

발 간 등 록 번 호

11-1471057-000109-01

조사식품의 분석 지침서 II

2014. 12.



식품의약품안전처
식품의약품안전평가원

CONTENTS

I. 식품조사(Food Irradiation) / 1

- 1. 조사식품이란? 2
- 2. 식품 조사처리 기준 2
- 3. 조사식품의 세부표시 기준 4
- 4. 조사식품 확인시험법 5
 - 1) 광자극발광법(PSL) 5
 - 2) 열발광법(TL) 6
 - 3) 전자스핀공명법(ESR) 11
 - 4) 기체크로마토그래프/질량분석법(GC/MS) 15

II. 조사식품의 품목·조사처리선종·시험법별 분석 / 19

- 1. “2014년 확인시험법 적용 연구” 대상품목 20
 - 1) 품목 현황 20
- 2. 조사처리 22
 - 1) 감마선 조사 22
 - 2) 전자선 조사 22
 - 3) 재조사 22
- 3. 조사식품의 확인시험법 분석 22
 - 1) 광자극발광법(PSL)에 대한 적용가능성 연구 22
 - 2) 열발광법(TL)에 대한 적용가능성 연구 29
 - 3) 전자스핀공명법(ESR)에 대한 적용가능성 연구 57
- 4. 식품별 확인시험법 적용가능성 요약 84

III. 참고문헌 / 85

IV. 부록 / 89

NATIONAL INSTITUTE OF FOOD AND DRUG SAFETY EVALUATION



조사식품의 분석 지침서Ⅱ

식품조사

(Food Irradiation)

1. 조사식품이란?
2. 식품 조사처리 기준
3. 조사식품의 세부표시 기준
4. 조사식품 확인시험법



식품조사(Food Irradiation)

1. 조사식품이란?

조사식품(照射食品, Irradiated food)이란 식품에 이온화 에너지를 쬐여 식품의 품질을 보존하거나 미생물학적 안전성을 향상시킨 식품을 말한다. 대상이 되는 식품들은 유해 미생물이나 해충이 오염되어 위생적 품질 향상이 필요하거나 저장 기간 연장이 요구되는 식품이다.

2. 식품 조사처리 기준

식품조사(Food Irradiation)처리 기술이란 감마선, 전자선가속기에서 방출되는 에너지를 복사(radiation)의 방식으로 식품에 조사하여 식품 등의 발아억제, 살균, 살충 또는 숙도 조절에 이용하는 기술로, 선종과 사용목적 또는 처리방식(조사)에 따라 감마선 살균, 전자선 살균, 감마선 살충, 전자선 살충, 감마선 조사, 전자선 조사 등으로 구분하거나, 통칭하여 방사선 살균, 방사선 살충, 방사선 조사 등으로 구분할 수 있다.

- 1) 식품조사처리에 이용할 수 있는 선종은 감마선 또는 전자선으로 한다.
- 2) 감마선을 방출하는 선원으로는 ^{60}Co 을 사용할 수 있고, 전자선을 방출하는 선원으로는 전자선 가속기를 이용할 수 있다.
- 3) ^{60}Co 에서 방출되는 감마선 에너지를 사용할 경우 식품조사처리가 허용된 품목별 흡수선량을 초과하지 않도록 하여야 한다.
- 4) 전자선가속기를 이용하여 식품조사처리를 할 경우 10 MeV이하에서 조사처리 하여야 하며, 식품조사처리가 허용된 품목별 흡수선량을 초과하지 않도록 하여야 한다.

5) 식품조사처리는 승인된 원료나 품목 등에 한하여 위생적으로 취급·보관된 경우에만 실시할 수 있으며, 발아억제, 살균, 살충 또는 속도조절이외의 목적으로는 식품조사처리 기술을 사용하여서는 아니 된다.

6) 식품별 조사처리기준은 다음과 같다.

(1) 허용대상 식품별 흡수선량

품목	조사목적	선량(kGy)
감자, 양파, 마늘	발아억제	0.15 이하
밥	살충·발아억제	0.25 이하
생버섯 및 건조버섯	살충·속도조절	1 이하
난분	살균	5 이하
곡류, 두류 및 그 분말	살균·살충	5 이하
전분	살균	5 이하
건조식육	살균	7 이하
어류, 패류, 갑각류 분말	살균	7 이하
된장, 고추장, 간장분말	살균	7 이하
건조채소류	살균	7 이하
효모·효소식품	살균	7 이하
조류식품	살균	7 이하
알로에 분말	살균	7 이하
인삼(홍삼 포함) 제품류	살균	7 이하
건조향신료 및 이들 조제품	살균	10 이하
복합조미식품	살균	10 이하
소스류	살균	10 이하
침출차	살균	10 이하
분말차	살균	10 이하
환자식	살균	10 이하

7) 한번 조사처리한 식품은 다시 조사하여서는 아니 되며 조사식품(Irradiated food)을 원료로 사용하여 제조·가공한 식품도 다시 조사하여서는 아니 된다.





3. 조사식품의 세부표시 기준

1) 표시대상

- (1) 제7조에 따라 방사선 조사가 허용된 식품에 방사선을 조사한 경우(완제품)
- (2) 가목의 식품 중 검지법이 고시된 식품을 원재료로 사용하여 식품을 제조·가공한 경우(방사선 조사한 원재료 사용 식품)

2) 표시방법

(1) 활자크기 및 표시장소

- ① 활자크기(공통사항) : 7포인트 이상으로 표시
- ② 표시장소
 - ㉞ 제1호 가목에 해당하는 완제품의 경우 소비자가 알아보기 쉬운 장소에 표시 사항을 표시
 - ㉟ 제1호 나목에 해당하는 방사선 조사한 원재료를 사용한 식품의 경우 “원재료명 및 함량”란에 그 조사한 내용을 표시

(2) 표시사항

- ① 제1호 가목에 해당하는 완제품의 경우 : 조사처리된 식품임을 나타내는 문구 및 조사도안



- ② 제1호 나목에 해당하는 방사선 조사한 원재료를 사용한 식품의 경우
 - ㉞ 개별 원재료명과 함께 표시 : 원재료명 및 함량 표시란에 해당 원재료명에 괄호로 “방사선조사”로 표시
[예시: “양파(방사선조사)”, “방사선조사마늘” 등]

- ㉞ 방사선조사처리 원재료를 일괄표시
 - ㉠ 방사선 조사처리한 복합원재료 표시 : 방사선 조사한 복합원재료명과 그 원재료명 5개 이상 표시
[예시 : 방사선조사한 ○○복합원재료명(원재료명 5개 이상 표시)]
 - ㉡ 방사선 조사처리한 식품을 일괄표시 : 방사선 조사한 원재료를 괄호로 하여 일괄표시
[예시 : 방사선 조사한 원재료(감자, 마늘, 양파 등)]
 - ㉢ 어떤 원재료가 방사선 조사처리 되었는지 확인하기 어려운 경우에는 “방사선 조사 처리된 원재료 일부 함유” 또는 “일부 원재료 방사선 조사처리” 등의 내용으로 표시할 수 있다.

4. 조사식품 확인시험법

1) 광자극발광법(Photostimulated Luminescence, PSL)

(1) 시험법 적용범위

건조향신료(단, 육두구, 후추, 정향 제외), 고춧가루, 마늘, 양파에 적용한다.

(2) 분석원리

식품에 혼입된 이물질인 광물질의 발광 특성을 이용하는 방법으로서 광물질은 방사선 조사에 의하여 에너지가 저장되고 일정온도의 적외선에 노출되면 에너지를 방출하는데 이때 방출하는 빛의 양을 측정하여 방사선 조사여부를 판정하는 방법이다.

(3) 장치 및 기구

- ① 광자극발광분석장치(PSL system) : 검체 챔버, 광자극원(Stimulation source), 광물질 측정시스템으로 구성된다.
- ② 페트리접시(플라스틱, 지름 50 mm)
- ③ 무균대





(4) 표준검체

- ① 조사검체 : 5~10 kGy사이의 선량으로 방사선 조사된 파프리카분말 250 g
- ② 비조사검체 : 방사선 조사되지 않은 파프리카분말 250 g

(5) 검체조제

- ① 모든 검체조제는 차광조건으로 무균대에서 한다.
- ② 검체는 마늘, 양파의 경우 껍질을 페트리접시에 담을 수 있는 크기로 절단하고, 분말검체 및 기타검체의 경우는 골고루 혼합하여 페트리접시에 바닥이 보이지 않도록 고르게 펼쳐 담는다. 각 검체에 대하여 2개의 검체를 조제한다.

(6) 시험조작

- ① 모든 시험조작은 차광조건에서 한다.
- ② 검체가 담긴 페트리접시를 PSL 기기에 넣어 60초 동안 방출되는 광자를 측정 하며 2개 검체에 대한 측정값들을 최종 측정값으로 한다(예 : 400, 430). 다만, 2개의 측정값 간에 (7)판정이 다를 때에는 4회 추가시험을 하여 총 6회 측정값 중 가장 높은 2회 측정값을 최종 측정값으로 한다.

(7) 판정

- ① 일반적으로 광자극발광법(PSL)은 방사선조사 여부를 스크리닝 할 때 사용하는 방법으로서 측정값이 T_1 (700 count/60초) 미만이면 음성검체(Negative, 방사선이 조사되지 않은 검체)로 판정하고, T_2 (5,000 count/60초) 초과이면 양성검체(Positive, 방사선이 조사된 검체)로 한다.
- ② 측정값이 $T_1 \sim T_2$ 의 값을 나타내면 중간검체(Intermediate, 방사선 조사여부를 판단할 수 없는 검체)로 한다.
- ③ 양성검체와 중간검체는 최종 확인시험으로 열발광법에 따라 시험하여 그 결과의 판정에 따른다.

2) 열발광법(Thermoluminescence, TL)

(1) 시험법 적용범위

- ① 광자극발광법에 따라 판정할 경우 열발광법이 요구되는 대상 식품

② 후추, 육두구, 정향, 밥, 버섯, 감자, 건조채소류, 향신료조제품, 곡류, 두류, 어류 분말, 폐류분말, 갑각류 분말, 된장분말, 고추장분말, 간장분말, 전분, 효모·효소식품, 알로에분말, 인삼(홍삼 포함) 제품류, 복합조미식품, 조류식품, 분말차, 침출차, 소스류, 2종 이상이 혼합된 식품과 광물질(silicate minerals)이 분리가능한 식품에 적용한다.

(2) 분석원리

열발광법(Thermoluminescence, TL)은 식품에 혼입된 이물질인 광물질의 발광 특성을 이용하는 방법으로서 광물질은 방사선 조사에 의하여 에너지가 저장되고 일정온도의 열에 노출되면 에너지를 방출하는데 이때 방출하는 빛의 양을 측정하여 방사선 조사여부를 판정하는 방법이다.

(3) 장치 및 기구

- ① 열발광분석장치(Thermoluminescence detection system)
- ② 측정용기 : 검체측정용 컵(지름 9 mm~10 mm, 두께 0.25~0.5 mm 정도) 또는 스테인리스 디스크
- ③ 초음파장치
- ④ 나일론 여과포(pore size 125 μm 또는 250 μm)
- ⑤ 원심분리기
- ⑥ 건조기 : $50 \pm 5^\circ\text{C}$
- ⑦ 방사선 조사장치(^{60}Co)

(4) 용어의 정의

- ① TL 강도 : 주어진 온도상승률에 따라 온도범위에서 검출된 빛의 양
- ② 글로우곡선(Glow curve) : 온도에 따른 TL 강도의 변화
- ③ 글로우 1(Glow 1) : 광물질로부터 측정한 글로우곡선
- ④ 글로우 2(Glow 2) : 글로우 1을 측정한 광물질에 조사할 선량(일반적으로 1 kGy, 저선량인 감자, 마늘, 양파의 경우 0.25 kGy의 선량을 이용함)으로 재조사(re-irradiation)하고 동일한 조건으로 측정한 글로우곡선





- ⑤ TL 비(TL ratio) : 주어진 온도범위에서 글로우 2의 TL 강도 면적값에 대한 글로우 1의 TL 강도 면적값의 비(글로우 1의 TL 강도 면적값/글로우 2의 TL 강도 면적값) 일반적으로 온도범위는 150~250℃ 범위가 적용되나, 기기가 바뀌거나 명확하지 않을 경우 표준광물질을 사용하여 글로우곡선을 측정하여 온도범위를 설정할 수 있음
- ⑥ 공시험 : 검체 없이 검체조제 과정과 시험조작 과정을 행하는 것
- ⑦ 최저검출한계(Minimum Detectable Integrated TL-intensity Level, MDL) : 공시험 글로우 1의 평균값+(표준편차×3)

(5) 시약 및 시액

- ① 텅스텐산나트륨(Sodium polytungstate) 용액($\text{Na}_6[\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40}] \cdot \text{H}_2\text{O}$) : 텅스텐산나트륨 용액에 증류수를 혼합하여 밀도를 2.0 g/mL로 한다.
- ② 실리콘스프레이
- ③ 염산(HCl) : 1 N, 4 N, 6 N
- ④ 암모니아수(NH_4OH) : 1 N 암모니아수
- ⑤ 아세톤 : 액체크로마토그래프용 또는 이와 동등한 것

(6) 검체조제 : 광물질(Silicate minerals)의 분리

- ① 모든 검체조제는 차광조건에서 한다.
- ② 검체 100 g(단, 소스류 200 g, 2종 이상이 혼합된 식품 300 g, 밤 500 g, 생버섯 500 g, 곡류 500 g, 두류 500 g 등 시료에 혼입된 광물질의 양에 따라 결정)을 증류수 적당량에 넣고 표면에 붙은 광물질이 분리되도록 5분간 초음파 처리한다. 단, 어류분말, 패류분말, 갑각류분말 등이 포함된 경우 검체를 둥근바닥플라스크에 취하고 적당량의 6 N 염산을 넣은 후 100~120℃에서 2~3시간 환류냉각처리를 할 수 있다. 이 경우 냉각시킨 후 적당량의 증류수를 가하여 희석시킨다.
- ③ 검체를 증류수와 함께 나일론 여과포로 500~1,000 mL의 비커를 사용하여 여과하고, 여액을 5분 동안 방치하여 광물질을 침전 시킨 다음 물과 유기물을 제거한다(광물질과 소량의 유기물이 남을 때까지 이 과정을 반복한다). 침전물을 원심분리용기에 옮겨 실온에서 5분 동안 방치하거나, 1분 동안 원심분리(1,000 g) 하여 광물질을 침전 시킨 다음 물을 제거한다.

- ④ 원심분리용기에 남은 광물질에 텅스텐산나트륨 용액 5 mL를 넣어 혼합하고 초음파 처리한 후 2분 동안 원심분리(1,000 g) 한다.
 - ⑤ 증류수 5 mL를 조심스럽게 첨가하여 방치한 후 물과 유기물을 제거한다. 다시 텅스텐산나트륨 용액 5 mL를 넣어 혼합한 후 증류수 3~5 mL를 가하여 정지한 후 물을 제거한다.
 - ⑥ 텅스텐산나트륨 용액을 따라 버리거나 진공펌프를 이용하여 흡입 제거한다.
 - ⑦ 소량 남아 있는 텅스텐산나트륨용액을 제거하기 위하여 증류수 5 mL를 가하여 희석한 후 물을 제거한다. 이 과정을 2회 반복한다.
 - ⑧ 1 N 염산 2 mL를 가하고 10 분간 방치한다. 단, 6 N 염산을 처리 한 경우 이 과정을 생략 한다(광물질의 함량이 많은 감자의 경우 4 N 염산 5 mL 이상을 사용할 수 있다).
 - ⑨ 1 N 암모니아수 2 mL를 가하여 혼합하고 10분간 방치한다. 단, 6 N 염산을 처리한 경우 이 과정을 생략한다.
 - ⑩ 증류수 5 mL를 가하여 세척한 후 제거하는 과정을 2~3회 반복한다.
 - ⑪ 아세톤 5 mL를 가하여 세척하고 제거하는 과정을 2~3회 반복한 후 측정용기에 옮긴다.
- (7) 시험조작
- ① 모든 시험조작은 차광조건에서 한다.
 - ② 측정용기를 증류수로 세척하고 5분간 초음파 처리한 후, 아세톤으로 2~3회 세척하고 다시 5분간 초음파 처리하여 건조시킨 다음 먼지가 없는 곳에 보관한다.
 - ③ (6)검체조제에서 조제된 광물질 약 0.1~5.0 mg을 측정용기에 옮기고 실리콘스프레이를 사용하여 고정시킨 다음 50℃ 건조기에서 16시간 방치한다.
 - ④ TL 측정 조건
 - ㉠ 초기온도 : 50℃
 - ㉡ 온도상승률 : 5℃/초
 - ㉢ 최종온도 : 350~500℃
 - ㉣ 질소(99.999% 이상)





- ⑤ 글로우 1을 측정하고, 1 kGy(혹은 0.25 kGy)로 재조사(re-irradiation)를 실시한 후 글로우 1과 동일한 조건으로 글로우 2를 측정한 후 TL 비를 구한다.
- ⑥ 공시험의 글로우 1을 측정하여 최저검출한계를 구한다.
- ⑦ 글로우 2의 TL 강도 면적값이 최저검출한계의 10배 이상이어야 하며, 미만인 경우에는 시험을 다시 한다.

