ※ (유백피)	A가130100	왕느릅 나무	유백피, 큰잎느릅 나무, Large-fru it elm	<i>Ulmus macrocarpa</i> <i>Hance</i>	나무껍질 ※ (유백피, 유근피)
A가130200 ~ A가178200	(생 략)				A가130200 ~ A가178200	(현행과 같음)			
A가178300	풍선난초	풍선란, 주걱난초, 애기숙갈 난초, 풍선란, <u>Calypso</u> <u>Orchid</u> , Fairyslip per Orchid, Fairy-slip per orchid	<i>Calypso bulbosa</i> (L.) / <i>Calypso borealis</i> Salisb.	덩이줄기	A가178300	풍선난 초	풍선란, 주걱난초, 애기숙갈 난초, <u>Calypso</u> <u>Orchid</u> , Fairyslip per Orchid, Fairy-slip per orchid	<i>Calypso bulbosa</i> (L.) / <i>Calypso borealis</i> Salisb.	덩이줄기
A가178400 ~ A가183900	(생 략)				A가178400 ~ A가183900	(현행과 같음)			
A가184000	호리병박	박, 바가지, 바가지박, Bottle gourd, calabash, Yuugao, White-flo werd gourd, Calabash	<i>Lagenaria leucantha</i> Rusby / <i>Lagenaria</i> <i>siceraria</i> (Molina) Standl. / <u><i>aganaria</i></u> <u><i>leucantha</i></u> var. <i>depressa</i> H. Hara	열매	A가184000	호리병 박	박, 바가지, 바가지박, Bottle gourd, calabash, Yuugao, White-flo werd gourd, Calabash	<i>Lagenaria leucantha</i> Rusby / <i>Lagenaria</i> <i>siceraria</i> (Molina) Standl. / <u><i>Lagenaria</i></u> <u><i>leucantha</i></u> var. <i>depressa</i> H. Hara	열매
A가184100 ~ A가367400	(생 략)				A가184100 ~ A가367400	(현행과 같음)			

2. 동물성

고유 번호	명칭	기타명칭 또는 시장명칭	학명 또는 특성	사용부위 (생약명)
----------	----	--------------------	----------	---------------

2. 동물성

고유 번호	명칭	기타명칭 또는 시장명칭	학명 또는 특성	사용부위 (생약명)
----------	----	--------------------	----------	---------------

현 행					개 정(안)				
A나000100 ~ A나014000	(생 략)				A나000100 ~ A나014000	(현행과 같음)			
A나014100	감장북방 대합	Stimpson 's mactra	<u>Spisula polynyma</u>	-	A나014100	감장북방 대합	Stimpson' s mactra	<u>Spisula polynyma</u> / <u>Mactromeris</u> <u>polynyma</u>	-
A나014200 ~ A나033100	(생 략)				A나014200 ~ A나033100	(현행과 같음)			
<신 설>					A나033150	매오징어	<u>Sparkin</u> <u>enope</u> <u>squid</u>	<u>Watasenia</u> <u>scintillans</u>	-
A나033200 ~ A나055800	(생 략)				A나033200 ~ A나055800	(현행과 같음)			
A나055900	식용달팽 이	-	<u>Helix pomatia</u> / <u>Nesiohelix</u> <u>samarangae</u> / <u>Achatina fulica</u> (Bowdich) <u>Achatinidae</u>	-	A나055900	식용달팽 이	-	<u>Helix pomatia</u> / <u>Nesiohelix</u> <u>samarangae</u> / <u>Achatina fulica</u> (Bowdich) <u>Achatinidae</u> / <u>Helix lucorum</u>	-
A나056000 ~ A나057600	(생 략)				A나056000 ~ A나057600	(현행과 같음)			
A나057700	아귀	Blackmo uth angler, Blackmo uth goosefish	<u>Lophiomus setigerus</u>	-	A나057700	아귀	Blackmou th angler, Blackmou th goosefish	<u>Lophiomus</u> <u>setigerus</u> / <u>Lophius</u> <u>gastrophysus</u>	-
A나057800 ~ A나092900	(생 략)				A나057800 ~ A나092900	(현행과 같음)			
<신 설>					A나092950	<u>Japanese</u> <u>sea</u> <u>cucumbe</u> <u>r</u>	-	<u>Stichopus japonicus</u> / <u>Apostichopus</u> <u>japonicus</u>	-
A나093000 ~ A나095600	(생 략)				A나09030 ~ A나095600	(현행과 같음)			
3 ~ 4. (생 략)					3 ~ 4. (현행과 같음)				
[별표 2] “식품에 제한적으로 사용할 수 있는 원료”의 목록					[별표 2] “식품에 제한적으로 사용할 수 있는 원료”의 목록				
1. 식물성					1. 식물성				

현 행						개 정(안)					
고유 번호	명칭	기타명칭 또는 시장명칭	학명 또는 특성	사용부위 (생약명)	사용 조건	고유 번호	명칭	기타명칭 또는 시장명칭	학명 또는 특성	사용부위 (생약명)	사용 조건
B가000100 ~ B가006900	(생 략)					B가000100 ~ B가006900	(현행과 같음)				
<신 설>						B가006950	석류 나무	Dwarf Pomegranate	<i>Punica granatum</i> L. / <i>Punica florida</i> Salisb.	씨앗	어린이 제품에 사용하여서는 아니됨
B가007000 ~ B가007200	(생 략)					B가007000 ~ B가007200	(현행과 같음)				
B가007300	소나무	Korean red pine	<i>Pinus densiflora</i> Sieb & Zucc. / <i>Pinus sylvestris</i> L.	뿌리	-	B가007300	소나무	Korean red pine	<i>Pinus densiflora</i> Sieb & Zucc. / <i>Pinus sylvestris</i> L.	뿌리, 솔방울	솔방울은 주류(일반 증류주)의 원료에 한함
B가007400 ~ B가008600	(생 략)					B가007400 ~ B가008600	(현행과 같음)				
B가008700	욱나무	칠목, Chinese Sumac	<i>Rhus verniciflua</i> Stokes	줄기, 가지	동 공전 제2, 1, 1), (10) 윅나무의 사용기준에 따름	B가008700	욱나무	칠목	<i>Rhus verniciflua</i> Stokes	줄기, 가지	동 공전 제2, 1, 1), (10) 윅나무의 사용기준에 따름
B가008800 ~ B가014900	(생 략)					B가008800 ~ B가014900	(현행과 같음)				
2. (생 략)						2. (현행과 같음)					
3. 미생물						3. 미생물					
고유 번호	명칭	기타명칭 또는 시장명칭	학명 또는 특성	사용 조건		고유 번호	명칭	기타명칭 또는 시장명칭	학명 또는 특성	사용 조건	
B다000100 ~ B다001600	(생 략)					B다000100 ~ B다001600	(현행과 같음)				

현 행					개 정(안)				
B다001700	<i>Monascus anka</i>	<i>Monascus purpureus</i>	<i>Monascus anka</i>	주류 제조, 홍국쌀 등 곡류 제조, 콩겍질(두피)에 접종하여 발효에 한함	<삭 제 >				
B다001800	<i>Monascus pilosus</i>	=	<i>Monascus pilosus</i>	주류 제조, 홍국쌀 등 곡류 제조, 콩겍질(두피)에 접종하여 발효에 한함	<삭 제 >				
B다001900	<i>Monascus purpureus</i>	<i>Monascus anka</i>	<i>Monascus purpureus</i>	주류 제조, 콩겍질(두피)에 접종하여 발효에 한함	B다001900	<i>Monascus purpureus</i>	<i>Monascus anka</i>	<i>Monascus purpureus</i>	주류 제조, 홍국쌀등 곡류 제조, 콩겍질(두피)에 접종하여 발효에 한함
B다002000	<i>Monascus ruber</i>	<i>Monascus fuliginosis</i> , <i>Monascus vitreus</i>	<i>Monascus rube</i>	주류 제조에 한함	B다002000	<i>Monascus ruber</i>	<i>Monascus pilosus</i> , <i>Monascus fuliginosis</i> , <i>Monascus vitreus</i> ,	<i>Monascus rube</i>	주류 제조, 홍국쌀등 곡류 제조, 콩겍질(두피)에 접종하여 발효에 한함
B다002100 ~ B다004100	(생 략)				B다002100 ~ B다004100	(생 략)			

