5.3.21 목시덱틴(Moxidectin)

1) 시험법 적용범위

축산물 등에 적용한다.

2) 분석원리

검체 중 목시덱틴을 아세토니트릴로 추출하고 추출액을 C_{18} 카트리지로 정제한 후 메틸이미다졸(*N*-methylimidazole)과 무수트리플루오르초산으로 유도체화한다. 유도체화한 시험용액을 액체크로마토그래프/형광검출기로 분석한다.

3) 장치

액체크로마토그래프/형광검출기

4) 시약 및 시액

가) 용매 : 액체크로마토그래프용 또는 이와 동등한 것

나) 물 : 3차 증류수

다) 표준원액 : 목시덱틴 표준품을 정밀히 달아 메탄올에 녹여 100 mg/L의 농도가 되게한다.

라) 표준용액 : 표준원액을 0.0025, 0.005, 0.01, 0.02, 0.04 및 0.06 mg/L가 되도록 메탄올에 용해한 후 각각 시험관에 2 mL 취한다. 각각의 시험관은 질소농축하고 5)시험용액 조제의 방법과 같이 유도체화하여 표준용액으로 사용한다.

마) 0.1% 트리에틸아민이 함유된 30% 아세토니트릴 용액 : 트리에틸아민 0.1 mL와 아세토니트릴 30 mL를 물에 녹여 100 mL이 되게 한다.

바) C_{18} 카트리지 (500 mg, 6 mL) 또는 이와 동등한 것

사) 기타시약 : 특급

5) 시험용액의 조제

가) 추출·정제

균질화한 검체 1 g을 원심분리관에 취하고 아세토니트릴 7 mL를 가한다. 시험관을 10분간 진탕한 후 10분간 초음파처리하고 3,000 G에서 10분간 원심분리한다. 상층액은 여분의 원심분리관에 옮기고 잔사는 아세토니트릴 5 mL를 가하여 위의 과정을 반복한다. 상층액을 위의 용액과 합한 후 증류수 10 mL를 가한다. 미리 아세토니트릴 5 mL와 0.1% 트리에틸아민이 함유된 30% 아세토니트릴 용액 5 mL를 순차적으로 가하여 활성화한 C_{18} 카트리지에 추출액을 흡착시킨다. 0.1% 트리에틸아민이 함유된 30% 아세토니트릴 용액 1 mL와 70% 아세토니트릴 용액 1 mL를 이용하여 세척하고 감압조건에서 약 1분간 건조시킨다. 카트리지에 90% 아세토니트릴 용액 3 mL를 가하여 대상성분을 용출한 다음 40℃이하에서 질소가스로 용매를 날려보낸다.

나) 유도체화

추출·정제액과 표준용액에 메틸이미다졸(N-methylimidazole) : 아세토니트릴 (1 : 1) 혼합액 100 μL와 무수트리플루오로초산 : 아세토니트릴 (1 : 2) 혼합액 150 μL를 가하여 용해시키고 충분히 혼합한 후 시험용액으로 사용한다. 이들 용액은 시험당일 조제하며, 시험용액은 액체크로마토그래프에 주입 전까지 차광되게 하고 유도체화 후 6시간이내에 분석한다.

6) 시험조작

가) 측정조건

(1) 칼럼 : LiChrospher 100RP-18 endcapped(5 μm, 125×4 ID mm) 또는 이와 동등한 것.

(2) 이동상 : 94% 아세토니트릴 용액

(3) 유속 : 1 mL/분

(4) 측정파장 : 여기파장 361 nm, 형광파장 465 nm

7) 시험조작

가) 액체크로마토그래프 측정조건

(1) 칼럼 : C_{18} (4.0 × 125 mm, 5 μm) 또는 이와 동등한 것.

(2) (현행과 같음)

(3) 유속 : 2 mL/분

(4) (현행과 같음)

(5) 칼럼온도 : 40℃

(6) 주입량 : 10 μL

나) 검량선의 작성

유도체화한 표준용액을 농도별로 일정량 취하여 액체크로마토그래프에 주입한다. 얻어진 크로마토그램상의 각 피크 높이 또는 면적을 구하여 검량선을 작성한다.

다) 정량한계

축산물, 유 : 0.005 mg/kg

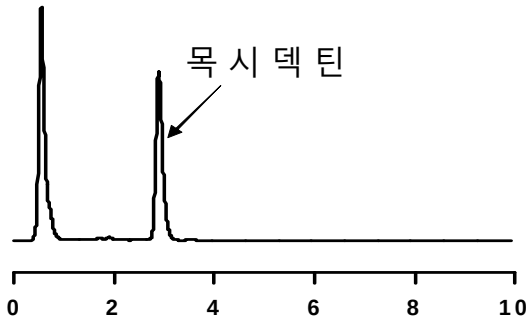


그림 1. 액체크로마토그래프에서 표준품의 크로마토그램
목시덱틴 (3.0분)

8) 정성시험

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

9) 정량시험

정성시험과 똑같은 조건에서 얻어진 시험결과에 의해 피크 높이법 또는 피크 면적법에 따라 정량한다.