(8) 판정

- ① 글로우곡선의 모양, 글로우곡선이 나타나는 온도범위 및 TL 비로서 방사선 조사여부를 판정한다.
- ② 방사선 조사되지 않은 검체는 특징적인 글로우곡선을 나타내지 않거나 300℃ 이상에서 자연방사능에 의한 곡선을 나타낸다.
- ③ 방사선 조사된 검체는 150~250℃ 에서 최대강도를 보이는 글로우곡선을 나타낸다.
- ④ TL 비가 0.1이상인 것은 방사선 조사된 것으로, 0.1 미만인 것은 방사선 조사되지 않은 것으로 판정한다. 단, 2개 이상의 원료가 혼합되어 있는 제품의 경우 그 중 1개 또는 그 이상의 원료들이 방사선 조사되었을 때 TL비가 0.1이하로 나타나 조사되지 않은 것으로 보일 수 있으나, 글로우 1의 모양이 방사선 조사된 것으로 나타날 경우 방사선 조사된 것으로 판정한다.

(9) 글로우곡선의 예

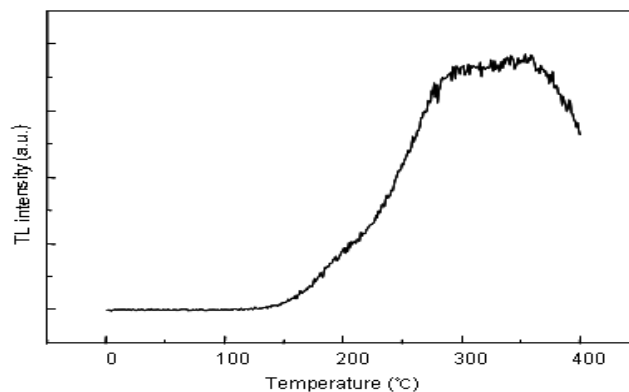


그림 1. 비조사 검체의 글로우곡선

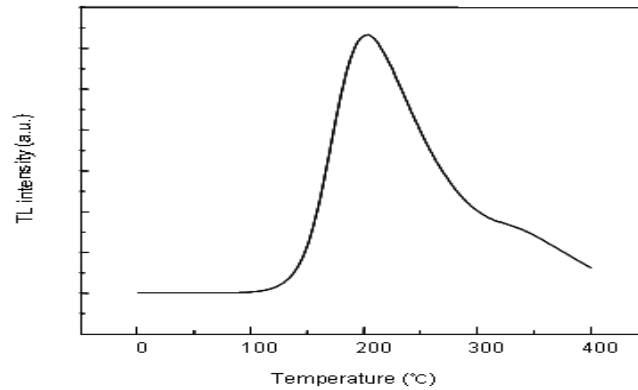


그림 2. 조사된 검체의 글로우곡선

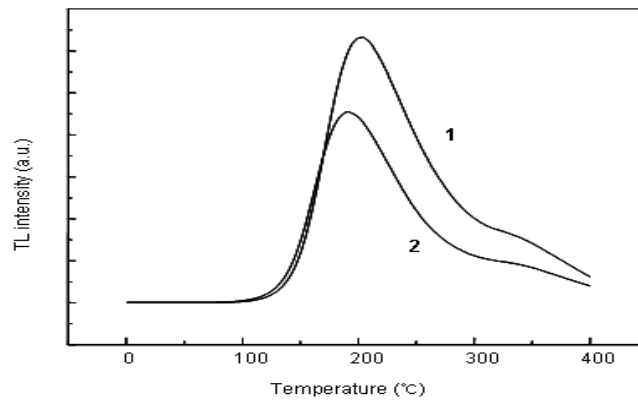


그림 3. 조사 및 재조사된 동일 검체의 글로우곡선
1 : 글로우 1, 2 : 글로우 2(1 kGy로 재조사)

3) 전자스핀공명법(Electron Spin Resonance spectroscopy, ESR)

(1) 시험법 적용범위

- ① 셀룰로오스를 함유한 식품 : 피스타치오 껍질, 쌀기
- ② 결정형 당을 함유한 식품 : 건포도, 건과파야, 건망고, 건무화과
- ③ 뼈를 함유한 식품 : 우육, 돈육, 계육 등 뼈를 함유한 식품





(2) 분석원리

แป้ง, 셀룰로오스 및 결정형 당(crystalline sugar)을 함유한 식품에 잔존하는 방사선 조사로 생긴 자유라디칼(free radical)을 분광학적으로 측정하는 방법으로서, 자장에 의하여 전자가 공명한 후 방출하는 에너지의 차이를 측정하여 방사선 조사여부를 판정하는 방법이다.

(3) 장치

- ① 엑스-대 전자스핀공명분광계(X-band ESR spectrometer) : 자석, 마이크로웨이브 브리지, 콘솔, 공극으로 구성된다.
- ② g 값¹⁾(g value) 측정장치
¹⁾g 값은 고유의 값이며, 가해진 자장과 마이크로웨이브 주파수의 비 [(71,448× 마이크로웨이브 주파수)/(자장)]로 계산됨
- ③ ESR 시험관(석영, 내경 4.0 mm)
- ④ 저울
- ⑤ 진공건조기 또는 동결건조기

(4) 검체조제

- ① แป้ง 함유한 식품
 쌀을 완전히 제거한 แป้ง 동결건조기에서 18시간 이상 또는 40℃의 진공건조기에서 3시간 이상 건조시킨 다음 적당한 조각(예: 두께 3.0~3.5 mm, 길이 5.0~10.0 mm)으로 절단하여 100 mg을 ESR 시험관에 넣는다.
- ② 셀룰로오스를 함유한 식품
 - ㉠ 견과류의 껍질은 적당한 크기(예: 직경 3.0~3.5 mm)로 절단하여 동결건조기에서 6시간 이상 또는 40℃의 진공건조기에서 2시간 이상 건조한 후 100 mg을 ESR 시험관에 넣는다.
 - ㉡ 딸기는 검체 채취 후 바로 검체로 조제하고, 만약 보관 후 조제하고자 하는 경우에는 -18℃에서 보관하여야 한다. 딸기에 물을 가하고 믹서를 이용하여 분쇄한 후 씨를 침전시켜 분리한 다음 동결건조기에서 6시간 이상 또는 40℃의 진공건조기에서 2시간 이상 건조시킨 후 200 mg을 ESR 시험관에 넣는다.

③ 결정형 당을 함유한 식품

건조 과일을 절단하여 동결건조기에서 18시간 이상 또는 40℃의 진공건조기에서 3시간 이상 건조시킨 후 100 mg을 ESR 시험관에 넣는다.

(5) 시험조작

조제된 검체를 넣은 ESR 시험관을 전자스핀공명분광계에 있는 공극에 넣고 각각의 라디칼을 측정할 수 있는 조건으로 측정한다.

① 전자스핀공명분광계의 측정조건

마이크로웨이브 주파수와 자장은 실험에 따라 달라질 수 있다. 예를 들면,

㉠ 뿌를 함유한 검체

㉠ 마이크로웨이브 : 주파수 9.5 GHz, 파워 5~12.5 mW

㉡ 중심자장 : 342 mT

㉢ 셀룰로오스를 함유한 검체

㉠ 마이크로웨이브 : 주파수 9.78 GHz, 파워 0.4~0.8 mW

㉡ 중심자장 : 348 mT

㉣ 결정형 당을 함유한 검체

㉠ 마이크로웨이브 : 주파수 9.78 GHz, 파워 5 mW

㉡ 중심자장 : 348 mT

(6) 판정

① 뿌를 함유한 식품에서 하이드록시아파타이트(hydroxyapatite, $[Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2]$) 유래의 라디칼에 의한 g 값이 2.001~2.003(g_1)과 1.997~1.999(g_2)인 비대칭 신호가 나타나면 방사선 조사된 것으로 판정한다.



그림 4. 비조사 최고기 뿌의 ESR 스펙트럼



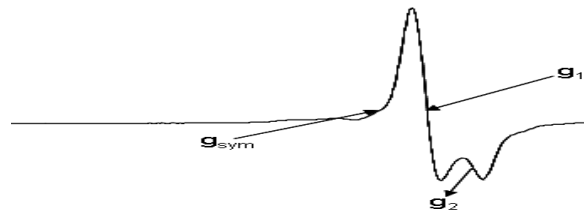


그림 5. 7 kGy의 선량이 조사된 쇠고기 뼈의 ESR 스펙트럼

- ② 셀룰로오스를 함유한 비조사 식품에서 나타나는 중심부의 신호 왼쪽(저자장)과 오른쪽(고자장)에 셀룰로오스 라디칼에 의해서 생성되는 한쌍의 피크가 6.0 mT의 공간을 두고 나타나면 방사선 조사된 것으로 판정한다.



그림 6. 비조사 피스타치오의 ESR 스펙트럼

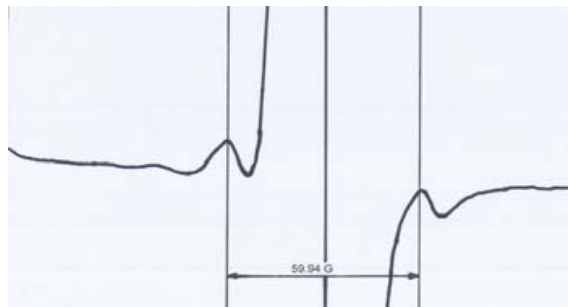


그림 7. 1 kGy의 선량이 조사된 피스타치오의 ESR 스펙트럼

- ③ 결정형 당을 함유한 비조사 식품에서 보이지 않던 다성분(multi component) ESR 신호(signal 1, 2, 3.....)가 나타나면 방사선 조사된 것으로 판정한다.

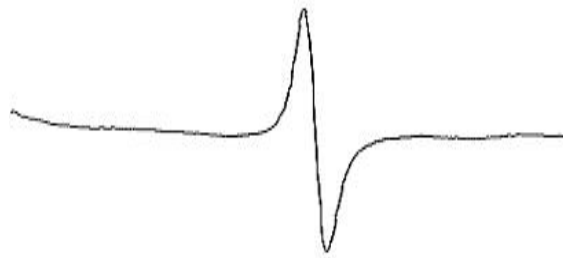


그림 8. 비조사 건포도의 ESR 스펙트럼

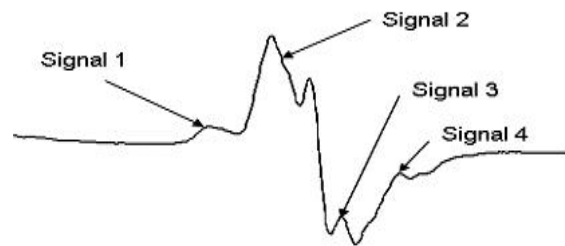


그림 9. 1 kGy의 선량이 조사된 건포도의 ESR 스펙트럼

4) 기체크로마토그래프/질량분석법(Gas Chromatography/Mass Spectrometry, GC/MS)

(1) 시험법 적용범위

식육, 난분 등 지방함유 식품

(2) 분석원리

기체크로마토그래프/질량분석법(Gas chromatography/Mass spectrometry)은 지방질 식품에서 방사선 조사로 생성된 탄화수소(원래의 지방산보다 탄소수가 1개 적거나, 2개 적으면서 첫 번째 탄소위치에 새로운 이중결합을 가진 탄화수소)를 측정하여 방사선 조사여부를 판정하는 방법이다.





(3) 장치

- ① 기체크로마토그래프 · 질량분석기(GC/MS)
- ② 분쇄기
- ③ 원심분리기
- ④ 감압회전농축기

(4) 시약 및 시액

- ① 탄화수소 표준용액 : 탄화수소 표준품[1-테트라데센($C_{14:1}$), 펜타데칸($C_{15:0}$), 1-헥사데센($C_{16:1}$), 헵타데칸($C_{17:0}$), 8-헵타데센($C_{17:1}$), 1,7-헥사데카디엔($C_{16:2}$)]을 헥산에 녹여 $4 \mu\text{g/mL}$ 가 되게 한다.
- ② 내부표준용액 : n-에이코산 표준품(n-eicosane, $C_{20:0}$)을 헥산에 녹여 $4 \mu\text{g/mL}$ 가 되게 한다.
- ③ 정제칼럼 : Florisil을 충전한 유리칼럼, Florisil SPE 카트리지(충진제 : Florisil 10 g, 용량 : 35 mL) 또는 이와 동등한 것
- ㉞ 유리칼럼에 Florisil을 충전하는 방법 : Florisil(60~100 mesh)을 550°C 에서 5시간 이상 태워 상온에서 식힌 후 3% 물(물 3 g/ Florisil 100 g)을 가한 뒤 균질화 하고 이를 12시간 이상 방치 후 불활성화 시킨다. 불활성화 시킨 Florisil 20~25 g을 유리 칼럼(20 mm × 200 mm)에 충전 시켜 사용한다.
- ④ 헥산 : HPLC용 또는 이와 동등한 것

(5) 시험용액의 조제

① 지방추출

㉞ 열처리 추출법

검체(식육 등)에서 지방이 많은 부위를 취하여 균질화 시킨 후 50 g을 100 mL 원심분리용 유리관에 담고 50°C 의 수조에서 가열한다. 이때 소량의 물(2~5 mL)을 첨가하면 물과 지방이 쉽게 분리된다. 지방이 완전히 녹을 때까지 유리막대로 잘 저어준 다음 물과 지방을 분리하기 위하여 원심분리(900 g, 10분)하고 물층이 혼입되지 않도록 상층액을 취한다. 만약에 추출한 지방이 적을 때는 검체를 유리막대로 저은 다음 원심분리하여 위와 동일한 방법으로 추출하여 지방을 얻는다.

㉞ 용매 추출법

검체(건조식육 등) 60 g에 무수황산나트륨 70 g을 첨가하여 분쇄하고 헥산 300 mL을 가하여 잘 혼합한 후 원심분리(900 g, 5분) 한다. 원심분리 후 상층액을 취하여 감압농축기로 농축(40℃, 335 mbar)하여 지방을 얻는다. 만약에 추출한 지방이 적을 때는 헥산 100 mL를 가한 후 위와 동일한 방법으로 추출하여 지방을 추가로 얻는다.

㉟ 탄화수소의 분리 정제

㉞ Florisil 칼럼 정제 : 추출한 지방 1 g에 내부표준용액 1 mL를 첨가하여 Florisil 유리칼럼에 가한다. 헥산 60 mL를 사용하여 3 mL/분의 유속으로 용출시켜 2 mL가 될 때까지 감압농축기로 농축한(40℃, 335 mbar) 후 0.5 mL까지 질소로 농축하여 기체크로마토그래프의 시험용액으로 한다.

㉟ SPE 카트리지 정제 : 추출한 지방 1 g에 내부표준용액 1 mL를 첨가하여 헥산으로 활성화시킨 Florisil SPE 카트리지에 가한다. 헥산 30 mL를 사용하여 2 mL가 될 때까지 회전농축기로 농축한(40℃, 335 mbar) 후 0.5 mL까지 질소로 농축하여 기체크로마토그래프의 시험용액으로 한다.

(6) 시험조작

㉠ 기체크로마토그래프의 측정조건

㉞ 칼럼 : DB-5 column(30 m×0.32 mm ID, 0.25 μm) 또는 이와 동등한 것

㉟ 주입부 : Split ratio 1:20, 250℃

㊱ 캐리어가스 및 유량 : 헬륨, 1.0 mL/min

㊲ 오븐온도 : 60℃ 에서 25℃/min 속도로 170℃ 까지 승온하고, 2℃/min 속도로 205℃ 까지 승온하며, 10℃/min 속도로 270℃ 까지 승온한다.

㊳ 이온화방식 : Electron impact

㊴ 이온화에너지: 70 eV

㊵ 분석할 분자량 범위: 40-350





(7) 정성시험

탄화수소는 크로마토그램상(Total ionization chromatogram)에 분리된 각 피크와 표준 물질[1-테트라데센($C_{14:1}$), 펜타데칸($C_{15:0}$), 1-헥사데센($C_{16:1}$), 헵타데칸($C_{17:0}$), 8-헵타데센($C_{17:1}$), 1,7-헥사데카디엔($C_{16:2}$)]의 머무름시간(retention time)과 질량스펙트럼(mass spectrum)을 비교하여 확인한다.

(8) 판정

지방을 방사선 조사시키면 2 가지 형태의 탄화수소(C_{n-1} 탄화수소와 $C_{n-2:1}$ 탄화수소)가 생성되는데 이들의 존재여부로서 방사선 조사여부를 판단하며, 식육 등의 경우 검지마커인 8-heptadecene($C_{17:1}$), 1,7-hexadecadiene($C_{16:2}$)이 존재하면, 난분의 경우 1,7-hexadecadiene($C_{16:2}$)이 존재하면 방사선 조사된 것으로 판단한다.