[별표 3] (생 략)

[별표 4] 농산물의 농약 잔류허용기준

(1) 이미녹타딘(Iminoctadine)

(생 략)

고구마 0.05^T

(2) (생 략)

(3) 글리포세이트(Glyphosate)

(생 략)

[별표 3] (현행과 같음)

[별표 4] 농산물의 농약 잔류허용기준

(1) 이미녹타딘(Iminoctadine)

(현행과 같음)

고구마 0.05

(2) (현행과 같음)

(3) 글리포세이트(Glyphosate)

(현행과 같음)

현 행	개 정(안)
<신 설>	차 <u>0.8[†]</u>
(4) ~ (8) (생 약)	(4) ~ (8) (현행과 같음)
(9) 델타메트린(Deltamethrin) (생 약)	(9) 델타메트린(Deltamethrin) (현행과 같음)
토란 <u>0.05^T</u>	토란 <u>0.05</u>
(10) ~ (20) (생 약)	(10) ~ (20) (현행과 같음)
(21) 디클로르보스(Dichlorvos) (생 약)	(21) 디클로르보스(Dichlorvos) (현행과 같음)
표고버섯 <u>0.05^T</u>	표고버섯 <u>0.05</u>
<신 설>	가지 <u>0.05</u>
<신 설>	무(뿌리) <u>0.05</u>
<신 설>	부추 <u>0.05</u>
<신 설>	브로콜리 <u>0.3</u>
<신 설>	순무 <u>0.05</u>
<신 설>	시금치 <u>1.0</u>
(22) ~ (28) (생 약)	(22) ~ (28) (현행과 같음)
(29) 디플루벤주론(Diflubenzuron) (생 약)	(29) 디플루벤주론(Diflubenzuron) (현행과 같음)
팥콩 <u>1.0</u>	팥콩 <u>2.0</u>

현 행	개 정(안)
<u><신 설></u>	<u>건삼</u> 0.5
<u><신 설></u>	<u>복분자</u> 1.0
<u><신 설></u>	<u>수삼</u> 0.2
<u><신 설></u>	<u>키위</u> 0.5
(30) (생 약)	(30) (현행과 같음)
(31) 마이클로뷰타닐(Myclobutanil) (생 약)	(31) 마이클로뷰타닐(Myclobutanil) (현행과 같음)
<u><신 설></u>	<u>귀리</u> 0.5
<u><신 설></u>	<u>메밀</u> 0.15
(32) ~ (45) (생 약)	(32) ~ (45) (현행과 같음)
(46) 메틸브로마이드(Methyl bromide) (생 약)	(46) 메틸브로마이드(Methyl bromide) (현행과 같음)
<u>체리</u> 20 ^T	<u><삭 제></u>
<u><신 설></u>	<u>핵과류</u> 20 [†]
(47) ~ (49) (생 약)	(47) ~ (49) (현행과 같음)
(50) 베나락실(Benalaxyl) (생 약)	(50) 베나락실(Benalaxyl) (현행과 같음)
<u><신 설></u>	<u>갓</u> 0.05
<u><신 설></u>	<u>고들빼기</u> 0.05

현 행	개 정(안)
<u><신 설></u>	<u>들꺃읓 0.05</u>
<u><신 설></u>	<u>과 0.05</u>
(51) ~ (53) (생 락)	(51) ~ (53) (현행과 같음)
(54) 베타존(Bentazone) (생 락)	(54) 베타존(Bentazone) (현행과 같음)
<u><신 설></u>	<u>들꺃 0.05</u>
<u><신 설></u>	<u>푹콩 0.05</u>
(55) 뷰프로페진(Buprofezin) (생 락)	(55) 뷰프로페진(Buprofezin) (현행과 같음)
<u><신 설></u>	<u>대두 0.05</u>
<u><신 설></u>	<u>양과 0.05</u>
<u><신 설></u>	<u>푹콩 0.7</u>
(56) ~ (58) (생 락)	(56) ~ (58) (현행과 같음)
(59) 비터타놀(Bitertanol) (생 락)	(59) 비터타놀(Bitertanol) (현행과 같음)
<u>블루베리 1.0^T</u>	<u>블루베리 2.0</u>
(60) (생 락)	(60) (현행과 같음)
(61) 비펜트린(Bifenthrin)	(61) 비펜트린(Bifenthrin)

현 행	개 정(안)
(생 약)	(현행과 같음)
<u>복분자</u> 0.3 ^T	<u>복분자</u> 0.3
<u>아로니아</u> 0.3 ^T	<u>아로니아</u> 0.5
<u>표고버섯</u> 0.05 ^T	<u>표고버섯</u> 0.05
(62) ~ (65) (생 약)	(62) ~ (65) (현행과 같음)
(66) 사이퍼메트린(Cypermethrin)	(66) 사이퍼메트린(Cypermethrin)
(생 약)	(현행과 같음)
<u>대두</u> 0.05 ^T	<u>대두</u> 0.05
<u><신 설></u>	<u>팥콩</u> 0.07
(67) 사이플루트린(Cyfluthrin)	(67) 사이플루트린(Cyfluthrin)
(생 약)	(현행과 같음)
<u><신 설></u>	<u>아로니아</u> 2.0
(68) 사이할로트린(Cyhalothrin)	(68) 사이할로트린(Cyhalothrin)
(생 약)	(현행과 같음)
<u><신 설></u>	<u>아로니아</u> 2.0
(69) ~ (77) (생 약)	(69) ~ (77) (현행과 같음)
(78) 알라클로르(Alachlor)	(78) 알라클로르(Alachlor)
(생 약)	(현행과 같음)
<u>배추</u> 0.05 ^T	<u>배추</u> 0.05

현 행	개 정(안)
<u><신 설></u>	<u>양배추 0.05</u>
<u><신 설></u>	<u>엇갈이배추 0.05</u>
(79) ~ (84) (생 약)	(79) ~ (84) (현행과 같음)
(85) 에토펜프록스(Etofenprox) (생 약)	(85) 에토펜프록스(Etofenprox) (현행과 같음)
<u>시금치 0.5</u>	<u><삭 제></u>
<u>아로니아 1.0^T</u>	<u>아로니아 15</u>
(86) 에토프로포스(Ethoprophos) (생 약)	(86) 에토프로포스(Ethoprophos) (현행과 같음)
<u>더덕 0.05^T</u>	<u>더덕 0.05</u>
<u>생강 0.02^T</u>	<u>생강 0.05</u>
<u>셀러리 0.05^T</u>	<u>셀러리 0.05</u>
<u>수수 0.005^T</u>	<u>수수 0.05</u>
<u>아스파라거스 0.05^T</u>	<u>아스파라거스 0.05</u>
<u>참나물 0.05^T</u>	<u>참나물 0.05</u>
(87) ~ (98) (생 약)	(87) ~ (98) (현행과 같음)
(99) 이사-디(2,4-D, 2,4-dichlorophenoxyacetic acid) (생 약)	(99) 이사-디(2,4-D, 2,4-dichlorophenoxyacetic acid) (현행과 같음)
<u><신 설></u>	<u>율무 0.05</u>

현 행	개 정(안)
(100) ~ (109) (생 약)	(100) ~ (109) (현행과 같음)
(110) 카두사포스(Cadusafos) (생 약) <u>더덕</u> <u>0.05^T</u> <u>오미자</u> <u>0.05^T</u> <u><신 설></u> <u><신 설></u>	(110) 카두사포스(Cadusafos) (현행과 같음) <u>더덕</u> <u>0.05</u> <u>오미자</u> <u>0.05</u> <u>들깨</u> <u>0.05</u> <u>오미자(건조)</u> <u>0.05</u>
(111) (생 약)	(111) (현행과 같음)
(112) 카벤다짐(Carbendazim) (생 약) <u>구기자</u> <u>2.0^T</u> <u>마</u> <u>0.05^T</u> <u>아스파라거스</u> <u>0.2^T</u> <u>조</u> <u>0.05^T</u> <u><신 설></u> <u><신 설></u>	(112) 카벤다짐(Carbendazim) (현행과 같음) <u>구기자</u> <u>2.0</u> <u>마</u> <u>0.05</u> <u>아스파라거스</u> <u>0.7</u> <u>조</u> <u>0.7</u> <u>구기자(건조)</u> <u>2.0</u> <u>마(건조)</u> <u>0.05</u>
(113) (생 약)	(113) (현행과 같음)
(114) 카보퓨란(Carbofuran) (생 약)	(114) 카보퓨란(Carbofuran) (현행과 같음)