조사식품의 분석 지침서Ⅱ

조사식품의 품목 조사처리선종 시험법별 분석

1. “2014년 확인시험법 적용 연구”
대상품목
2. 조사처리
3. 조사식품의 확인시험법 분석
4. 식품별 확인시험법 적용가능성 요약



II

조사식품의 품목 조사처리선종 시험법별 분석

1. “2014년 확인시험법 적용 연구” 대상품목

1) 품목 현황

표 1. 대상품목(50종) 및 조사선량

식품군		조사선량 (kGy)			식품군		조사선량 (kGy)		
감자 및 전분류	감자	0	0.1	0.2	채소류	고추	0	1	3
	고구마	0	0.1	0.2		과	0	1	3
	칩(건조)	0	5	10		토마토	0	1	3
견과종실류	도토리분말	0	3	5		시금치	0	1	3
	아몬드	0	3	5		무	0	1	3
	땅콩	0	3	5		생강	0	1	3
	호두	0	3	5		브로콜리	0	1	3
	잣	0	3	5		배추	0	1	3
	캐슈넛	0	3	5		마늘	0	0.1	0.2
	마카다미아	0	3	5		양파	0	0.1	0.2
	참깨	0	3	5		아스파라거스	0	1	3
	들깨	0	3	5		당근	0	1	3
	호박씨	0	3	5		도라지	0	1	3
해바라기씨	0	3	5	건망고	0	3	5		
어패류	건새우	0	4	7	람부탄(냉동)	0	1	3	
	귀치포	0	4	7	굴	0	1	3	
	황태채	0	4	7	사과	0	1	3	
	건한치	0	4	7	곶감(건시)	0	3	5	
	건오징어	0	4	7	건포도	0	3	5	
	건멸치	0	4	7	딸기	0	1	3	
해조류	건미역	0	4	7	건복분자	0	3	5	
	건다시마	0	4	7	건오미자	0	3	5	
건조향신료	후추	0	5	10	음료류	코코아분말	0	1	3
다류(침출차)	메밀차	0	5	10		커피콩(생두)	0	3	5
	보이차	0	5	10	우유류	분유	0	1	3

표 2. 대상품목의 가공유무, 원료혼합 여부 및 원산지

품목	원산지	가공여부	원료혼합여부	품목	원산지	가공여부	원료혼합여부
감자	국내산	X	X	고추	국내산	X	X
고구마	국내산	X	X	과	국내산	X	X
قم(건조)	국내산	X	X	토마토	국내산	X	X
도토리분말	국내산	○	○	시금치	국내산	X	X
아몬드	수입(미국)	○	X	무	국내산	X	X
땅콩	국내산	X	X	생강	국내산	X	X
호두	수입(미국)	○	X	브로콜리	국내산	X	X
잣	국내산	○	X	배추	국내산	X	X
캐슈넛	수입(인도)	○	X	마늘	국내산	X	X
마카다미아	수입(호주)	○	X	양파	국내산	X	X
참깨	수입(인도)	○	X	아스파라거스	수입(태국)	X	X
들깨	국내산	○	X	당근	국내산	X	X
호박씨	수입(중국)	○	X	도라지	국내산	X	X
해바라기씨	수입(미국)	○	X	건망고	수입(필리핀)	○	○
견세우	국내산	○	X	람부탄(냉동)	수입(태국)	○	X
퀴치포	수입(베트남)	○	○	굴	국내산	X	X
황태채	수입(러시아)	○	X	사과	국내산	X	X
견한치	수입(베트남)	○	X	꽃감(건시)	국내산	○	X
견오징어	국내산	○	X	견포도	수입(미국)	X	○
견멸치	국내산	○	X	딸기	국내산	X	X
견미역	국내산	○	X	견복분자	국내산	○	X
견다시마	국내산	○	X	견오미자	국내산	○	X
후추	수입 (말레이시아)	○	X	코코아분말	수입(미국)	○	X
메밀차	국내산	○	X	커피콩(생두)	수입(케냐)	X	X
보이차	수입(중국)	○	X	분유	수입산	○	○



2. 조사처리

1) 감마선 조사

- 감마선 조사는 한국원자력연구원 첨단방사선연구소(정읍) ^{60}Co 감마선 조사 시설(AECL, IR-79., MDS Nordion International Co. Ltd., Ottawa, On, Canada)을 이용하여 설정한 선량에 따라 조사하였다. 감마선 실험 선량은 해당 품목 허용 국가의 최대 허용 선량을 기준으로, 최대허용선량, 그 중간선량으로 설정하여 진행하였다.

2) 전자선 조사

- 전자선 조사는 ELV4-electron accelerator(Energy 2.5 MeV, beam power 40, EB tech, Daejeon, Republic of Korea) 전자선 조사장치를 이용하여 설정한 선량에 따라 조사하였다. 전자선 실험 선량은 해당 품목 허용 국가의 최대 허용 선량을 기준으로, 최대허용선량, 그 중간선량으로 설정하여 진행하였다.

3) 재조사

- TL 시험법에서 재조사는 감마선 조사, 전자선 조사처리와 마찬가지로 감마선 조사 시설(AECL, IR-79., MDS Nordion International Co. Ltd., Ottawa, On, Canada), ELV4-electron accelerator(Energy 2.5 MeV, beam power 40, EB tech, Daejeon, Republic of Korea) 전자선 조사장치를 이용하였고, 저선량 조사한 감자, 고구마, 양파, 마늘의 경우 0.25 kGy, 그 외 품목은 1 kGy 재조사 하였다.

3. 조사식품의 확인시험법 분석

1) 광자극발광법(PSL)에 대한 적용가능성 연구

- 감마선 및 전자선 조사처리에 따른 서류, 견과종실류, 어패류, 해조류 등 50품목에 대한 PSL 시험법 적용 연구를 수행하였다. 각 시료는 감자, 고구마, 귤, 땅콩 등의 경우에는 껍질을 분리 및 절단하고, 분말 및 기타시료의 경우는 페트리접시의 바닥이 보이지 않을 정도로 고르게 펼쳐 담아 sampling하였다. 암실 조건에서 각각 2반복

측정하였으며 판정결과가 상이할 경우 4회 추가 측정하여 총 6회의 측정값 중 가장 높은 2회 측정값을 선정하여 판정결과로 활용하였다.

- 각 시료의 PSL 측정 결과를 표 3과 같다. 대부분의 비조사 시료의 경우에는 700 photon counts(PCs) 이하의 값을 나타내어 비조사 시료로 판정이 가능하였으며 도라지의 경우에는 비조사 시료에서 700에서 5,000 PCs 사이의 값으로 측정되어 Intermediate로 판정되었으며, 이는 TL 분석법 등 추가 시험법을 활용하여 보다 정확한 판정이 필요할 것으로 판단되었다.
- 감마선 또는 전자선 조사된 감자, 배추, 시금치, 당근, 무, 사과, 도라지, 생강, 건포도, 들깨, 땅콩, 참깨, 건복분자, 건오미자, 커피콩, 찹(건조), 건미역, 건새우, 건다시마의 경우 모두 5,000 PCs 이상의 값이 측정되어 조사선원과 관계없이 PSL 시험법 적용이 가능한 것으로 보여졌다.
- 그 외 조사처리 된 시료의 경우 Positive 또는 Negative, Intermediate로 판정되어 TL 분석법 등 추가 시험법을 활용하여 보다 정확한 판정이 필요할 것으로 보였다.
- 특히 양파, 토마토, 아스파라거스의 경우에는 감마선 조사처리 되었을 때 전자선 조사처리 되었을 때보다 PSL 측정이 더욱 가능한 것으로 나타났고, 아몬드, 호박씨, 캐슈넛의 경우 전자선 조사처리 한 경우가 감마선 조사처리 하였을 때보다 PSL 측정이 더욱 가능한 결과를 보였다. 이는 같은 조사선량으로 처리되었더라도 시료의 미네랄 함량, 가공정도 등에 따라 결과가 상이할 수 있기 때문이라 사료되며, PSL 시험법 적용에 대한 조사선원에 따른 특이적인 차이는 나타나지 않았다.
- 감마선 또는 전자선 조사처리 된 후추, 메밀차, 보이차, 건망고, 코코아, 분유의 경우 모두 700 PCs 이하의 값으로 측정되어 PSL 시험법 적용이 매우 낮은 것으로 보였으며 이로서 조사처리식품의 확인시험법으로 PSL 시험법의 경우 screening 방법으로서 적용이 가능할 것이라 판단되었다.

표 3. PSL photon counts of irradiated samples by gamma ray and electron beam

Sample	Radiation source	PSL photon counts(counts/60 sec) ¹⁾								
		0 kGy		judgment	0.1 kGy		judgment	0.2 kGy		judgment
감자	γ-ray	257	345	N	34694	24523	P	65376	60627	P
	E-beam				42340	48535	P	53744	60131	P
고구마	γ-ray	252	304	N	2937	3763	I	15785	6367	P
	E-beam				3580	3903	I	10382	12390	P
마늘	γ-ray	267	244	N	1041	3237	I	1354	3480	I
	E-beam				2044	1879	I	2292	3663	I
양파	γ-ray	367	283	N	1221	1988	I	976	1286	I
	E-beam				424	681	N	705	712	I
		0 kGy		judgment	1 kGy		judgment	3 kGy		judgment
굴	γ-ray	227	348	N	573	474	N	944	940	I
	E-beam				564	642	N	718	924	I
딸기	γ-ray	235	270	N	1016	1058	I	1531	1235	I
	E-beam				1019	1030	I	2086	1368	I
배추	γ-ray	290	264	N	53681	55584	P	185821	160220	P
	E-beam				15954	16337	P	61636	57825	P
고추	γ-ray	253	283	N	555	465	N	1035	1179	I
	E-beam				410	477	N	2847	1555	I
시금치	γ-ray	275	392	N	78589	85529	P	287940	355495	P
	E-beam				6151	10616	P	106963	437965	P
람부탄(냉동)	γ-ray	236	260	N	445	470	N	947	859	I
	E-beam				587	574	N	1382	1843	I
당근	γ-ray	511	694	N	169079	582028	P	400693	521038	P
	E-beam				344591	690151	P	442351	475057	P



표 3. PSL photon counts of irradiated samples by gamma ray and electron beam(Cont.)

		0 kGy		judgment	1 kGy		judgment	3 kGy		judgment
		무	γ -ray	507	294	N	370560	641651	P	196690
	E-beam	36827	48917				P	159347	112136	P
과	γ -ray	446	450	N	481073	393642	P	713653	806750	P
	E-beam				494909	623280	P	645487	591579	P
사과	γ -ray	309	314	N	5224	9022	P	16299	12789	P
	E-beam				5755	12612	P	8741	6573	P
도라지	γ -ray	1598	1023	I	157920	438604	P	188055	210191	P
	E-beam				125982	439814	P	218515	262111	P
토마토	γ -ray	207	243	N	355	304	N	905	1075	I
	E-beam				404	412	N	543	520	N
생강	γ -ray	628	338	N	256403	187194	P	760202	755651	P
	E-beam				467084	426316	P	544078	486320	P
브로콜리	γ -ray	295	294	N	1130	782	I	869	783	I
	E-beam				930	848	I	800	1041	I
아스파라거스	γ -ray	246	318	N	769	702	I	460	453	N
	E-beam				464	485	N	476	480	N
코코아분말	γ -ray	225	242	N	292	279	N	380	357	N
	E-beam				271	355	N	317	316	N
분유	γ -ray	271	249	N	272	250	N	278	323	N
	E-beam				257	242	N	307	276	N

표 3. PSL photon counts of irradiated samples by gamma ray and electron beam(Cont.)

		0 kGy		judgment	3 kGy		judgment	5 kGy		judgment
도토리분말	γ -ray	241	310	N	2869	4204	I	10221	6380	P
	E-beam				2550	3281		I	9398	
아몬드	γ -ray	258	326	N	484	441	N	3517	4249	I
	E-beam				3042	2785		I	2926	
건포도	γ -ray	274	254	N	7477	6869	P	6043	6394	P
	E-beam				8078	8258		P	8863	
건망고	γ -ray	231	281	N	294	290	N	261	261	N
	E-beam				665	567		N	300	
들깨	γ -ray	290	297	N	10052	10329	P	13658	13591	P
	E-beam				10252	15683		P	17320	
호박씨	γ -ray	303	318	N	564	671	N	391	611	N
	E-beam				558	646		N	902	
해마라기씨	γ -ray	248	324	N	3565	3675	I	3376	4903	I
	E-beam				3007	3437		I	4768	
땅콩	γ -ray	289	257	N	9312	14212	P	23862	28744	P
	E-beam				27055	11881		P	36682	
호두	γ -ray	295	304	N	981	911	I	2140	2316	I
	E-beam				1395	1373		I	2226	
참깨	γ -ray	325	428	N	61808	61879	P	74092	69072	P
	E-beam				61472	69113		P	67349	
건복분자	γ -ray	258	247	N	12897	11404	P	30050	18350	P
	E-beam				20442	13845		P	15574	
건오미자	γ -ray	267	265	N	16786	18635	P	20739	20866	P
	E-beam				10690	10330		P	48175	



표 3. PSL photon counts of irradiated samples by gamma ray and electron beam(Cont.)

		0 kGy		judgment	3 kGy		judgment	5 kGy		judgment
커피콩	γ-ray	265	290	N	5901	8401	P	6103	7389	P
	E-beam				5966	6415	P	17894	8760	P
잣	γ-ray	255	364	N	3352	1241	I	8139	5333	P
	E-beam				1473	2388	I	3638	5508	P
캐슈넛	γ-ray	397	256	N	4626	4765	I	9051	16687	P
	E-beam				5158	5574	P	15423	12880	P
마카다미아	γ-ray	298	249	N	434	580	N	765	952	I
	E-beam				377	442	N	529	437	N
곶감	γ-ray	276	284	N	1789	1020	I	1278	1413	I
	E-beam				4227	735	I	1419	3388	I
		0 kGy		judgment	5 kGy		judgment	10 kGy		judgment
참(건조)	γ-ray	239	377	N	14335	5493	P	10151	6459	P
	E-beam				30837	42033	P	14397	14585	P
후추	γ-ray	257	288	N	255	595	N	329	432	N
	E-beam				297	401	N	338	571	N
메밀차	γ-ray	294	256	N	338	278	N	559	481	N
	E-beam				461	586	N	664	517	N
보이차	γ-ray	244	268	N	430	474	N	454	493	N
	E-beam				366	466	N	456	529	N
		0 kGy		judgment	4 kGy		judgment	7 kGy		judgment
건미역	γ-ray	268	256	N	267688	206348	P	331485	342612	P
	E-beam				242705	233590	P	201589	238669	P
건새우	γ-ray	241	316	N	18735	42377	P	37480	51755	P
	E-beam				16641	31326	P	16692	49765	P

표 3. PSL photon counts of irradiated samples by gamma ray and electron beam(Cont.)

		0 kGy		judgment	4 kGy		judgment	7 kGy		judgment
건멸치	γ-ray	225	233	N	10791	730	I	2275	1535	I
	E-beam				1838	1484		1561	1664	
귀치포	γ-ray	168	321	N	1926	2301	I	2537	2054	I
	E-beam				1824	2846		4333	2906	
황태채	γ-ray	225	275	N	1300	2162	I	2251	1400	I
	E-beam				1461	1262		1317	1270	
건한치	γ-ray	281	334	N	1013	755	I	1468	2681	I
	E-beam				1193	782		1837	2122	
건오징어	γ-ray	217	270	N	2668	1021	I	1879	1327	I
	E-beam				1979	1375		752	850	
건다시마	γ-ray	315	283	N	258738	119589	P	203450	177405	P
	E-beam				280821	293148		211285	258615	

¹⁾Threshold value: $T_1=700$ (nonirradiated), $T_2=5,000$ (irradiated), (N) $<T_1$, $T_1<(I)<T_2$, (P) $>T_2$.



2) 열발광법(TL)에 대한 적용가능성 연구

- 감마선 및 전자선 조사처리에 따른 서류, 견과종실류, 어패류, 해조류 등 50품목에 대한 TL 시험법 적용 가능성을 확인하였으며 증류수를 이용하여 각 시료에서 분리한 미네랄을 TLD 기기로 측정된 TL glow curve 1(TL₁)을 그림 10에 나타내었다. 또한 normalization을 위해 TL₁ 측정 후 재조사하여 TL₂를 측정하고, TL₁과 TL₂를 이용하여 TL ratio(TL₁/TL₂)를 산출한 값을 표 4에 나타내었다. 또한, 측정 결과의 신뢰성을 더하기 위해 최저검출한계(Minimum Detectable Integrated TL-intensity Level, MDL)를 산출하였으며, 880 a.u.로 나타났다. 모든 시료의 TL₂를 측정된 면적 값이 MDL의 10배 이상으로 나타나 신뢰성을 확인할 수 있었다.
- 모든 비조사 시료의 경우 TL glow curve 1에서 특이적인 peak가 나타나지 않거나, 300℃ 이상의 온도범위에서 자연방사선에 의한 peak가 나타났다. 또한 대부분의 조사시료에서는 150-250℃ 온도범위 내에서 최고 peak를 나타내어 조사여부 확인이 가능하였으나, 감마선 또는 전자선 조사처리 된 마카다미아와 분유의 경우 특이적인 TL glow curve가 나타나지 않아 TL 시험법 적용이 불가능한 것으로 보여졌다.
- TL₁과 TL₂의 면적 비를 이용하여 TL ratio를 산출한 결과, 모든 비조사 시료는 0.1 이하의 값으로 나타났으며, TL glow curve 1의 모양에서 확인한바와 동일하게 비조사 판정을 내릴 수 있었다. 대부분의 조사처리 된 시료의 TL ratio는 0.1 이상으로 나타나 조사처리 확인 및 TL 시험법 적용이 가능할 것으로 나타났다.
- 하지만 전자선 또는 감마선 조사처리 된 감자, 잣, 참깨 등 일부시료에서는 TL ratio 값이 0.1 이하로 나타나 TL glow curve에서 확인한바와 다르게 조사처리여부 확인에 어려움이 있어 적용 가능성이 낮았다. 특히 마카다미아, 분유의 TL ratio 산출 결과 0.1 이상으로 나타났으나 TL glow curve 1에서 나타난 peak 온도범위를 고려할 때, TL 시험법 적용 가능성이 매우 낮을 것으로 판단되었다.
- 잣, 토마토, 생강, 양파, 참깨의 TL ratio 산출 결과 전자선 조사처리가 감마선을 처리 하였을 때보다 적용 가능성이 높은 것으로 나타났고 해바라기씨, 무, 귤, 사과에서는 감마선 조사처리가 전자선 조사처리 하였을 때보다 TL 시험법 적용 가능성이 높은 것으로 보여졌다. 이러한 차이는 조사처리 선원에 따른 차이보다는 개별 시료의 미네랄 함량, 저선량 조사처리, 가공정도 등에 따른 차이에서 비롯된 결과로 보였다.

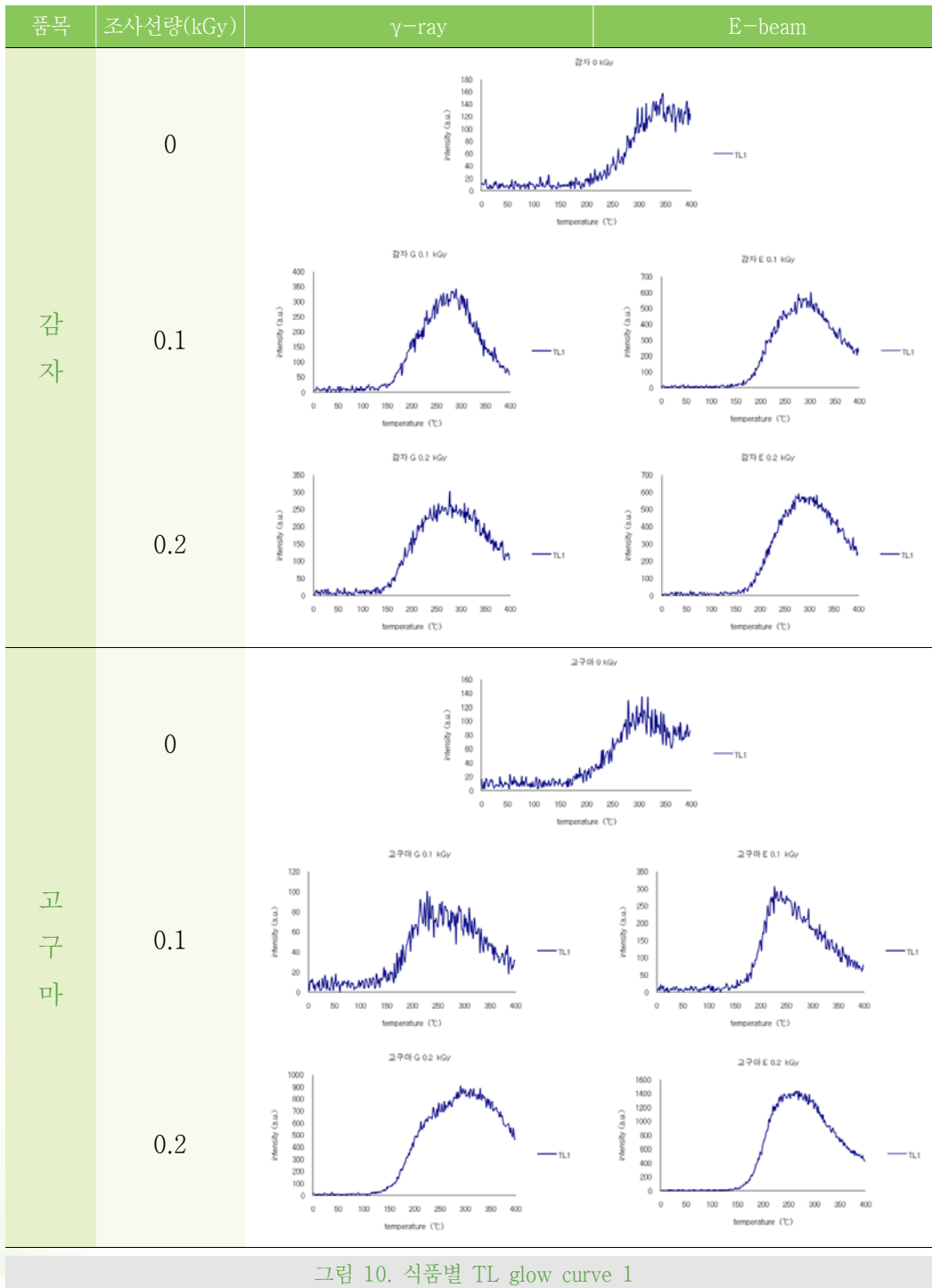


그림 10. 식품별 TL glow curve 1

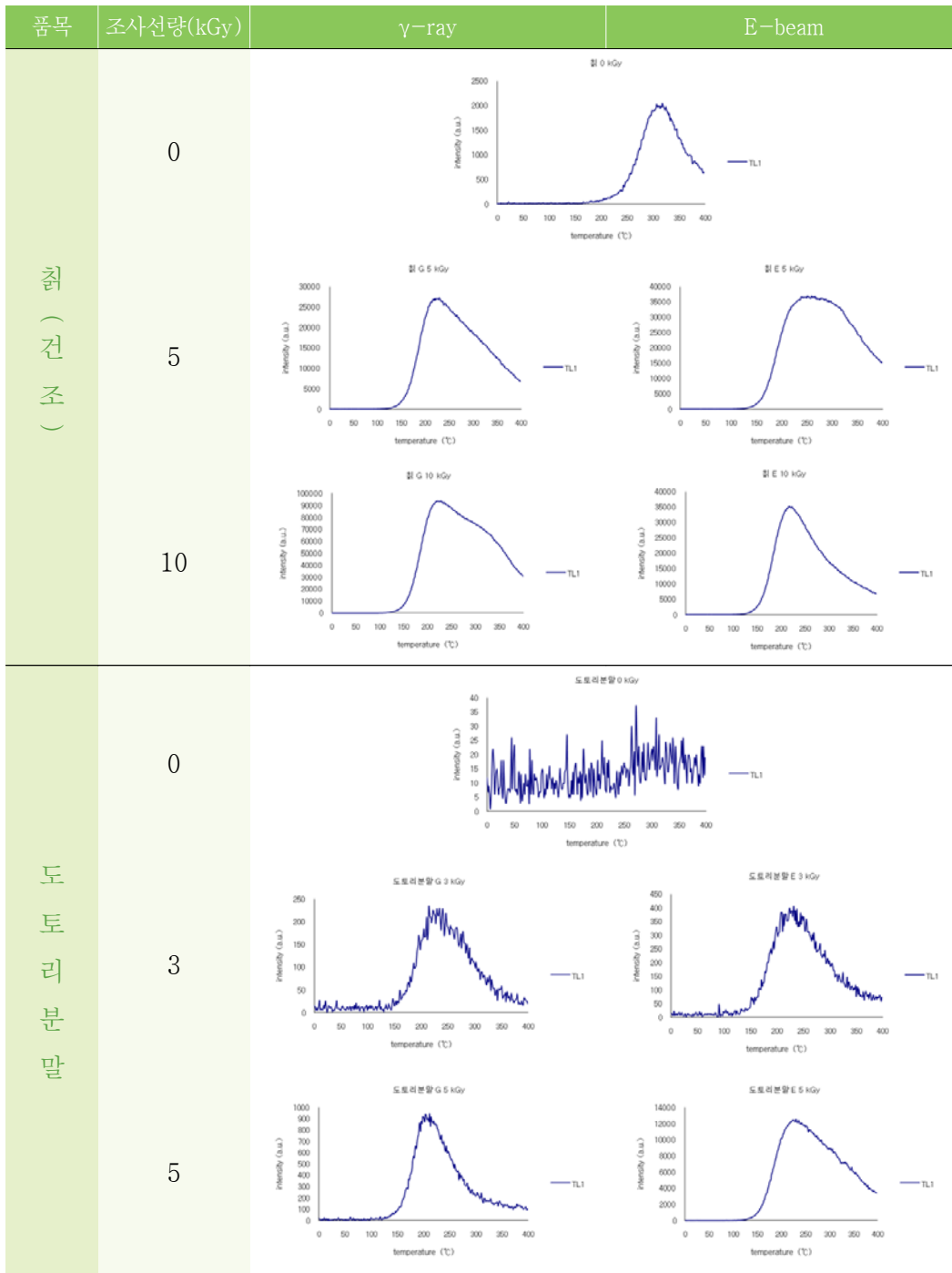


그림 10. 식품별 TL glow curve 1(Cont.)

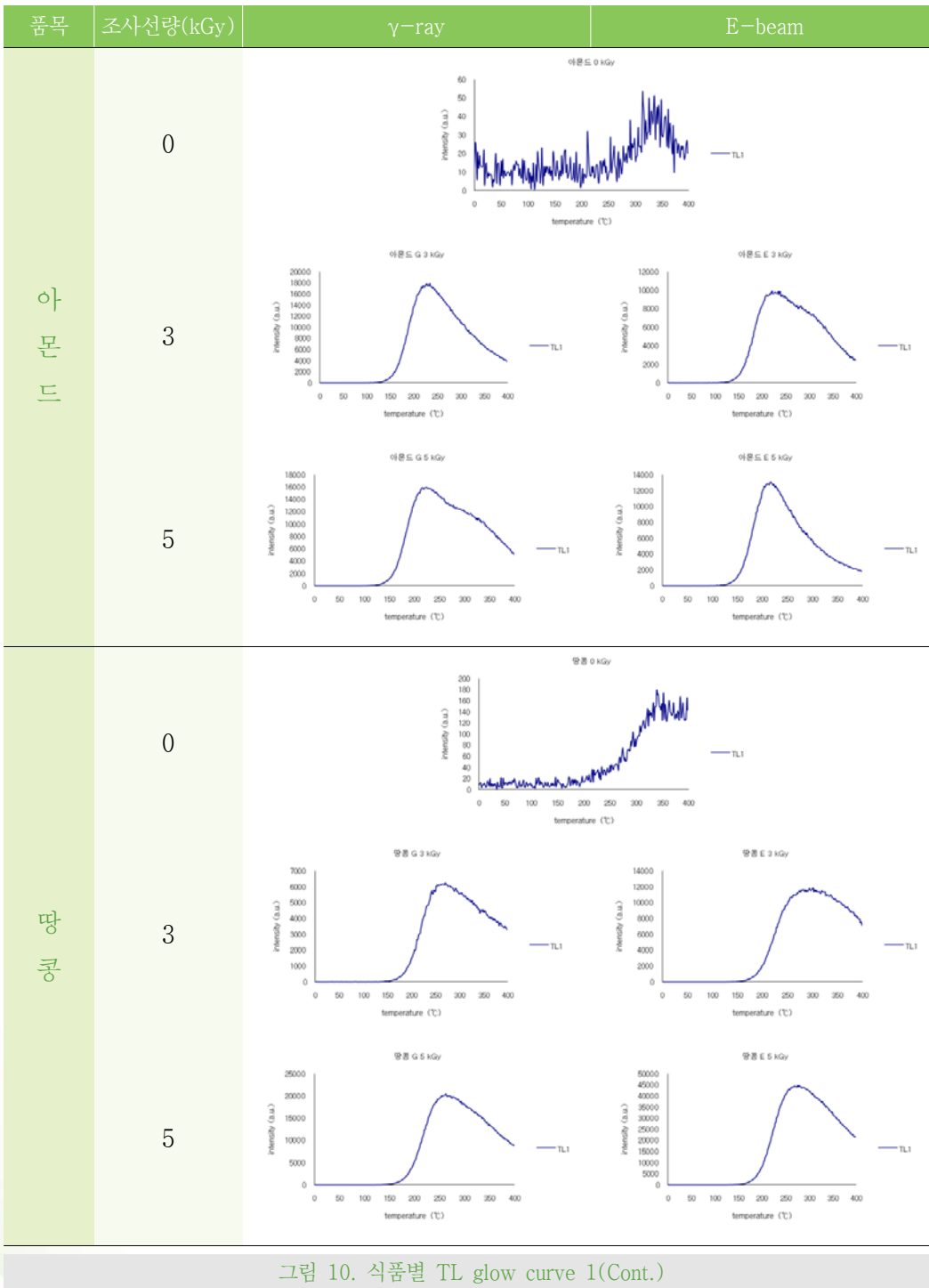


그림 10. 식품별 TL glow curve 1(Cont.)

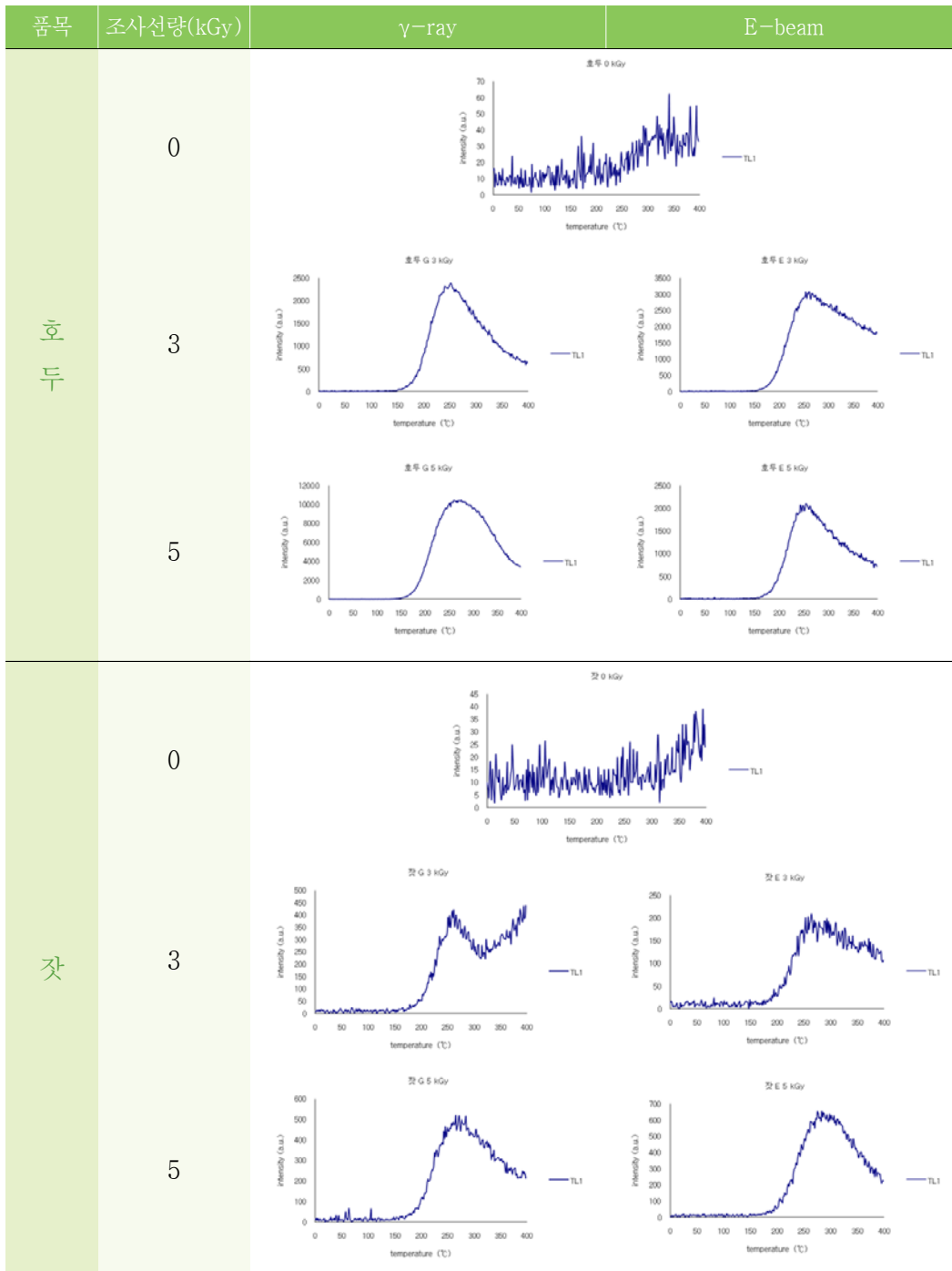


그림 10. 식품별 TL glow curve 1(Cont.)

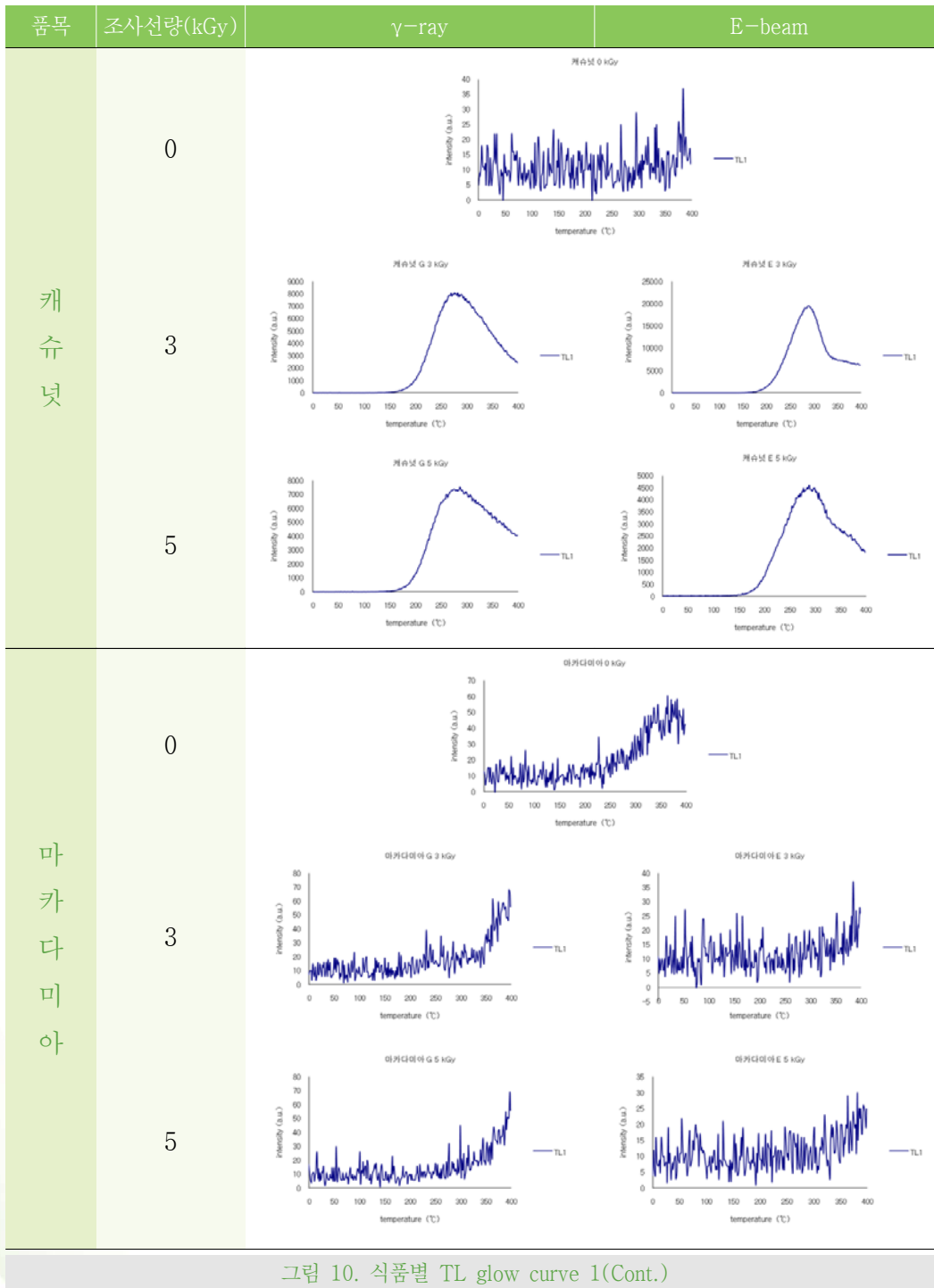


그림 10. 식품별 TL glow curve 1(Cont.)