현 행	개 정(안)
<신 설>	팥콩 0.05
(115) (생 락)	(115) (현행과 같음)
(116) 카탑(Cartap) (생 락)	(116) 카탑(Cartap) (현행과 같음)
녹두 0.05 ^T	녹두 0.05
팥 0.05 ^T	팥 0.05
무(뿌리) 1.0 ^T	무(뿌리) 1.0
무(잎) 1.0 ^T	무(잎) 10
<신 설>	강낭콩 0.05
<신 설>	당근 0.05
<신 설>	대두 0.05
<신 설>	동부 0.05
<신 설>	부추 1.5
<신 설>	브로콜리 0.3
<신 설>	완두 0.05
<신 설>	팥콩 2.0
<신 설>	호박 0.07
<신 설>	호박잎 3.0
(117) (생 락)	(117) (현행과 같음)
(118) 캡탄(Captan) (생 락)	(118) 캡탄(Captan) (현행과 같음)

현 행	개 정(안)
<u>자두</u> <u>5.0^T</u>	<u>자두</u> <u>5.0</u>
(119) ~ (132) (생 락)	(119) ~ (132) (현행과 같음)
(133) 테부코나졸(Tebuconazole) (생 락)	(133) 테부코나졸(Tebuconazole) (현행과 같음)
<u>녹두</u> <u>0.05^T</u>	<u>녹두</u> <u>0.2</u>
<u>복분자</u> <u>0.5^T</u>	<u>복분자</u> <u>1.0</u>
<u>우엉</u> <u>0.05^T</u>	<u>우엉</u> <u>0.07</u>
<u><신 설></u>	<u>우엉(잎)</u> <u>5.0</u>
(134) (생 락)	(134) (현행과 같음)
(135) 터부포스(Terbufos) (생 락)	(135) 터부포스(Terbufos) (현행과 같음)
<u><신 설></u>	<u>다채</u> <u>0.2</u>
<u><신 설></u>	<u>청경채</u> <u>0.3</u>
(136) ~ (145) (생 락)	(136) ~ (145) (현행과 같음)
(146) 트리클로피르(Triclopyr) (생 락)	(146) 트리클로피르(Triclopyr) (현행과 같음)
<u><신 설></u>	<u>배</u> <u>0.05</u>
<u><신 설></u>	<u>복숭아</u> <u>0.05</u>

현 행	개 정(안)
(147) ~ (148) (생 약)	(147) ~ (148) (현행과 같음)
(149) 트리플루미졸(Triflumizole) (생 약)	(149) 트리플루미졸(Triflumizole) (현행과 같음)
<u><신 설></u>	<u>꽃콩 0.05</u>
(150) ~ (160) (생 약)	(150) ~ (160) (현행과 같음)
(161) 페녹사프로프-에틸 (Fenoxaprop-ethyl) (생 약)	(161) 페녹사프로프-에틸 (Fenoxaprop-ethyl) (현행과 같음)
<u><신 설></u>	<u>들깨 0.05</u>
(162) 페니트로티온(Fenitrothion) (생 약)	(162) 페니트로티온(Fenitrothion) (현행과 같음)
<u>호프 0.05^T</u>	<u>호프 30</u>
(163) ~ (169) (생 약)	(163) ~ (169) (현행과 같음)
(170) 펜토에이트(Phenthoate) (생 약)	(170) 펜토에이트(Phenthoate) (현행과 같음)
<u>복분자 0.5^T</u>	<u>복분자 1.0</u>
<u>아로니아 0.5^T</u>	<u>아로니아 3.0</u>
(171) 펜프로파트린(Fenpropathrin)	(171) 펜프로파트린(Fenpropathrin)

현 행	개 정(안)
(생 약) <u>갯기름나물 5.0^T</u>	(현행과 같음) <u>갯기름나물 5.0</u>
(172) (생 약)	(172) (현행과 같음)
(173) 포레이트(Phorate) (생 약) <u>콜라비 0.05^T</u>	(173) 포레이트(Phorate) (현행과 같음) <u>콜라비 0.05</u>
(174) ~ (177) (생 약)	(174) ~ (177) (현행과 같음)
(178) 폭심(Phoxim) (생 약) <u><신 설></u> <u><신 설></u> <u><신 설></u> <u><신 설></u>	(178) 폭심(Phoxim) (현행과 같음) <u>건삼 2.0</u> <u>고구마 0.05</u> <u>고구마줄기 0.05</u> <u>수삼 0.7</u>
(179) 폴펫(Folpet) (생 약) <u>체리 2.0^T</u> <u><신 설></u> <u><신 설></u>	(179) 폴펫(Folpet) (현행과 같음) <u>체리 3.0</u> <u>대추 3.0</u> <u>대추(건조) 5.0</u>
(180) ~ (182) (생 약)	(180) ~ (182) (현행과 같음)

현 행	개 정(안)
(183) 플루아지포프-뷰틸(Fluazifop-butyl) (생 약) 취나물 <u>0.05^T</u> <신 설> <신 설>	(183) 플루아지포프-뷰틸(Fluazifop-butyl) (현행과 같음) 취나물 <u>0.05</u> 산마늘잎 <u>1.0</u> 생강 <u>0.05</u>
(184) ~ (191) (생 약)	(184) ~ (191) (현행과 같음)
(192) 프로피코나졸(Propiconazole) (생 약) 땅콩 <u>0.05^T</u>	(192) 프로피코나졸(Propiconazole) (현행과 같음) 땅콩 <u>0.05</u>
(193) ~ (199) (생 약)	(193) ~ (199) (현행과 같음)
(200) 헥사코나졸(Hexaconazole) (생 약) 귀리 <u>0.2^T</u> 마 <u>0.05^T</u> 생강 <u>0.05^T</u> <신 설> <신 설> <신 설> <신 설> <신 설>	(200) 헥사코나졸(Hexaconazole) (현행과 같음) 귀리 <u>0.2</u> 마 <u>0.05</u> 생강 <u>0.3</u> 당귀(잎) <u>2.0</u> 마(건조) <u>0.05</u> 엇갈이배추 <u>0.05</u> 배추 <u>0.05</u> 쭈 <u>2.0</u>

현 행	개 정(안)
<신 설>	우영 0.05
(201) 헥시티아족스(Hexythiazox) (생 약) 갯기름나물 5.0 ^T	(201) 헥시티아족스(Hexythiazox) (현행과 같음) 갯기름나물 5.0
(202) ~ (205) (생 약)	(202) ~ (205) (현행과 같음)
(206) 클로르페나피르(Chlorfenapyr) (생 약) 고구마 0.05 ^T 녹두 0.05 ^T 대두 0.05 ^T 땅콩 0.05 ^T 팥콩 0.5 ^T	(206) 클로르페나피르(Chlorfenapyr) (현행과 같음) 고구마 0.05 녹두 0.05 대두 0.05 땅콩 0.05 팥콩 2.0
<신 설>	강낭콩 0.05
<신 설>	동부 0.05
<신 설>	완두 0.05
(207) 테부페노자이드(Tebufenozide) (생 약) 앵두 1.0 ^T	(207) 테부페노자이드(Tebufenozide) (현행과 같음) 앵두 2.0
(208) 테부펜피라드(Tebufenpyrad) (생 약)	(208) 테부펜피라드(Tebufenpyrad) (현행과 같음)