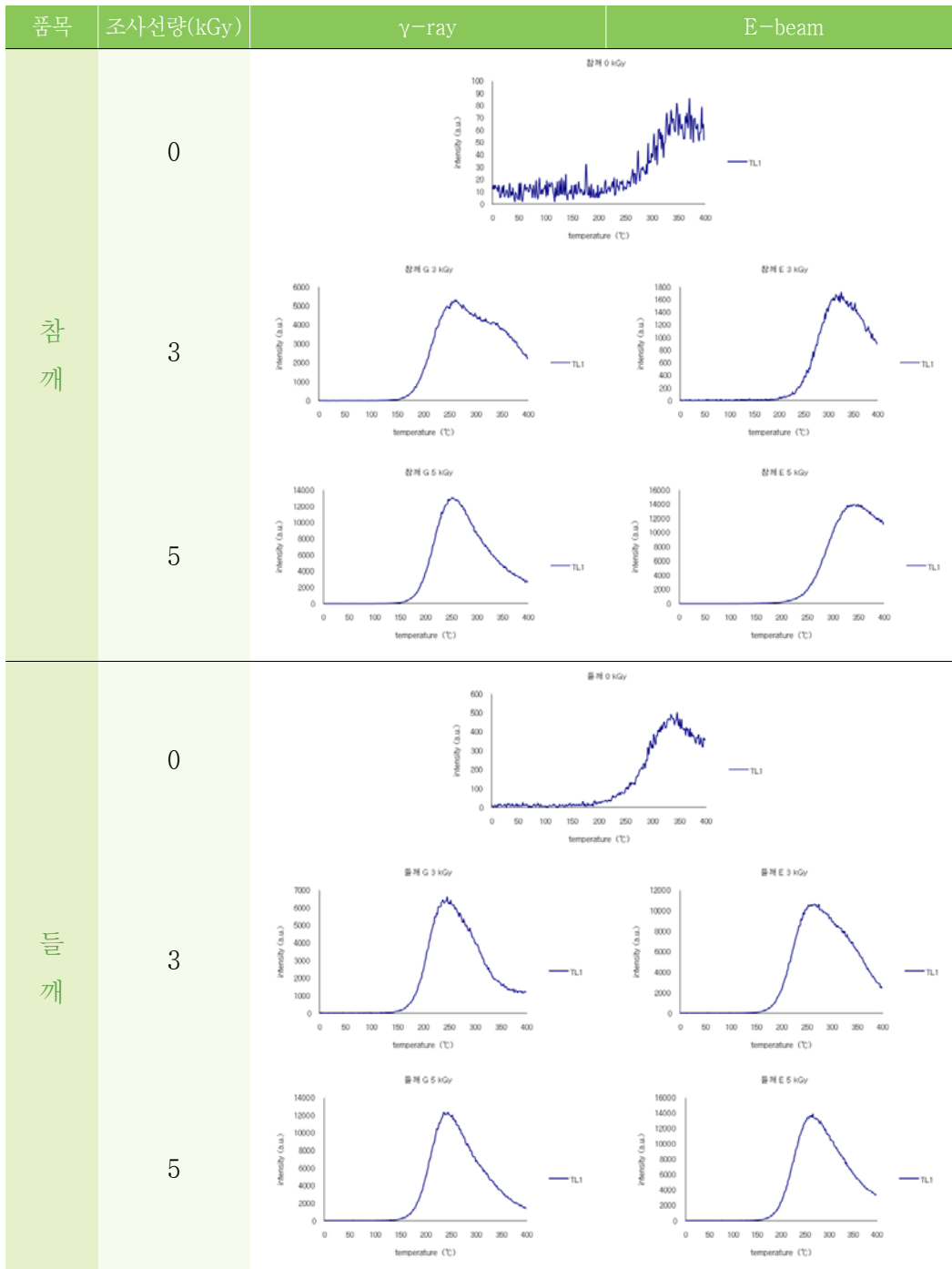


그림 10. 식품별 TL glow curve 1(Cont.)

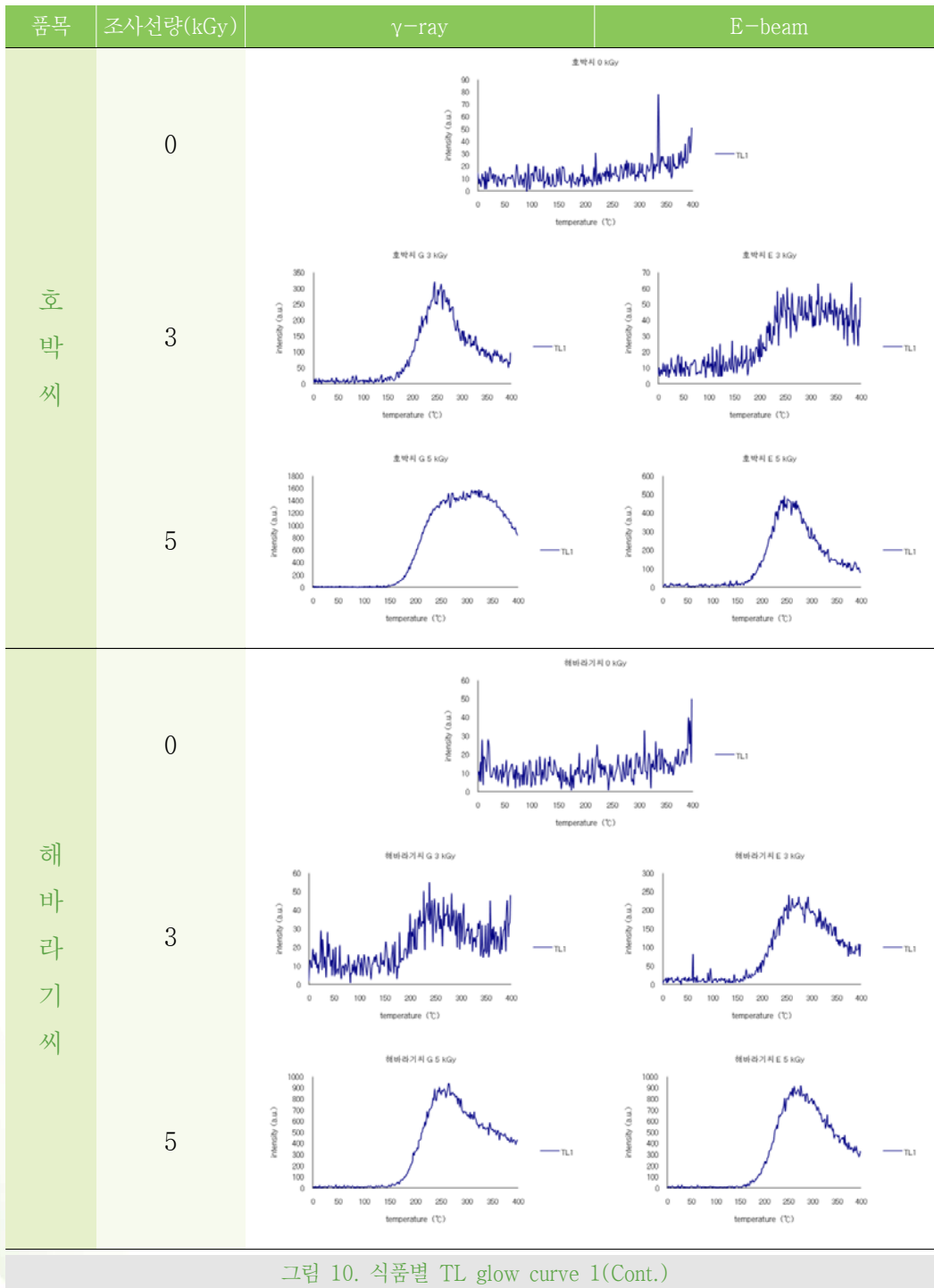


그림 10. 식품별 TL glow curve 1(Cont.)

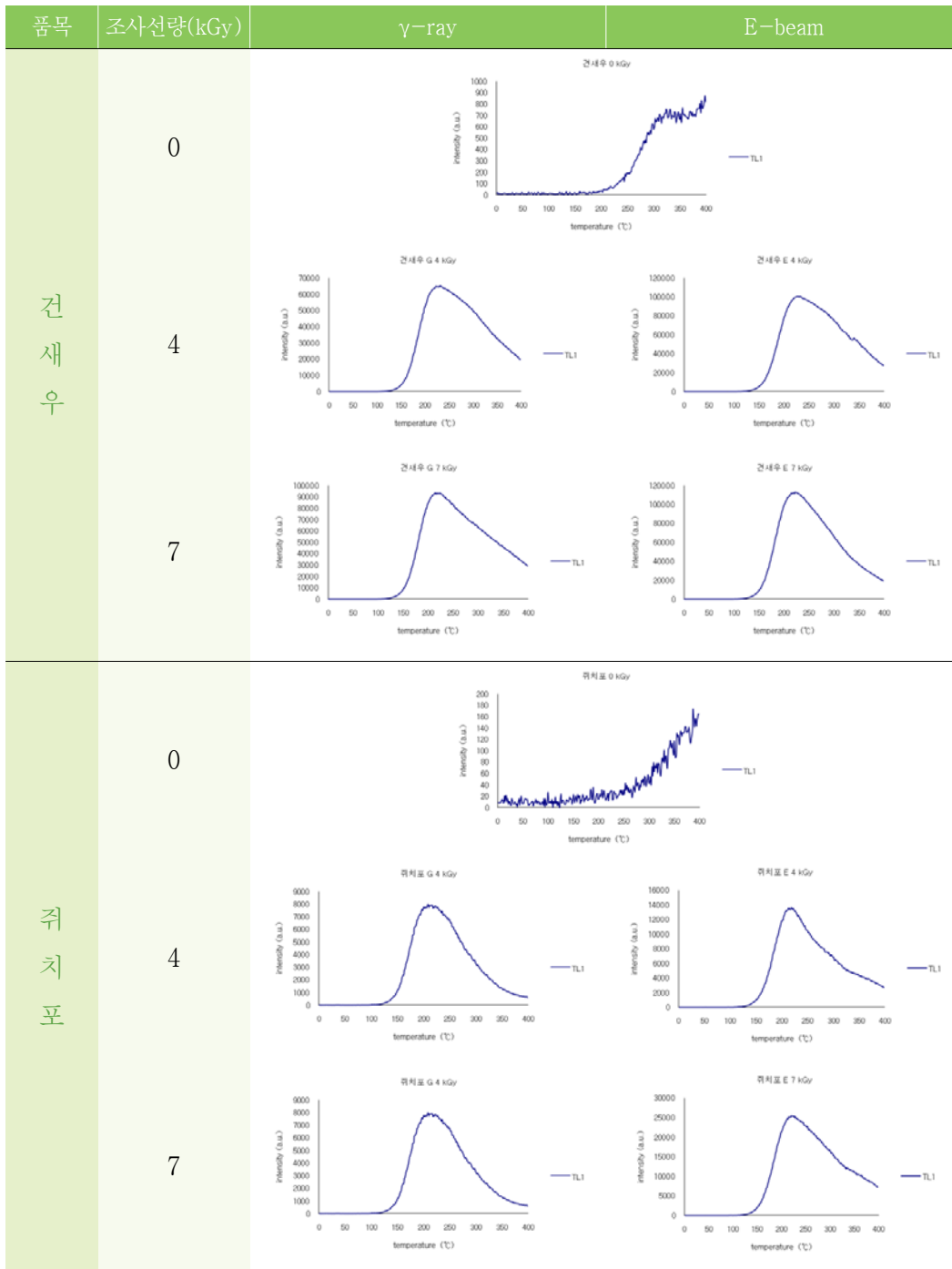


그림 10. 식품별 TL glow curve 1(Cont.)

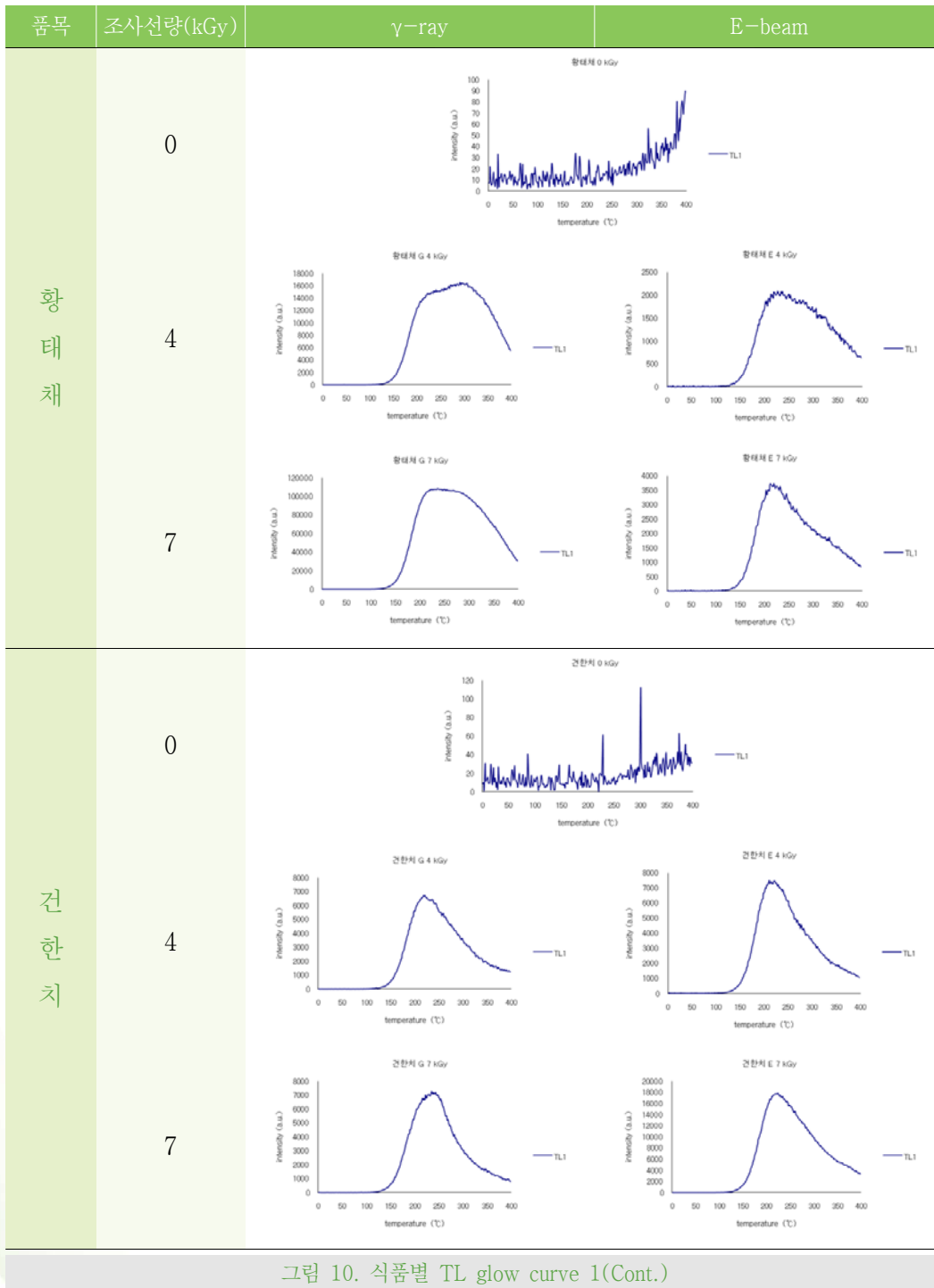


그림 10. 식품별 TL glow curve 1(Cont.)

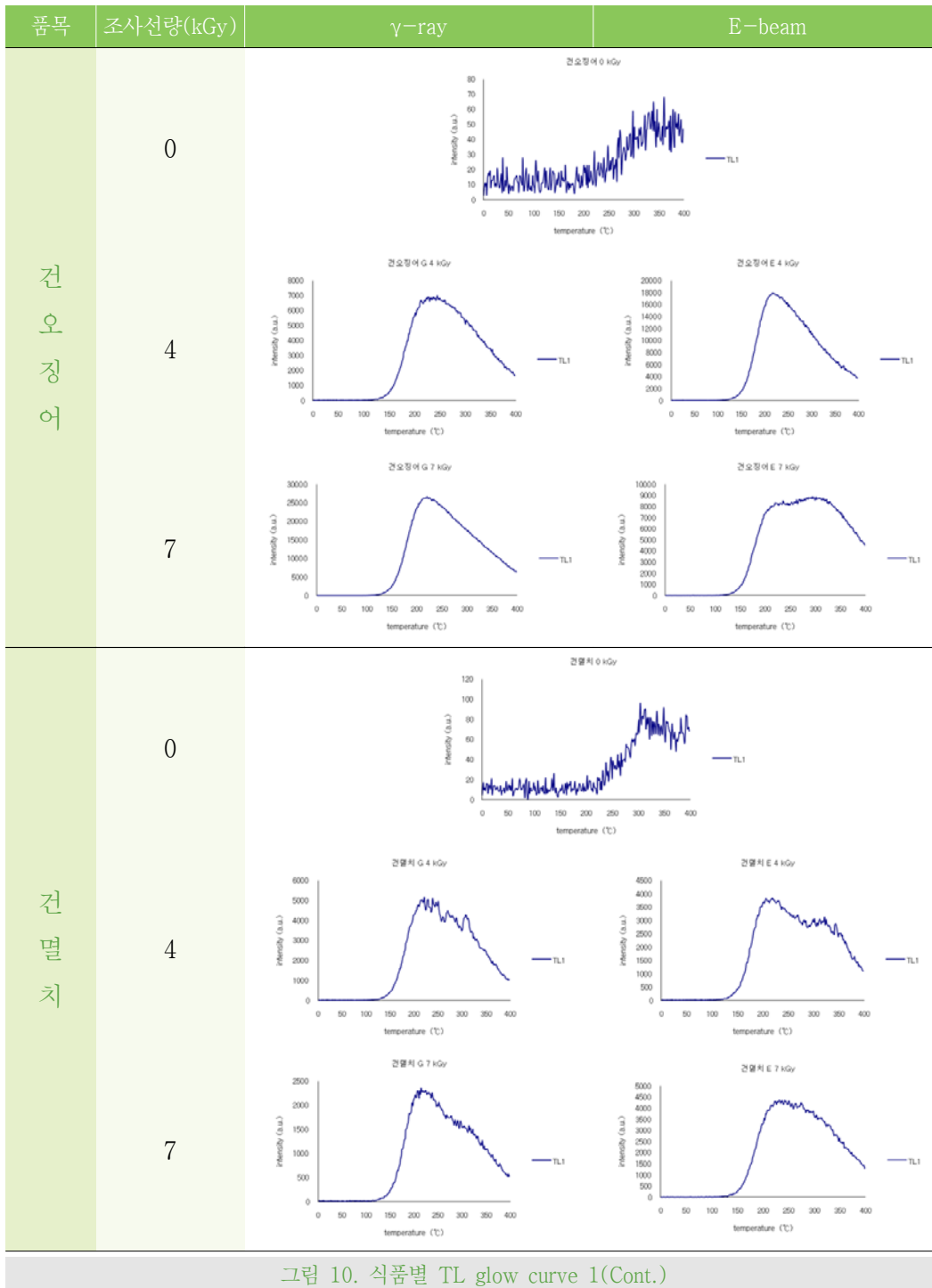


그림 10. 식품별 TL glow curve 1(Cont.)

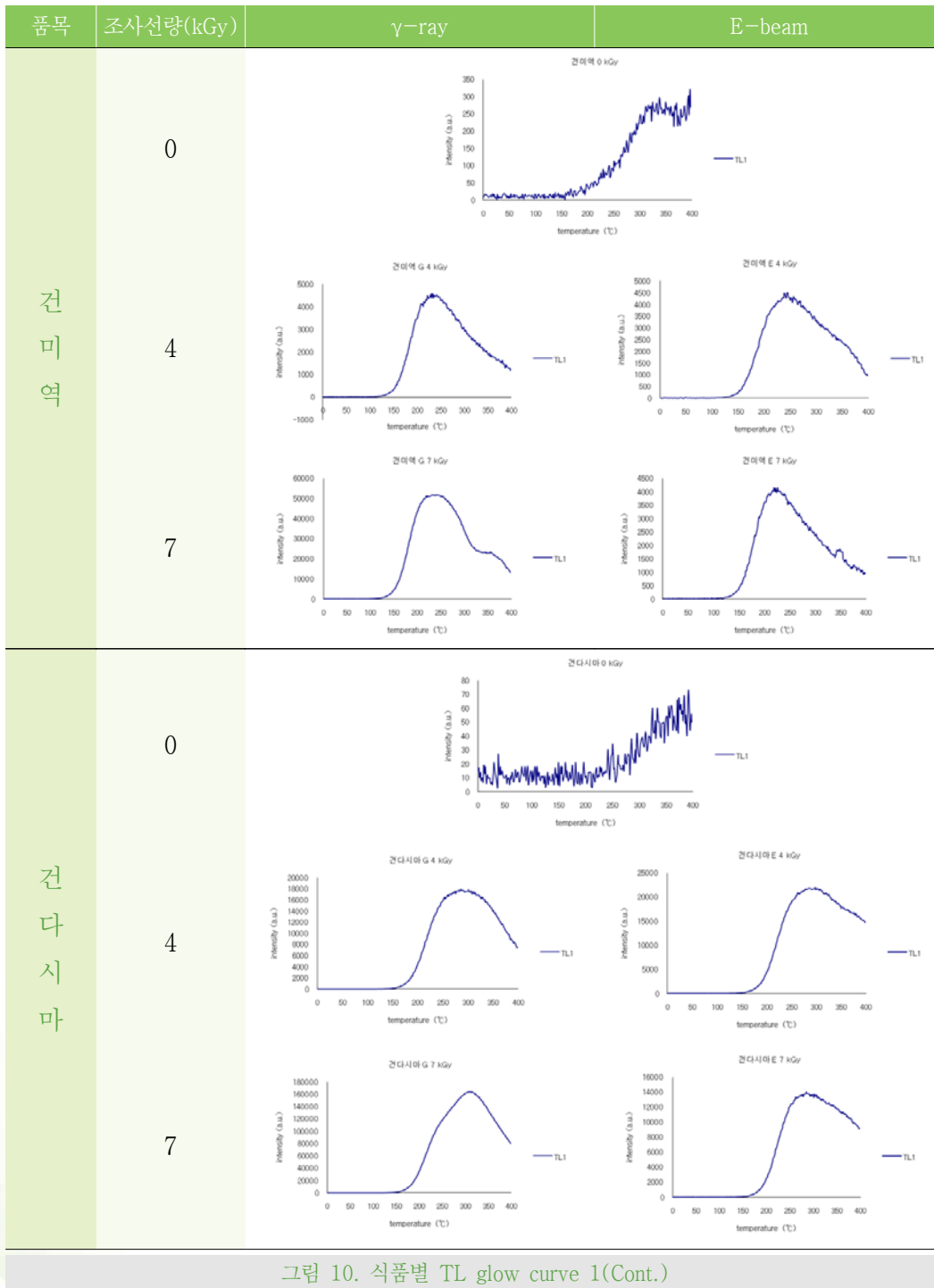


그림 10. 식품별 TL glow curve 1(Cont.)

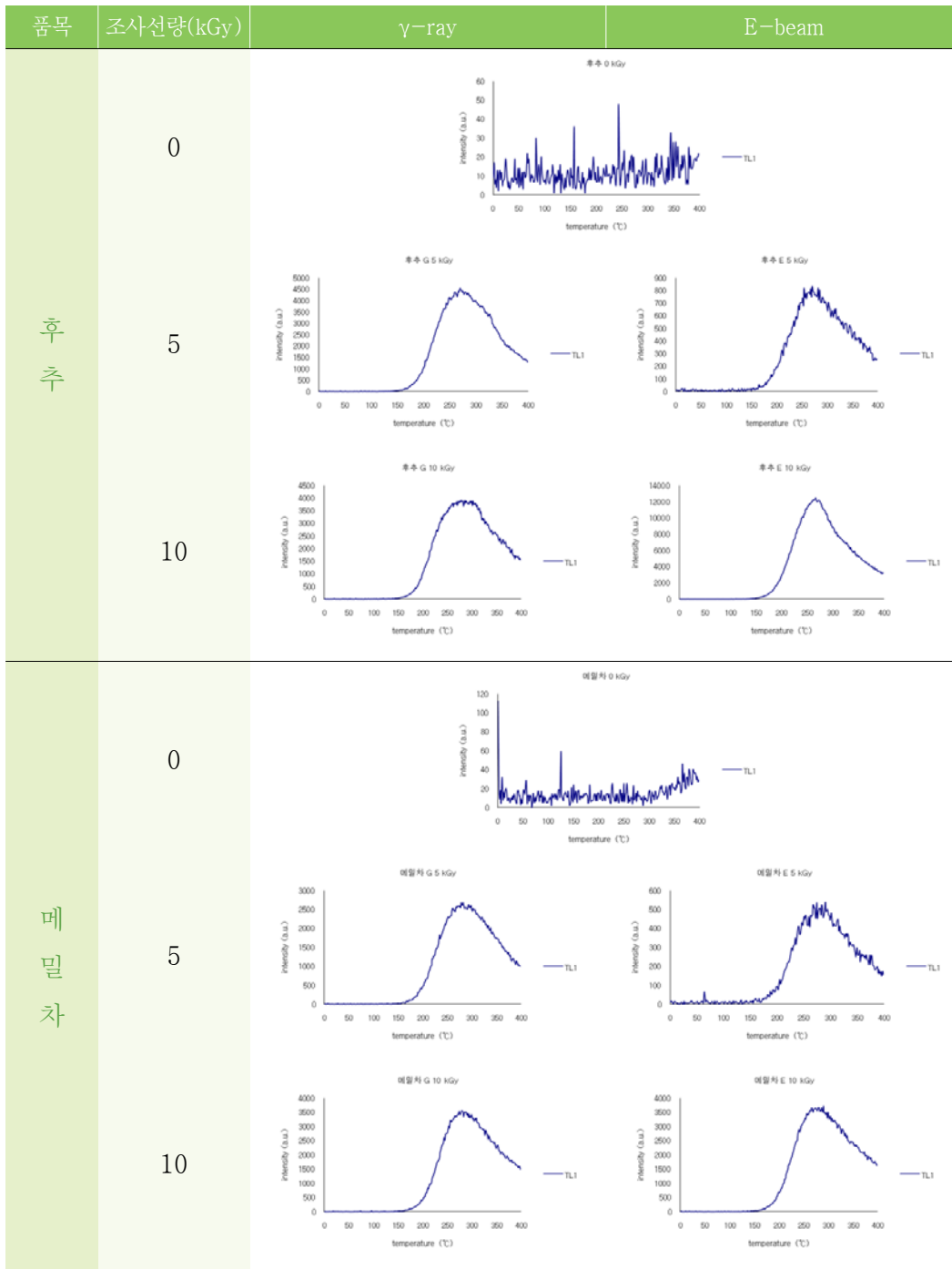
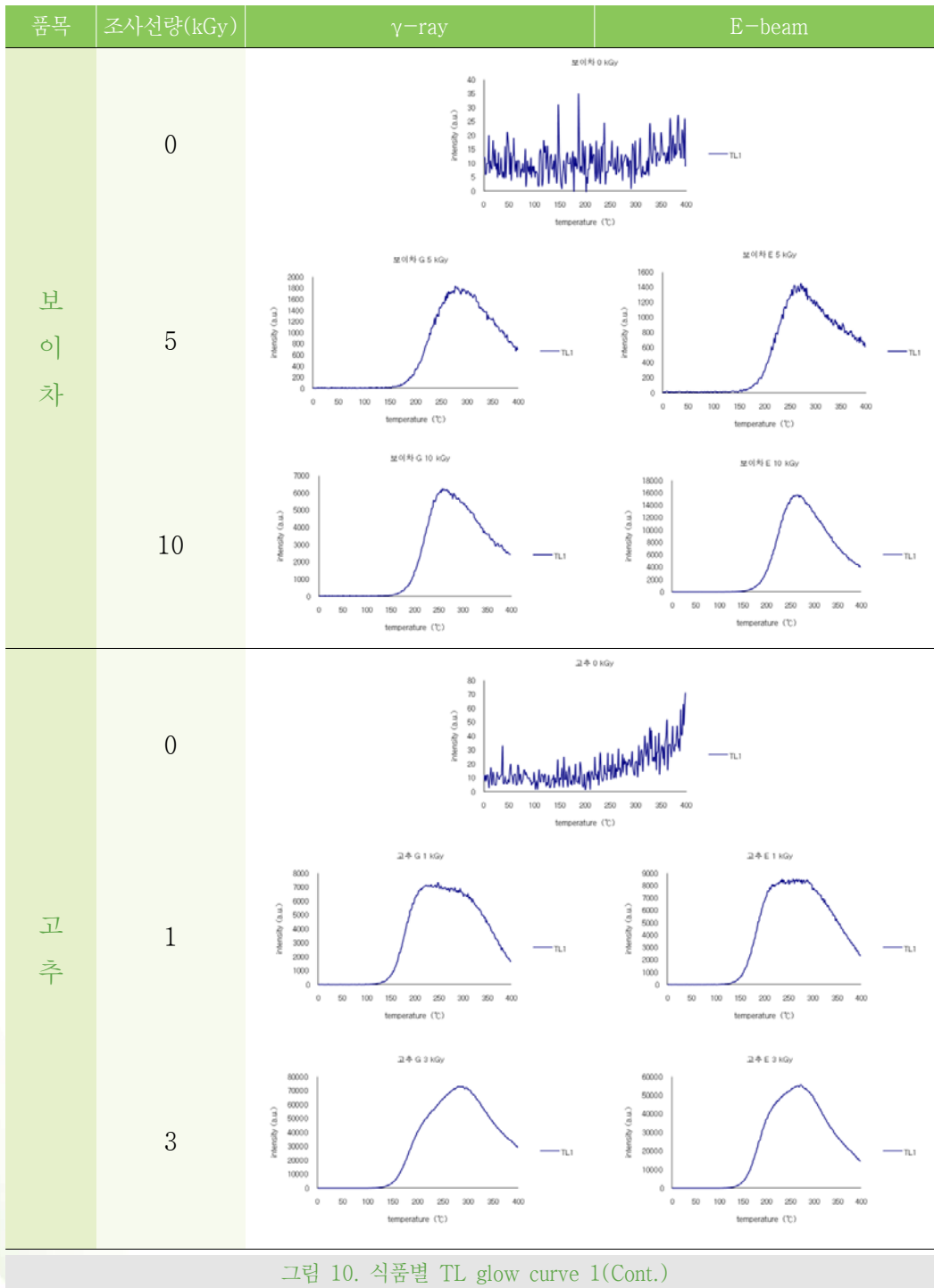


그림 10. 식품별 TL glow curve 1(Cont.)



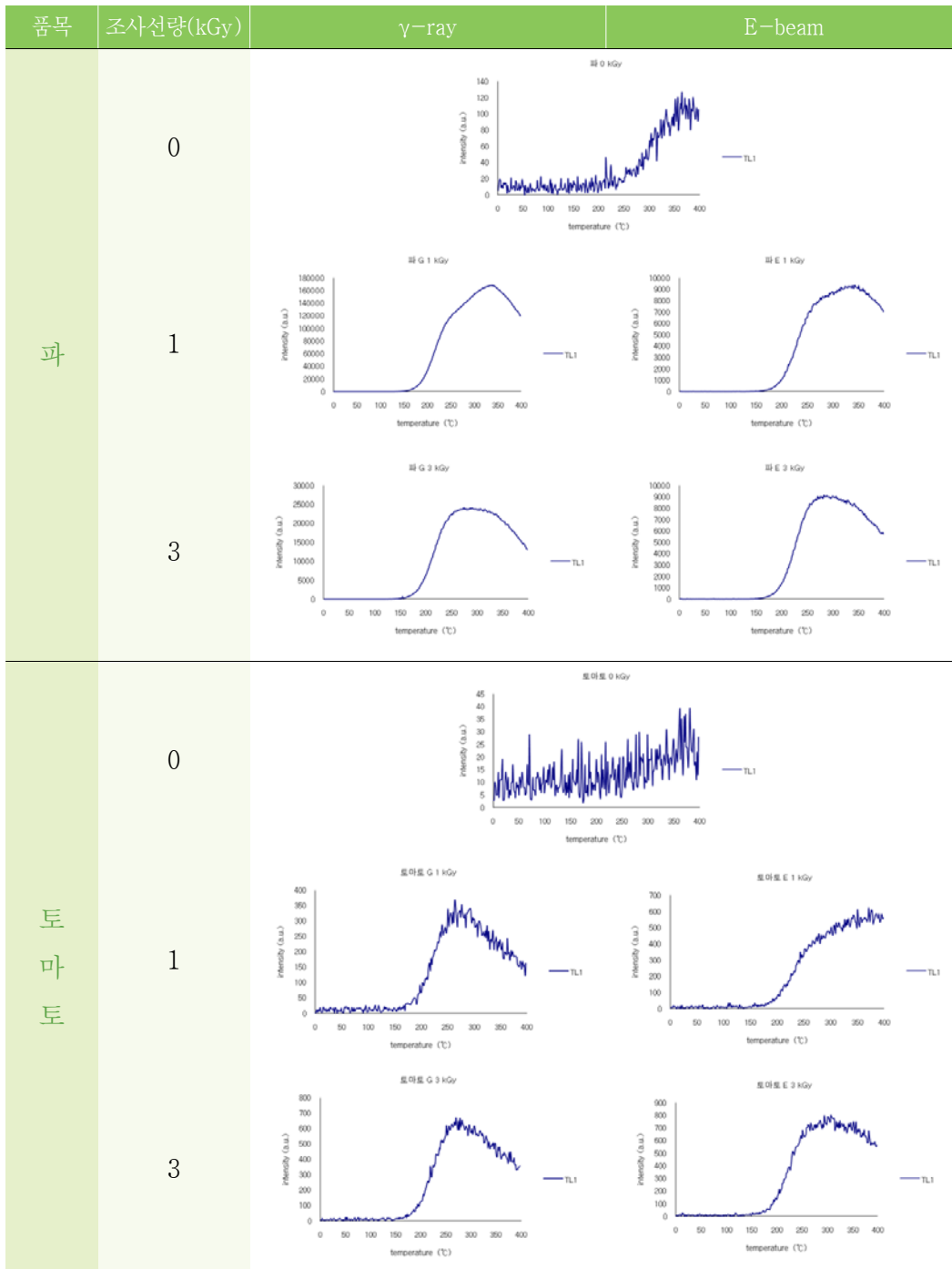


그림 10. 식품별 TL glow curve 1(Cont.)