현 행	개 정(안)
<u>토란</u> <u>0.05^T</u>	<u>토란</u> <u>0.05</u>
(209) ~ (211) (생 략)	(209) ~ (211) (현행과 같음)
(212) 플루페녹수론(Flufenoxuron) (생 략)	(212) 플루페녹수론(Flufenoxuron) (현행과 같음)
<u>브로콜리</u> <u>0.07</u>	<u>브로콜리</u> <u>0.1</u>
<u>토란</u> <u>0.05^T</u>	<u>토란</u> <u>0.05</u>
<u><신 설></u>	<u>토마토</u> <u>0.05</u>
(213) ~ (214) (생 략)	(213) ~ (214) (현행과 같음)
(215) 피프로닐(Fipronil) (생 략)	(215) 피프로닐(Fipronil) (현행과 같음)
<u><신 설></u>	<u>고구마줄기</u> <u>0.05</u>
(216) ~ (217) (생 략)	(216) ~ (217) (현행과 같음)
(218) 디메토모르프(Dimethomorph) (생 략)	(218) 디메토모르프(Dimethomorph) (현행과 같음)
<u>녹두</u> <u>0.05^T</u>	<u>녹두</u> <u>0.5</u>
<u>도라지</u> <u>0.05^T</u>	<u>도라지</u> <u>0.05</u>
<u><신 설></u>	<u>귀리</u> <u>0.5</u>
<u><신 설></u>	<u>밀</u> <u>0.2</u>

현 행	개 정(안)
(219) ~ (220) (생 약)	(219) ~ (220) (현행과 같음)
(221) 디티아논(Dithianon) (생 약)	(221) 디티아논(Dithianon) (현행과 같음)
<u>녹두</u> <u>0.05^T</u>	<u>녹두</u> <u>0.2</u>
(222) ~ (224) (생 약)	(222) ~ (224) (현행과 같음)
(225) 사이프로디닐(Cyprodinil) (생 약)	(225) 사이프로디닐(Cyprodinil) (현행과 같음)
<u>아로니아</u> <u>1.0^T</u>	<u>아로니아</u> <u>7.0</u>
<u>복분자</u> <u>1.0^T</u>	<u>복분자</u> <u>10[†]</u>
<u><신 설></u>	<u>강낭콩</u> <u>0.2[†]</u>
<u><신 설></u>	<u>완두</u> <u>0.3[†]</u>
(226) (생 약)	(226) (현행과 같음)
(227) 아세타미프리드(Acetamiprid) (생 약)	(227) 아세타미프리드(Acetamiprid) (현행과 같음)
<u><신 설></u>	<u>잣</u> <u>0.5</u>
(228) 아зок시스트로빈(Azoxystrobin) (생 약)	(228) 아зок시스트로빈(Azoxystrobin) (현행과 같음)
<u>사탕무</u> <u>0.1^T</u>	<u>사탕무</u> <u>4.0[†]</u>
<u>크랜베리</u> <u>0.5^T</u>	<u>크랜베리</u> <u>0.5[†]</u>

현 행	개 정(안)
<u>홍화씨</u> 0.1 ^T	<u>홍화씨</u> 0.2
<u><신 설></u>	<u>귀리</u> 0.3
(229) (생 약)	(229) (현행과 같음)
(230) 크레속심메틸(Kresoxim-methyl) (생 약)	(230) 크레속심메틸(Kresoxim-methyl) (현행과 같음)
<u>블루베리</u> 1.0 ^T	<u>블루베리</u> 2.0
(231) 클로르플루아주론(Chlorfluazuron) (생 약)	(231) 클로르플루아주론(Chlorfluazuron) (현행과 같음)
<u>땅콩</u> 0.05 ^T	<u>땅콩</u> 0.05
<u><신 설></u>	<u>앵두</u> 0.4
(232) (생 약)	(232) (현행과 같음)
(233) 펜사이큐론(Pencycuron) (생 약)	(233) 펜사이큐론(Pencycuron) (현행과 같음)
<u><신 설></u>	<u>도라지</u> 0.05
<u><신 설></u>	<u>우엉</u> 0.05
<u><신 설></u>	<u>참나물</u> 30
(234) 펜피록시메이트(Fenpyroximate) (생 약)	(234) 펜피록시메이트(Fenpyroximate) (현행과 같음)
<u>대추</u> 0.1 ^T	<u>대추</u> 1.0

현 행	개 정(안)
<u>살구</u> 0.1 ^T	<u>살구</u> 0.6
<신 설>	<u>대추(건조)</u> 1.5
<신 설>	<u>매실</u> 0.6
<신 설>	<u>아로니아</u> 0.3
(235) 포스티아제이트(Fosthiazate) (생 약)	(235) 포스티아제이트(Fosthiazate) (현행과 같음)
<u>더덕</u> 0.05 ^T	<u>더덕</u> 0.05
<u>무(뿌리)</u> 0.05 ^T	<u>무(뿌리)</u> 0.05
(236) (생 약)	(236) (현행과 같음)
(237) 피메트로진(Pymetrozine) (생 약)	(237) 피메트로진(Pymetrozine) (현행과 같음)
<u>토란(줄기)</u> 0.05 ^T	<u>토란(줄기)</u> 0.1
(238) 플루디옥소닐(Fludioxonil) (생 약)	(238) 플루디옥소닐(Fludioxonil) (현행과 같음)
<u>복분자</u> 2.0	<u>복분자</u> 5.0 [†]
<신 설>	<u>도라지</u> 2.0
<신 설>	<u>배추</u> 3.0
<신 설>	<u>사탕무</u> 4.0 [†]
<신 설>	<u>엇갈이배추</u> 7.0
<신 설>	<u>완두</u> 0.3 [†]

현 행	개 정(안)
(239) 플루아지남(Fluazinam) (생 약) 녹두 <u>0.07^T</u> 참나물 <u>0.05^T</u> <u><신 설></u> <u><신 설></u>	(239) 플루아지남(Fluazinam) (현행과 같음) 녹두 <u>0.1</u> 참나물 <u>30</u> 우엉 <u>0.05</u> 우엉잎 <u>3.0</u>
(240) ~ (247) (생 약)	(240) ~ (247) (현행과 같음)
(248) 아바멕틴(Abamectin) (생 약) <u><신 설></u>	(248) 아바멕틴(Abamectin) (현행과 같음) 망고 <u>0.05</u>
(249) 에마멕틴 벤조에이트 (Emamectin benzoate) (생 약) 땅콩 <u>0.05^T</u> 토란 <u>0.05^T</u> <u><신 설></u> <u><신 설></u>	(249) 에마멕틴 벤조에이트 (Emamectin benzoate) (현행과 같음) 땅콩 <u>0.05</u> 토란 <u>0.05</u> 잣 <u>0.05</u> 토란(줄기) <u>0.2</u>
(250) (생 약)	(250) (현행과 같음)
(251) 에톡사졸(Etoxazole) (생 약)	(251) 에톡사졸(Etoxazole) (현행과 같음)

현 행	개 정(안)
<u>들깨잎</u> 0.1 ^T	<u>들깨잎</u> 7.0
(252) (생 약)	(252) (현행과 같음)
(253) 이미벤코나졸(Imibenconazole) (생 약)	(253) 이미벤코나졸(Imibenconazole) (현행과 같음)
<신 설>	<u>감</u> 0.5
<신 설>	<u>배</u> 0.1
(254) ~ (258) (생 약)	(254) ~ (258) (현행과 같음)
(259) 피리메타닐(Pyrimethanil) (생 약)	(259) 피리메타닐(Pyrimethanil) (현행과 같음)
<신 설>	<u>갯기름나물</u> 20
<신 설>	<u>고수(잎)</u> 2.0
<신 설>	<u>방아잎</u> 20
<신 설>	<u>상추</u> 30
<신 설>	<u>섬쭈부쟁이</u> 20
<신 설>	<u>쭈갓</u> 20
<신 설>	<u>아욱</u> 20
<신 설>	<u>양배추</u> 1.0
<신 설>	<u>참나물</u> 20
(260) ~ (264) (생 약)	(260) ~ (264) (현행과 같음)

현 행	개 정(안)
(265) 디메테나미드(Dimethenamid) (생 약) <u>호프</u> <u>0.05^T</u>	(265) 디메테나미드(Dimethenamid) (현행과 같음) <u>호프</u> <u>0.05[†]</u>
(266) ~ (272) (생 약)	(266) ~ (272) (현행과 같음)
(273) 밀베멕틴(Milbemectin) (생 약) <u>블루베리</u> <u>0.05^T</u> <u>아로니아</u> <u>0.05^T</u> <u><신 설></u> <u><신 설></u> <u><신 설></u> <u><신 설></u>	(273) 밀베멕틴(Milbemectin) (현행과 같음) <u>블루베리</u> <u>0.05</u> <u>아로니아</u> <u>0.05</u> <u>매실</u> <u>0.2</u> <u>살구</u> <u>0.2</u> <u>자두</u> <u>0.2</u> <u>잣</u> <u>0.05</u>
(274) (생 약)	(274) (현행과 같음)
(275) 뷰타클로르(Butachlor) (생 약) <u><신 설></u> <u><신 설></u> <u><신 설></u>	(275) 뷰타클로르(Butachlor) (현행과 같음) <u>배추</u> <u>0.05</u> <u>양배추</u> <u>0.05</u> <u>엇갈이배추</u> <u>0.05</u>
(276) ~ (282) (생 약)	(276) ~ (282) (현행과 같음)

현 행	개 정(안)
(283) 아시벤졸라-에스-메틸 (Acibenzolar-S-methyl) (생 약) 대추 <u>0.2^T</u> <신 설> <신 설>	(283) 아시벤졸라-에스-메틸 (Acibenzolar-S-methyl) (현행과 같음) 대추 <u>0.2</u> 대추(건조) <u>0.3</u> 체리 <u>0.07</u>
(284) ~ (285) (생 약)	(284) ~ (285) (현행과 같음)
(286) 에트리디아졸(Etridiazole) (생 약) <신 설>	(286) 에트리디아졸(Etridiazole) (현행과 같음) 비름나물 <u>0.05</u>
(287) ~ (289) (생 약)	(287) ~ (289) (현행과 같음)
(290) 인독사카브(Indoxacarb) (생 약) 땅콩 <u>0.02^T</u> 무(잎) <u>3.0</u> 표고버섯 <u>0.05^T</u>	(290) 인독사카브(Indoxacarb) (현행과 같음) 땅콩 <u>0.05</u> 무(잎) <u>7.0</u> 표고버섯 <u>0.2</u>
(291) ~ (298) (생 약)	(291) ~ (298) (현행과 같음)
(299) 티플루자מיד(Thifluzamide) (생 약)	(299) 티플루자מיד(Thifluzamide) (현행과 같음)

현 행	개 정(안)
<u>생강</u> 0.05 ^T	<u>생강</u> 0.2
<신 설>	<u>도라지</u> 0.07
<신 설>	<u>우엉</u> 0.05
(300) (생 약)	(300) (현행과 같음)
(301) 펜헥사미드(Fenhexamid) (생 약)	(301) 펜헥사미드(Fenhexamid) (현행과 같음)
<신 설>	<u>양배추</u> 1.0
(302) ~ (307) (생 약)	(302) ~ (307) (현행과 같음)
(308) 플루설파마이드(Flusulfamide) (생 약)	(308) 플루설파마이드(Flusulfamide) (현행과 같음)
<신 설>	<u>감자</u> 0.05
<신 설>	<u>갓</u> 0.05
<신 설>	<u>무(뿌리)</u> 0.05
<신 설>	<u>무(잎)</u> 0.05
<신 설>	<u>브로콜리</u> 0.05
<신 설>	<u>양배추</u> 0.05
<신 설>	<u>청경채</u> 0.05
<신 설>	<u>케일</u> 0.05
<신 설>	<u>콜라비</u> 0.05
(309) 플루톨라닐(Flutolanil)	(309) 플루톨라닐(Flutolanil)

현 행	개 정(안)
(생 략)	(현행과 같음)
<신 설>	도라지 0.05
<신 설>	배추 0.5
<신 설>	엇갈이배추 1.5
(310) ~ (320) (생 략)	(310) ~ (320) (현행과 같음)
(321) 디노테퓨란(Dinotefuran)	(321) 디노테퓨란(Dinotefuran)
(생 략)	(현행과 같음)
고구마줄기 0.05 ^T	고구마줄기 0.05
딸기 2.0	딸기 3.0
무(잎) 0.7	무(잎) 1.5
풋마늘 0.05	풋마늘 0.7
<신 설>	신선초 10
<신 설>	유채 10
(322) (생 략)	(322) (현행과 같음)
(323) 보스칼리드(Boscalid)	(323) 보스칼리드(Boscalid)
(생 략)	(현행과 같음)
대두 0.05 ^T	대두 0.05
브로콜리 0.05 ^T	브로콜리 0.05
비트(뿌리) 0.05 ^T	비트(뿌리) 0.3
비트(잎) 0.3 ^T	비트(잎) 3.0
아로니아 5.0 ^T	아로니아 10

현 행	개 정(안)
<u>양배추</u> 0.05 ^T	<u>양배추</u> 0.05
<신 설>	<u>땅콩</u> 0.05
<신 설>	<u>루꼴라</u> 0.05
<신 설>	<u>순무유채</u> 0.05
<신 설>	<u>신선초</u> 0.05
<신 설>	<u>우엉</u> 0.05
<신 설>	<u>우엉잎</u> 0.05
(324) (생 약)	(324) (현행과 같음)
(325) 사이아조파미드(Cyazofamid) (생 약)	(325) 사이아조파미드(Cyazofamid) (현행과 같음)
<u>토마토</u> 0.5	<u>토마토</u> 2.0
<신 설>	<u>부추</u> 10
<신 설>	<u>사과</u> 0.7
<신 설>	<u>호박</u> 0.05
(326) 아세퀴노실(Acequinocyl) (생 약)	(326) 아세퀴노실(Acequinocyl) (현행과 같음)
<신 설>	<u>들깨</u> 0.3
(327) ~ (331) (생 약)	(327) ~ (331) (현행과 같음)
(332) 클로티아니딘(Clothianidin) (생 약)	(332) 클로티아니딘(Clothianidin) (현행과 같음)

현 행	개 정(안)
<u>도라지</u> 0.05 ^T	<u>도라지</u> 0.07
(333) 테부피림포스(Tebupirimfos) (생 락)	(333) 테부피림포스(Tebupirimfos) (현행과 같음)
<u>다채</u> 0.05 ^T	<u>다채</u> 0.05
<u>청경채</u> 0.05 ^T	<u>청경채</u> 0.05
(334) (생 락)	(334) (현행과 같음)
(335) 트리플록시스트로빈 (Trifloxystrobin) (생 락)	(335) 트리플록시스트로빈 (Trifloxystrobin) (현행과 같음)
<u>아로니아</u> 0.7 ^T	<u>아로니아</u> 2.0
<u><신 설></u>	<u>생강</u> 0.2
(336) ~ (344) (생 락)	(336) ~ (344) (현행과 같음)
(345) 피라클로스트로빈(Pyraclostrobin) (생 락)	(345) 피라클로스트로빈(Pyraclostrobin) (현행과 같음)
<u>녹두</u> 0.05 ^T	<u>녹두</u> 0.05
<u><신 설></u>	<u>고수(잎)</u> 3.0
<u><신 설></u>	<u>쌀</u> 0.05
(346) ~ (348) (생 락)	(346) ~ (348) (현행과 같음)

현 행	개 정(안)
(349) 노발루론(Novaluron) (생 약) 수삼 <u>0.05^T</u> <신 설>	(349) 노발루론(Novaluron) (현행과 같음) 수삼 <u>0.5</u> 건삼 <u>1.5</u>
(350) ~ (351) (생 약)	(350) ~ (351) (현행과 같음)
(352) 메톡시페노자이드(Methoxyfenozide) (생 약) 아로니아 <u>0.5^T</u> <신 설> <신 설> <신 설>	(352) 메톡시페노자이드(Methoxyfenozide) (현행과 같음) 아로니아 <u>1.5</u> 도라지 <u>0.05</u> 들깨 <u>0.3</u> 우엉 <u>0.07</u>
(353) 메트코나졸(Metconazole) (생 약) 키위 <u>0.7^T</u> <신 설> <신 설>	(353) 메트코나졸(Metconazole) (현행과 같음) 키위 <u>1.5</u> 도라지 <u>0.05</u> 우엉 <u>0.05</u>
(354) ~ (356) (생 약)	(354) ~ (356) (현행과 같음)
(357) 디티오카바메이트(Dithiocarbamates) (생 약) 녹두 <u>0.05^T</u>	(357) 디티오카바메이트(Dithiocarbamates) (현행과 같음) 녹두 <u>0.05</u>