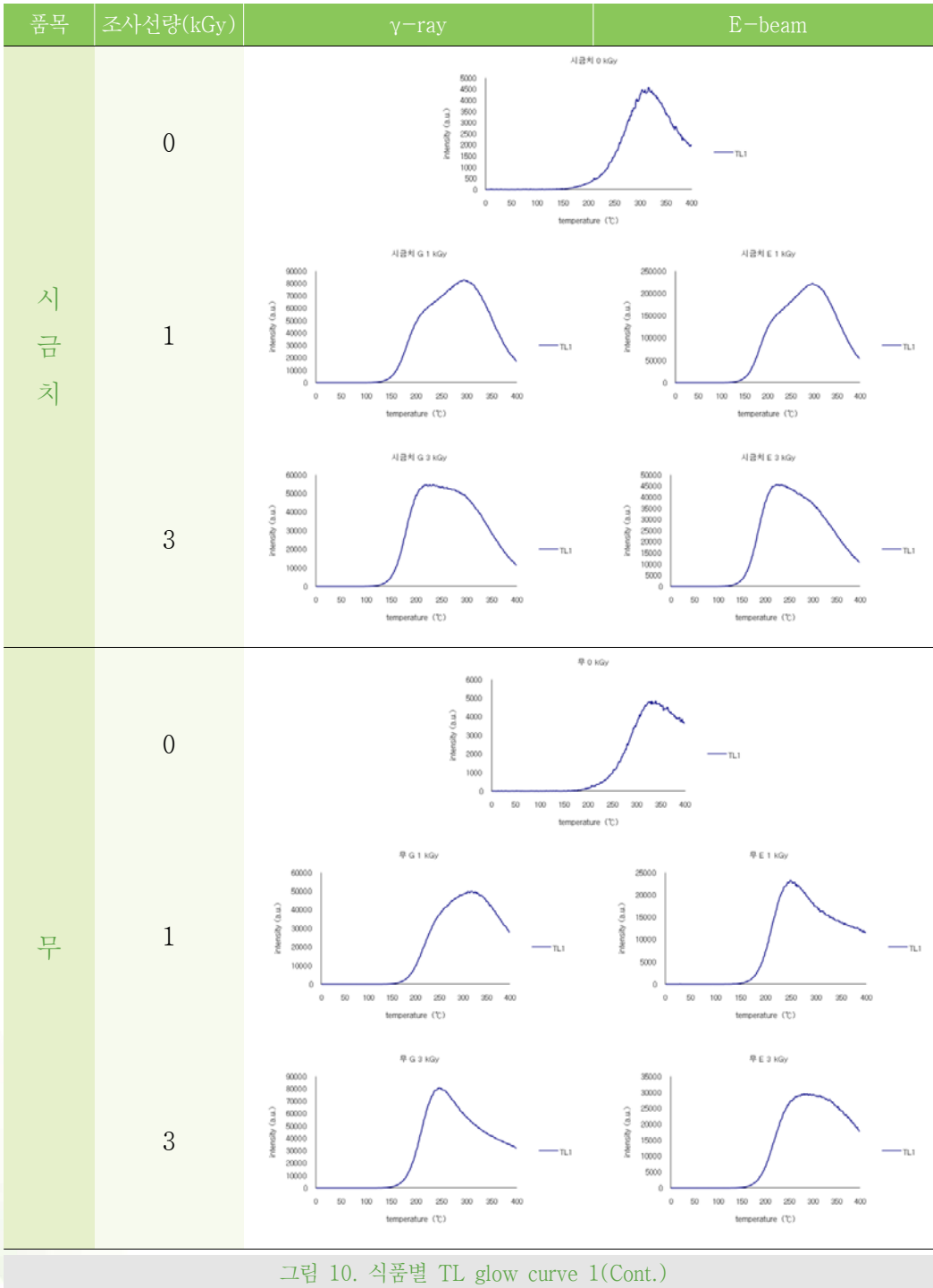


그림 10. 식품별 TL glow curve 1(Cont.)

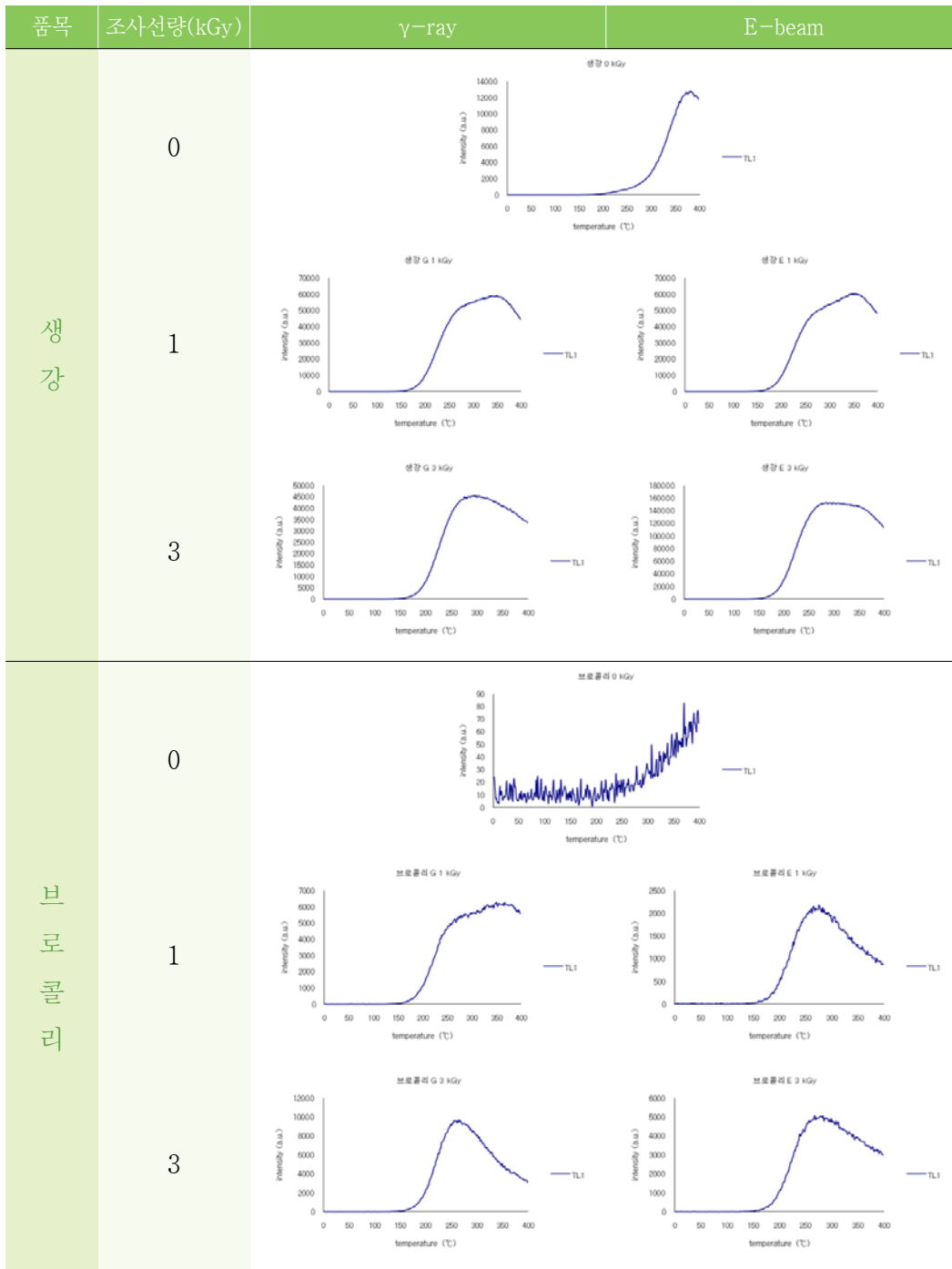


그림 10. 식품별 TL glow curve 1(Cont.)

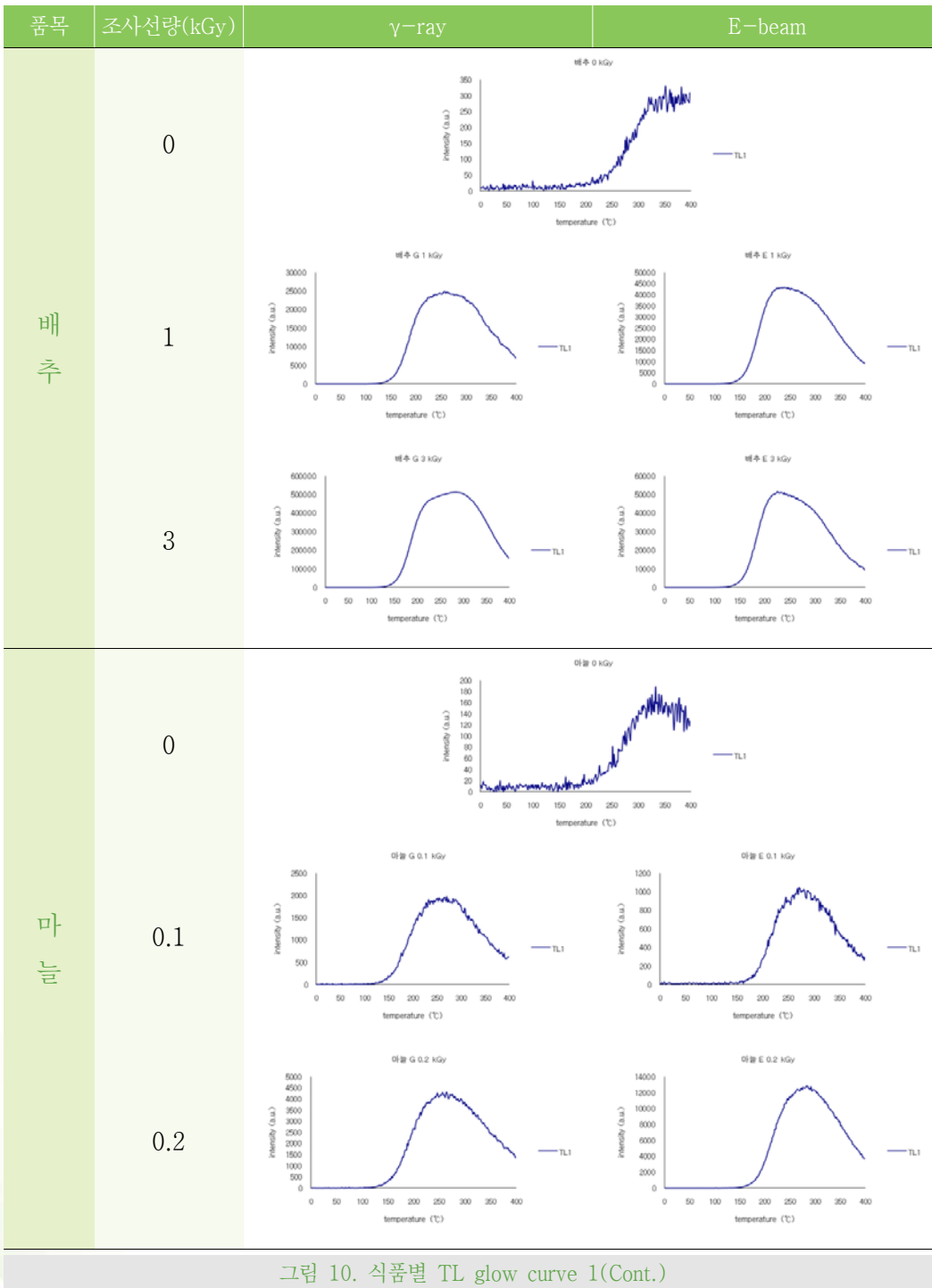


그림 10. 식품별 TL glow curve 1(Cont.)

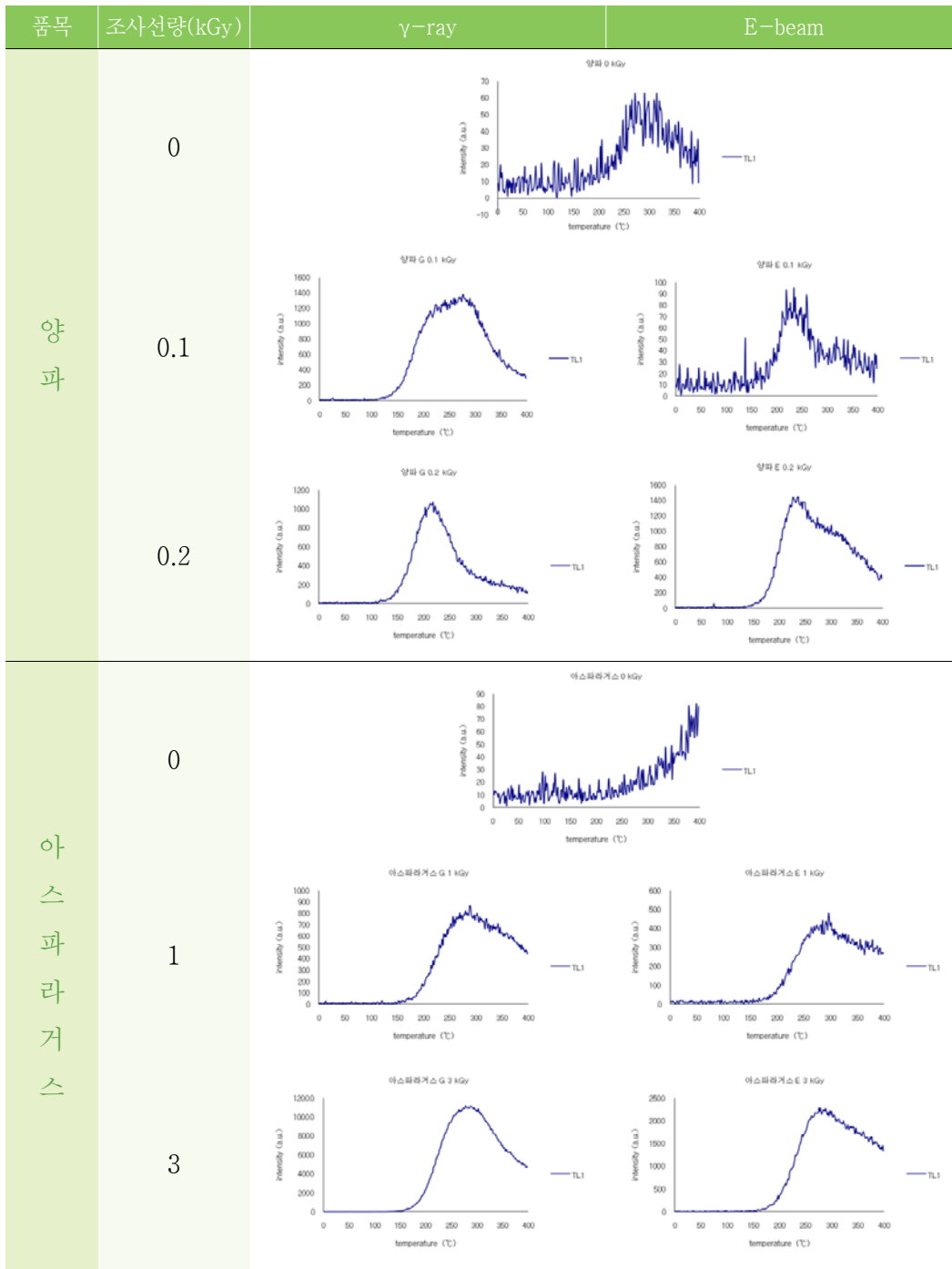


그림 10. 식품별 TL glow curve 1(Cont.)