현 행	개 정(안)
<u>무(잎)</u> 5.0 ^T	<u>무(잎)</u> 15
<u>양배추</u> 2.0 ^T	<u>양배추</u> 3.0
<u>우엉(잎)</u> 5.0 ^T	<u>우엉(잎)</u> 5.0
<u><신 설></u>	<u>브로콜리</u> 5.0
<u><신 설></u>	<u>아스파라거스</u> 0.5
<u><신 설></u>	<u>키위</u> 3.0
(358) ~ (369) (생 약)	(358) ~ (369) (현행과 같음)
(370) 벤티아발리카브아이소프로필 (Benthiavalicarb-isopropyl) (생 약)	(370) 벤티아발리카브아이소프로필 (Benthiavalicarb-isopropyl) (현행과 같음)
<u>복분자</u> 0.1 ^T	<u>복분자</u> 0.3
<u>콜라비</u> 0.05 ^T	<u>콜라비</u> 0.2
<u><신 설></u>	<u>부추</u> 0.3
<u><신 설></u>	<u>파</u> 0.05
(371) ~ (379) (생 약)	(371) ~ (379) (현행과 같음)
(380) 피리달릴(Pyridalyl) (생 약)	(380) 피리달릴(Pyridalyl) (현행과 같음)
<u>땅콩</u> 0.05 ^T	<u>땅콩</u> 0.05
<u><신 설></u>	<u>감</u> 0.1
<u><신 설></u>	<u>호박</u> 0.2

현 행	개 정(안)
(381) 육-비에이(Benzyladenine, 6-Benzyl aminopurine) (생 약) <u><신 설></u> <u><신 설></u>	(381) 육-비에이(Benzyladenine, 6-Benzyl aminopurine) (현행과 같음) <u>대추</u> 0.05 <u>대추(건조)</u> 0.05
(382) ~ (383) (생 약)	(382) ~ (383) (현행과 같음)
(384) 사이플루페나미드(Cyflufenamid) (생 약) <u><신 설></u> <u><신 설></u>	(384) 사이플루페나미드(Cyflufenamid) (현행과 같음) <u>당귀(잎)</u> 10 <u>쭈</u> 5.0
(385) (생 약)	(385) (현행과 같음)
(386) 플로니카미드(Flonicamid) (생 약) <u>감</u> 0.3 <u><신 설></u>	(386) 플로니카미드(Flonicamid) (현행과 같음) <u>감</u> 1.0 <u>팔</u> 0.1
(387) ~ (392) (생 약)	(387) ~ (392) (현행과 같음)
(393) 메트알데하이드(Metaldehyde) (생 약) <u>더덕</u> 0.05 ^T	(393) 메트알데하이드(Metaldehyde) (현행과 같음) <u>더덕</u> 0.2

현 행	개 정(안)
<u>땅콩</u> 0.05 ^T	<u>땅콩</u> 0.05
<u>생강</u> 0.05 ^T	<u>생강</u> 0.2
<신 설>	<u>갯기름나물</u> 1.0
<신 설>	<u>무(뿌리)</u> 0.05
<신 설>	<u>참나물</u> 0.05
<신 설>	<u>취나물</u> 0.5
(394) (생 약)	(394) (현행과 같음)
(395) 플루오피콜라이드(Fluopicolide) (생 약)	(395) 플루오피콜라이드(Fluopicolide) (현행과 같음)
<u>토마토</u> 0.2	<u>토마토</u> 1.5
<신 설>	<u>사과</u> 0.5
<신 설>	<u>과</u> 1.5
(396) ~ (398) (생 약)	(396) ~ (398) (현행과 같음)
(399) 사이플루메토펜(Cyflumetofen) (생 약)	(399) 사이플루메토펜(Cyflumetofen) (현행과 같음)
<u>아로니아</u> 0.6 ^T	<u>아로니아</u> 1.0
<u>토란(줄기)</u> 0.2 ^T	<u>토란(줄기)</u> 0.5
<신 설>	<u>블루베리</u> 1.0
(400) ~ (402) (생 약)	(400) ~ (402) (현행과 같음)

현 행	개 정(안)
(403) 메타플루미존(Metaflumizone) (생 약)	(403) 메타플루미존(Metaflumizone) (현행과 같음)
<u>녹두</u> <u>0.05^T</u>	<u>녹두</u> <u>0.2</u>
<u>대두</u> <u>0.05</u>	<u>대두</u> <u>0.2[†]</u>
<u>커피원두</u> <u>0.05^T</u>	<u>커피원두</u> <u>0.1[†]</u>
<u><신 설></u>	<u>달래</u> <u>5.0</u>
(404) 메트라페논(Metrafenone) (생 약)	(404) 메트라페논(Metrafenone) (현행과 같음)
<u>오미자</u> <u>0.3^T</u>	<u>오미자</u> <u>0.7</u>
<u><신 설></u>	<u>오미자(건조)</u> <u>5.0</u>
(405) 사이에노피라펜(Cyenopyrafen) (생 약)	(405) 사이에노피라펜(Cyenopyrafen) (현행과 같음)
<u>유자</u> <u>0.5^T</u>	<u>유자</u> <u>0.5</u>
<u>토란</u> <u>0.05^T</u>	<u>토란</u> <u>0.05</u>
<u>토란(줄기)</u> <u>0.05^T</u>	<u>토란(줄기)</u> <u>0.05</u>
(406) ~ (407) (생 약)	(406) ~ (407) (현행과 같음)
(408) 스피네토람(Spinetoram) (생 약)	(408) 스피네토람(Spinetoram) (현행과 같음)
<u>느타리버섯</u> <u>0.05^T</u>	<u>느타리버섯</u> <u>0.05</u>
<u>토란</u> <u>0.05^T</u>	<u>토란</u> <u>0.05</u>

현 행	개 정(안)
(409) ~ (415) (생 약)	(409) ~ (415) (현행과 같음)
(416) 클로란트라닐리프롤(Chlorantraniliprole) (생 약)	(416) 클로란트라닐리프롤(Chlorantraniliprole) (현행과 같음)
<u>고구마</u> 0.05 ^T	<u>고구마</u> 0.05
<u>녹두</u> 0.05 ^T	<u>녹두</u> 0.05
<u>수수</u> 0.05 ^T	<u>수수</u> 3.0
<u><신 설></u>	<u>강낭콩</u> 0.05
<u><신 설></u>	<u>고구마줄기</u> 0.2
<u><신 설></u>	<u>동부</u> 0.05
<u><신 설></u>	<u>오미자(건조)</u> 1.5
<u><신 설></u>	<u>완두</u> 0.05
<u><신 설></u>	<u>팥콩</u> 1.0
(417) ~ (421) (생 약)	(417) ~ (421) (현행과 같음)
(422) 펜티오피라드(Penthiopyrad) (생 약)	(422) 펜티오피라드(Penthiopyrad) (현행과 같음)
<u>오미자</u> 0.2 ^T	<u>오미자</u> 0.5
<u>콜라비</u> 0.3 ^T	<u>콜라비</u> 1.0
<u><신 설></u>	<u>귀리</u> 0.2
<u><신 설></u>	<u>도라지</u> 0.05
<u><신 설></u>	<u>메밀</u> 1.0
<u><신 설></u>	<u>방아잎</u> 15
<u><신 설></u>	<u>오미자(건조)</u> 1.5

현 행	개 정(안)
(423) 피콕시스트로빈(Picoxystrobin) (생 약) <u><신 설></u> <u><신 설></u>	(423) 피콕시스트로빈(Picoxystrobin) (현행과 같음) <u>고수(잎) 5.0</u> <u>복분자 2.0</u>
(424) 피리플루퀴나존(Pyrifluquinazon) (생 약) <u>고수(잎) 0.05^T</u> <u>옥수수 0.05^T</u> <u>토란 0.05^T</u> <u>토란(줄기) 0.05^T</u> <u><신 설></u> <u><신 설></u>	(424) 피리플루퀴나존(Pyrifluquinazon) (현행과 같음) <u>고수(잎) 0.2</u> <u>옥수수 0.05</u> <u>토란 0.05</u> <u>토란(줄기) 0.05</u> <u>꾸지뽕(열매) 0.05</u> <u>꾸지뽕(잎) 0.05</u>
(425) ~ (426) (생 약)	(425) ~ (426) (현행과 같음)
(427) 이미시아포스(Imicyafos) (생 약) <u>더덕 0.05^T</u>	(427) 이미시아포스(Imicyafos) (현행과 같음) <u>더덕 0.05</u>
(428) 플루오피람(Fluopyram) (생 약) <u>수삼 0.07^T</u> <u><신 설></u>	(428) 플루오피람(Fluopyram) (현행과 같음) <u>수삼 0.7</u> <u>건삼 3.0</u>

현 행	개 정(안)
<u><신 설></u>	<u>배추</u> 0.05
(429) (생 약)	(429) (현행과 같음)
(430) 설폭사플로르(Sulfoxafloor) (생 약)	(430) 설폭사플로르(Sulfoxafloor) (현행과 같음)
<u>도라지</u> 0.05 ^T	<u>도라지</u> 0.05
<u><신 설></u>	<u>들깨</u> 0.2
<u><신 설></u>	<u>토란</u> 0.05
(431) 아이소피라잠(Isopyrazam) (생 약)	(431) 아이소피라잠(Isopyrazam) (현행과 같음)
<u><신 설></u>	<u>배추</u> 0.2
<u><신 설></u>	<u>엇갈이배추</u> 0.5
(432) (생 약)	(432) (현행과 같음)
(433) 사이안트라닐리프롤(Cyantraniliprole) (생 약)	(433) 사이안트라닐리프롤(Cyantraniliprole) (현행과 같음)
<u>고구마</u> 0.05 ^T	<u>고구마</u> 0.05
<u>살구</u> 0.5 ^T	<u>살구</u> 0.5
<u>토란</u> 0.05 ^T	<u>토란</u> 0.05
<u><신 설></u>	<u>포도</u> 1.0
(434) (생 약)	(434) (현행과 같음)

현 행	개 정(안)
(435) 펜피라자민(Fenpyrazamine) (생 약) <신 설>	(435) 펜피라자민(Fenpyrazamine) (현행과 같음) 양배추 1.5
(436) 플루티아닐(Flutianil) (생 약) <신 설> <신 설> <신 설>	(436) 플루티아닐(Flutianil) (현행과 같음) 배추 0.3 비트(뿌리) 0.05 비트(잎) 1.5
(437) 플룩사피록사드(Fluxapyroxad) (생 약) 유채씨 0.8 [†] 배추 0.05 엇갈이배추 0.05 파 2.0 <신 설> <신 설> <신 설>	(437) 플룩사피록사드(Fluxapyroxad) (현행과 같음) <삭 제> 배추 1.0 엇갈이배추 3.0 파 3.0 유지종실류 0.8 [†] 키위 2.0 풋콩 0.15
(438) ~ (440) (생 약)	(438) ~ (440) (현행과 같음)
(441) 피리벤카브(Pyribencarb) (생 약)	(441) 피리벤카브(Pyribencarb) (현행과 같음)

현 행	개 정(안)
<u>참외</u> 0.07	<u>참외</u> 0.7
<u><신 설></u>	<u>고수(잎)</u> 5.0
(442) 플루피라디퓨론(Flupyradifurone) (생 약)	(442) 플루피라디퓨론(Flupyradifurone) (현행과 같음)
<u>토란</u> 0.05 ^T	<u>토란</u> 0.05
<u><신 설></u>	<u>꾸지뽕(열매)</u> 0.5
<u><신 설></u>	<u>꾸지뽕(잎)</u> 10
(443) ~ (449) (생 약)	(443) ~ (449) (현행과 같음)
(450) 발리페날레이트(Valifenalate) (생 약)	(450) 발리페날레이트(Valifenalate) (현행과 같음)
<u>쭈갓</u> 1.0 ^T	<u>쭈갓</u> 10
<u><신 설></u>	<u>갓</u> 10
<u><신 설></u>	<u>고들빼기</u> 10
<u><신 설></u>	<u>냉이</u> 10
<u><신 설></u>	<u>들깻잎</u> 20
<u><신 설></u>	<u>루꼴라</u> 10
<u><신 설></u>	<u>배암차즈기</u> 10
<u><신 설></u>	<u>상추</u> 20
<u><신 설></u>	<u>순무유채</u> 10
<u><신 설></u>	<u>양상추</u> 20
<u><신 설></u>	<u>케일</u> 10

현 행	개 정(안)
(451) (생 약)	(451) (현행과 같음)
(452) 아이소페타미드(Isofetamid) (생 약)	(452) 아이소페타미드(Isofetamid) (현행과 같음)
<u><신 설></u>	<u>감</u> 0.2
<u><신 설></u>	<u>부추</u> 7.0
(453) 만데스트로빈(Mandestrobin) (생 약)	(453) 만데스트로빈(Mandestrobin) (현행과 같음)
<u><신 설></u>	<u>배추</u> 1.0
<u><신 설></u>	<u>엇갈이배추</u> 3.0
<u><신 설></u>	<u>양배추</u> 0.05
<u><신 설></u>	<u>키위</u> 0.05
(454) 플루엔설펜(Fluensulfone) (생 약)	(454) 플루엔설펜(Fluensulfone) (현행과 같음)
<u><신 설></u>	<u>오이</u> 0.05
(455) ~ (457) (생 약)	(455) ~ (457) (현행과 같음)
(458) 사이클라닐리프롤(Cyclaniliprole) <u>◎ 잔류물의 정의 : Cyclaniliprole과</u> <u>NK-1375의 합을 cyclaniliprole로 함</u> (생 약)	(458) 사이클라닐리프롤(Cyclaniliprole) <u>◎ 잔류물의 정의 : Cyclaniliprole</u> (현행과 같음)
<u><신 설></u>	<u>가지</u> 0.2

현 행	개 정(안)
<신 설>	쌀 0.05
(459) (생 약)	(459) (현행과 같음)
(460) 피카뷰트라족스(Picarbutrazox) (생 약)	(460) 피카뷰트라족스(Picarbutrazox) (현행과 같음)
<신 설>	시금치 15
(461) ~ (466) (생 약)	(461) ~ (466) (현행과 같음)
(467) 플룩사메타마이드(Fluxametamide) (생 약)	(467) 플룩사메타마이드(Fluxametamide) (현행과 같음)
<신 설>	강낭콩 0.1
<신 설>	녹두 0.1
<신 설>	다채 7.0
<신 설>	동부 0.1
<신 설>	루꼴라 7.0
<신 설>	모과 0.3
<신 설>	무화과 0.2
<신 설>	블루베리 1.5
<신 설>	석류 0.3
<신 설>	아로니아 1.5
<신 설>	완두 0.3
<신 설>	유채 7.0
<신 설>	차 1.0

현 행	개 정(안)
<신 설>	키위 1.5
<신 설>	팔 0.1
<신 설>	팥콩 2.0
(468) 티아페나실(Tiafenacil) (생 약)	(468) 티아페나실(Tiafenacil) (현행과 같음)
<신 설>	생강 0.05
<신 설>	양배추 0.05
(469) 플루트리아폴(Flutriafol) (생 약)	(469) 플루트리아폴(Flutriafol) (현행과 같음)
<신 설>	키위 3.0
(470) 비사이클로피론(Bicyclopyrone) (생 약)	(470) 비사이클로피론(Bicyclopyrone) (현행과 같음)
<신 설>	사탕수수 0.02 [†]
(471) ~ (472) (생 약)	(471) ~ (472) (현행과 같음)
(473) 피라지플루미드(Pyraziflumid) (생 약)	(473) 피라지플루미드(Pyraziflumid) (현행과 같음)
<신 설>	감 0.5
<신 설>	포도 3.0
(474) ~ (498) (생 약)	(474) ~ (498) (현행과 같음)

현 행	개 정(안)
(499) 플루티아셋-메틸(Fluthiacet-methyl) (생 약)	(499) 플루티아셋-메틸(Fluthiacet-methyl) (현행과 같음)
<신 설>	감 0.05
<신 설>	건삼 0.05
<신 설>	대추 0.05
<신 설>	대추(건조) 0.05
<신 설>	매실 0.05
<신 설>	무(뿌리) 0.05
<신 설>	무(잎) 0.05
<신 설>	복숭아 0.05
<신 설>	수삼 0.05
<신 설>	옥수수 0.05
<신 설>	유자 0.05
<신 설>	자두 0.05
(500) 피디플루메토펜(Pydiflumetofen) (생 약)	(500) 피디플루메토펜(Pydiflumetofen) (현행과 같음)
양파 0.05	양파 0.2 [†]
<신 설>	감귤류 1.0 [†]
<신 설>	겨자채 50 [†]
<신 설>	견과류 0.05 [†]
<신 설>	결구엽채류 3.0 [†]
<신 설>	근채류 0.3 [†]
<신 설>	복숭아 0.7 [†]

현 행	개 정(안)
<신 설>	<u>블루베리</u> 5.0 [†]
<신 설>	<u>자두</u> 0.6 [†]
<신 설>	<u>체리</u> 2.0 [†]
<신 설>	<u>과</u> 2.0 [†]
<신 설>	<u>팥콩</u> 1.0 [†]
<신 설>	<u>해바라기씨</u> 0.5 [†]
(501) 스트렙토마이신(Streptomycin) (생 략)	(501) 스트렙토마이신(Streptomycin) (현행과 같음)
<신 설>	<u>상추</u> 0.5
<신 설>	<u>양상추</u> 0.5
(502) 발리다마이신에이(Validamycin A) (생 략)	(502) 발리다마이신에이(Validamycin A) (현행과 같음)
<u>무(잎)</u> 0.05	<u>무(잎)</u> 0.3
<u>상추</u> 5.0	<u>상추</u> 7.0
<u>양상추</u> 5.0	<u>양상추</u> 7.0
<신 설>	<u>비트(잎)</u> 3.0
<신 설>	<u>참외</u> 0.5
<신 설>	<u>토마토</u> 0.05
(503) ~ (510) (생 략)	(503) ~ (510) (현행과 같음)
(511) 옥시테트라사이클린 (Oxytetracycline)	(511) 옥시테트라사이클린 (Oxytetracycline)

현 행	개 정(안)
(생 략) <u><신 설></u> <u><신 설></u> <u><신 설></u> <u><신 설></u> <u><신 설></u> <u><신 설></u>	(현행과 같음) <u>부추</u> 0.5 <u>비트(뿌리)</u> 0.05 <u>비트(잎)</u> 0.05 <u>참외</u> 0.05 <u>파</u> 0.5 <u>피망</u> 1.0
(512) (생 략)	(512) (현행과 같음)
<u><신 설></u>	<u>(513) 아사이노나피르(Acynonapyr)</u> ◎ <u>잔류물의 정의 : Acynonapyr와 AP(3-endo-[2-proxy-4-(trifluoromethyl)phenoxy]-9-azabicyclo[3,3,1]nonane)의 합을 acynonapyr로 함</u> <u>감</u> 0.7 <u>감귤</u> 1.0 <u>고추</u> 2.0 <u>대추</u> 2.0 <u>대추(건조)</u> 5.0 <u>딸기</u> 3.0 <u>배</u> 1.5 <u>복숭아</u> 3.0 <u>사과</u> 1.0 <u>수박</u> 0.3

현 행	개 정(안)
	<u>유자</u> 0.7 <u>참외</u> 0.3 <u>포도</u> 2.0 <u>피망</u> 2.0
<u><신 설></u>	<u>(514) 아피도피로펜(Afidopyropen)</u> <u>◎ 잔류물의 정의 : Afidopyropen</u> <u>감귤류</u> 0.15 [†] <u>감자</u> 0.01 [†] <u>견과류</u> 0.01 [†] <u>고추</u> 0.07 <u>대두</u> 0.01 [†] <u>멜론</u> 0.05 [†] <u>면실</u> 0.08 [†] <u>배</u> 0.05 <u>배추</u> 0.2 <u>복숭아</u> 0.05 <u>사과</u> 0.05 <u>셀러리</u> 3.0 [†] <u>수박</u> 0.05 <u>엇갈이배추</u> 0.5 <u>오이</u> 0.7 [†] <u>자두</u> 0.05 <u>참외</u> 0.05 <u>체리</u> 0.03 [†]

현 행	개 정(안)						
	<table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 60%;"><u>토마토</u></td> <td style="text-align: right;"><u>0.15[†]</u></td> </tr> <tr> <td><u>피망</u></td> <td style="text-align: right;"><u>0.07</u></td> </tr> <tr> <td><u>호박</u></td> <td style="text-align: right;"><u>0.06[†]</u></td> </tr> </table>	<u>토마토</u>	<u>0.15[†]</u>	<u>피망</u>	<u>0.07</u>	<u>호박</u>	<u>0.06[†]</u>
<u>토마토</u>	<u>0.15[†]</u>						
<u>피망</u>	<u>0.07</u>						
<u>호박</u>	<u>0.06[†]</u>						
주1. ~ 주9. (생 략)	주1. ~ 주9. (현행과 같음)						
[별표 5] 식품 중 동물용의약품의 잔류허용 기준	[별표 5] 식품 중 동물용의약품의 잔류허용기준						
(1) ~ (55) (생 략)	(1) ~ (55) (현행과 같음)						
(56) 린코마이신(Lincomycin) : 항균제 (생 략)	(56) 린코마이신(Lincomycin) : 항균제 (현행과 같음)						
<u><신 설></u>	<u>양근육</u> 0.1						
<u><신 설></u>	<u>양간</u> 0.5						
<u><신 설></u>	<u>양지방</u> 0.05						
<u><신 설></u>	<u>양신장</u> 1.0						
<u><신 설></u>	<u>염소근육</u> 0.1						
<u><신 설></u>	<u>염소간</u> 0.5						
<u><신 설></u>	<u>염소지방</u> 0.05						
<u><신 설></u>	<u>염소신장</u> 1.0						
(57) ~ (81) (생 략)	(57) ~ (81) (현행과 같음)						
(82) 세파세트릴(Cefacetrile) : 항균제 (생 략)	(82) 세파세트릴(Cefacetrile) : 항균제 (현행과 같음)						
<u><신 설></u>	<u>소근육</u> 0.03						

현 행	개 정(안)
(83) ~ (126) (생 약)	(83) ~ (126) (현행과 같음)
(127) 안티피린(Antipyrine) : 항염증제 (생 약)	(127) 안티피린(Antipyrine, Phenazone) : 항염증제 (현행과 같음)
(128) (생 약)	(128) (현행과 같음)
(129) 구아이페네신(Guaifenesin) : 기타 (생 약) <신 설>	(129) 구아이페네신(Guaifenesin) : 기타 (현행과 같음) 말근육 0.01
(130) ~ (170) (생 약)	(130) ~ (170) (현행과 같음)
(171) 요오드퀴놀린설폰산(Iodo hydroxy quinoline sulfonic acid) : 항염증제 (생 약) <신 설> <신 설>	(171) 요오드퀴놀린설폰산(Iodo hydroxy quinoline sulfonic acid) : 항염증제 (현행과 같음) 말근육 0.01 유 0.01
(172) 플루메타손(Flumethasone) : 항염증제 (생 약) <신 설>	(172) 플루메타손(Flumethasone) : 항염증제 (현행과 같음) 유 0.001

현 행	개 정(안)
<p>(173) 클라노부틴(Clanobutin) : 기 타 (생 약) <신 설></p>	<p>(173) 클라노부틴(Clanobutin) : 기 타 (현행과 같음) 유 0.01</p>
<p>(174) ~ (192) (생 약) [별표 6] 축수산물의 잔류물질 잔류허용기준 (1) (생 약) (2) 글리포세이트(Glyphosate) ◎ 잔류물의 정의 : Glyphosate</p>	<p>(174) ~ (192) (현행과 같음) [별표 6] 축수산물의 잔류물질 잔류허용기준 (1) (현행과 같음) (2) 글리포세이트(Glyphosate) ◎ 잔류물의 정의 : Glyphosate와</p>
<p>(생 약) 소고기 0.1 돼지고기 0.1 소부산물 2.0 <신 설> <신 설> <신 설> 우유 0.1</p>	<p><i>N</i>-acetylglyphosate의 합을 Glyphosate로 합 (현행과 같음) <삭 제> <삭 제> <삭 제> 가금류부산물 0.5 포유류고기 0.1 포유류부산물 5.0 (돼지부산물 제외) 유 0.1</p>
<p>(3) ~ (100) (생 약)</p>	<p>(3) ~ (100) (현행과 같음)</p>

현 행	개 정(안)
[별표 7] ~ [별표 8] (생 략)	[별표 7] ~ [별표 8] (현행과 같음)