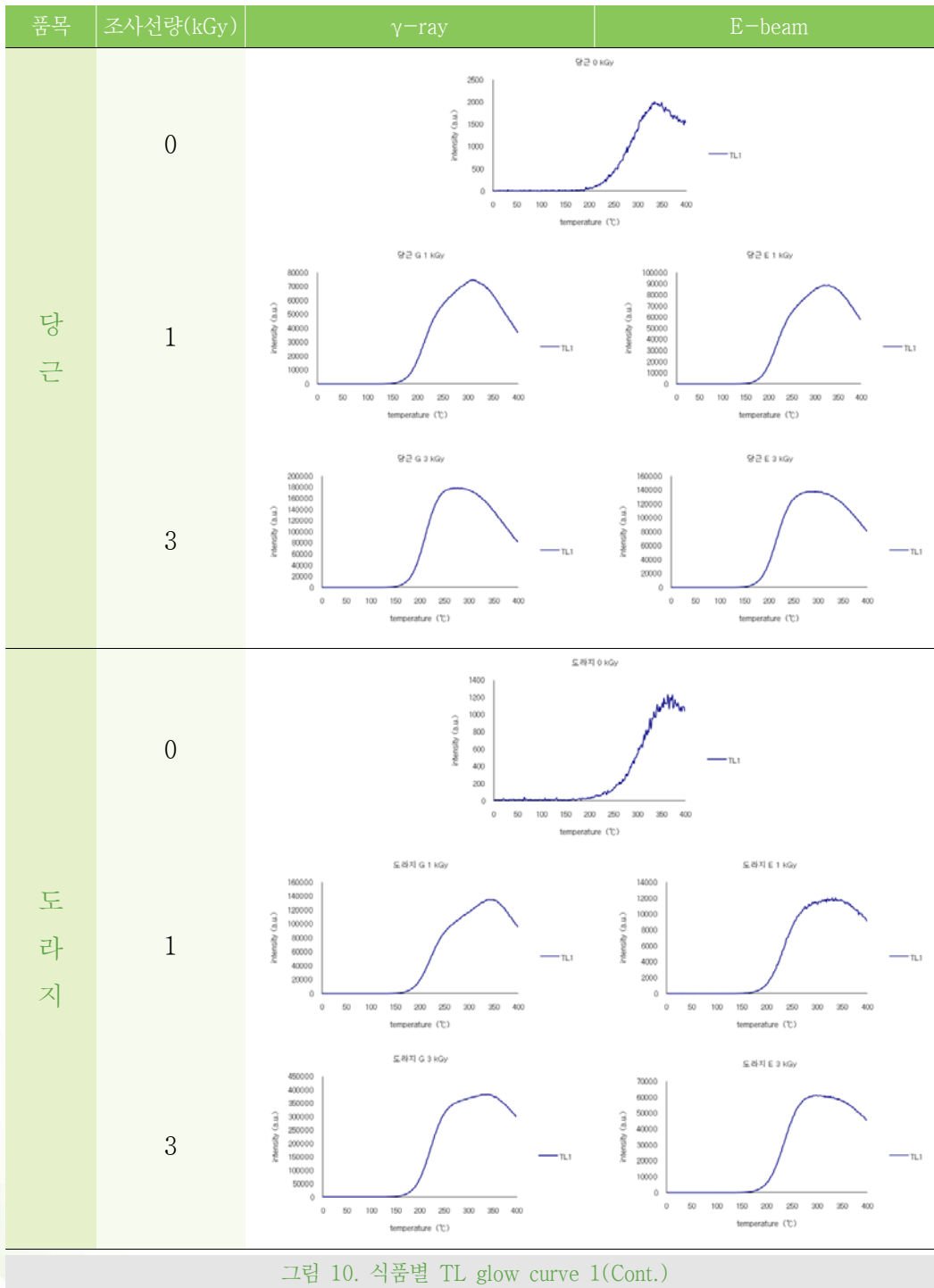


그림 10. 식품별 TL glow curve 1(Cont.)

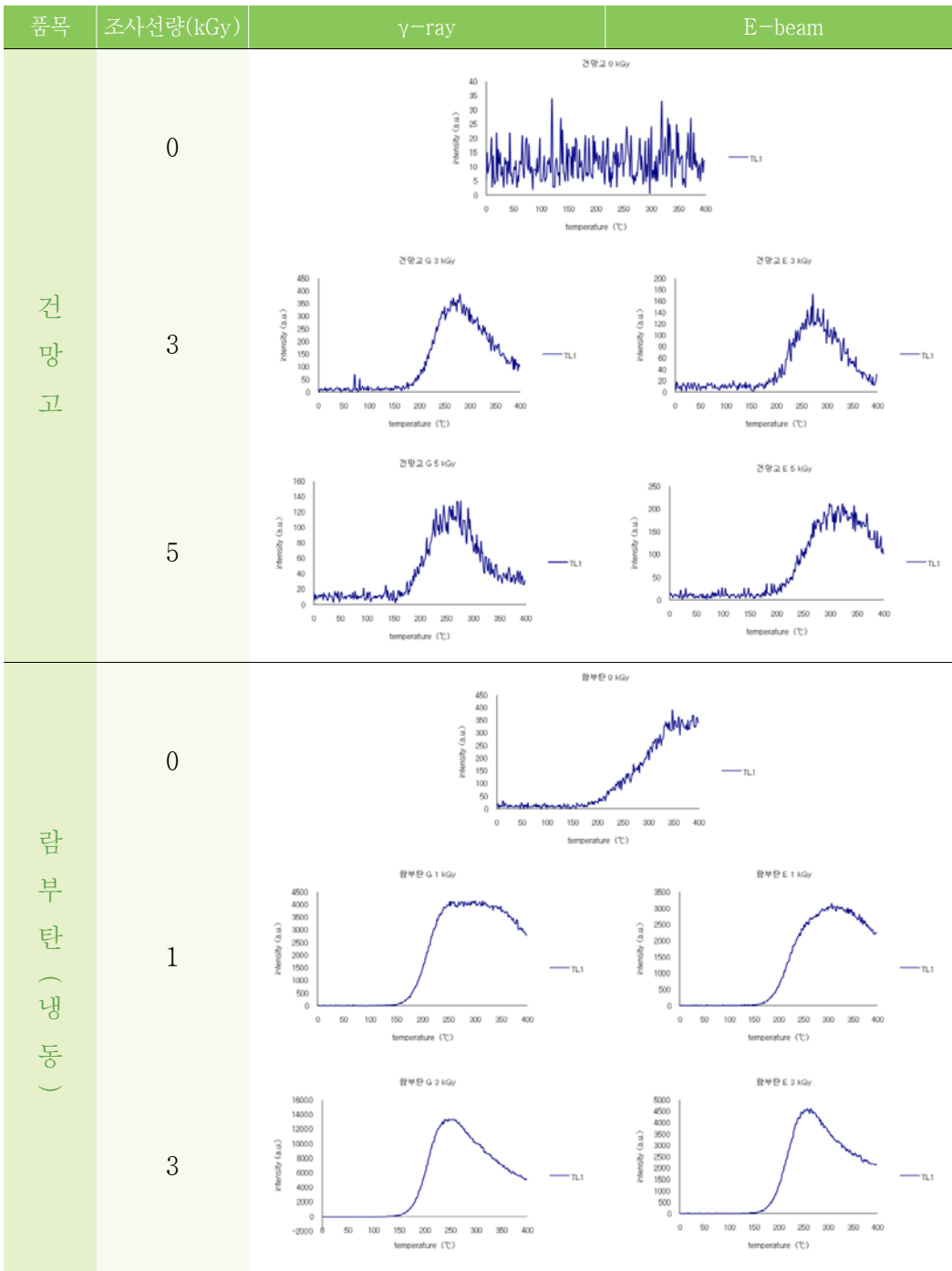


그림 10. 식품별 TL glow curve 1(Cont.)

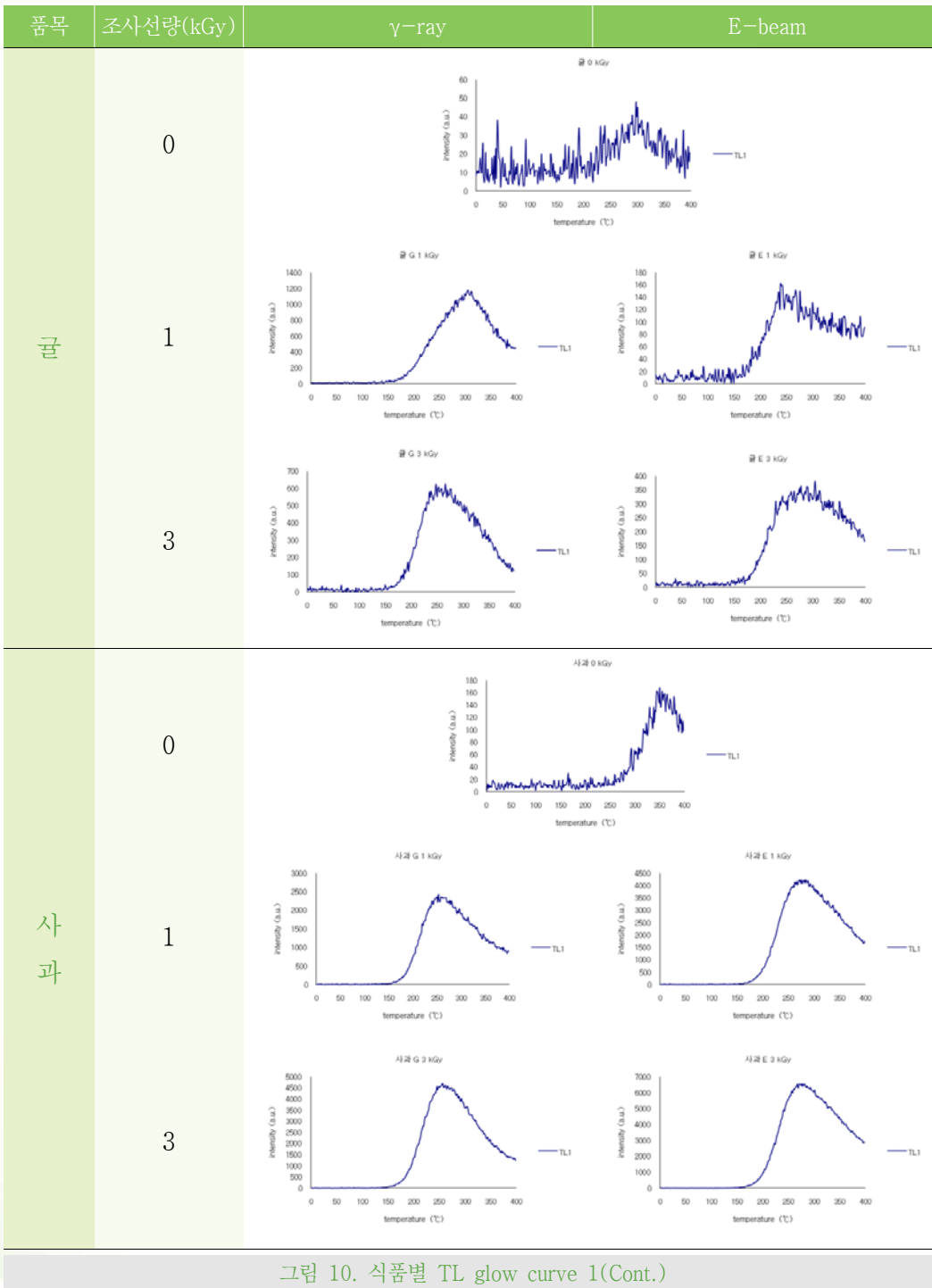


그림 10. 식품별 TL glow curve 1(Cont.)

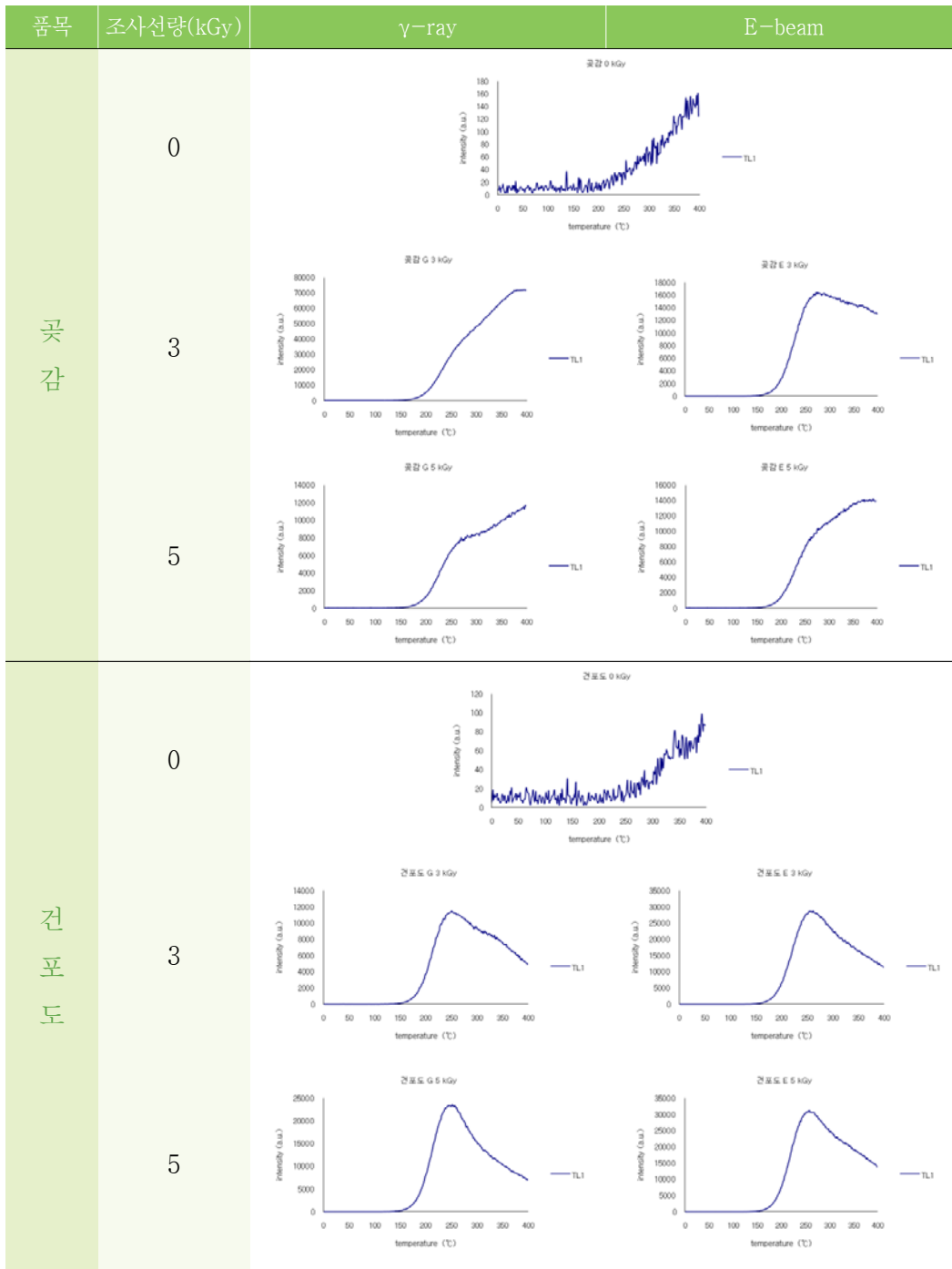


그림 10. 식품별 TL glow curve 1(Cont.)

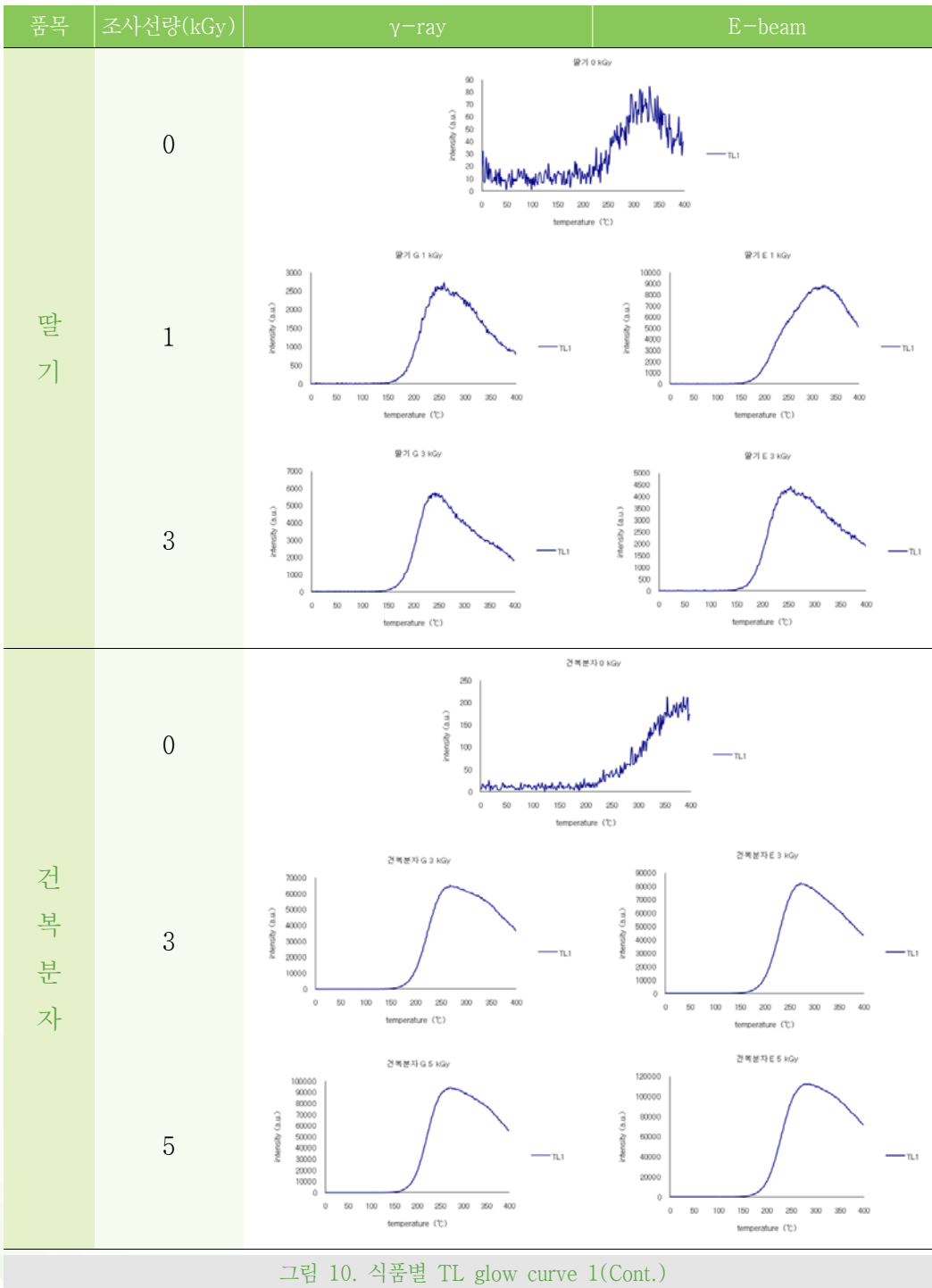


그림 10. 식품별 TL glow curve 1(Cont.)

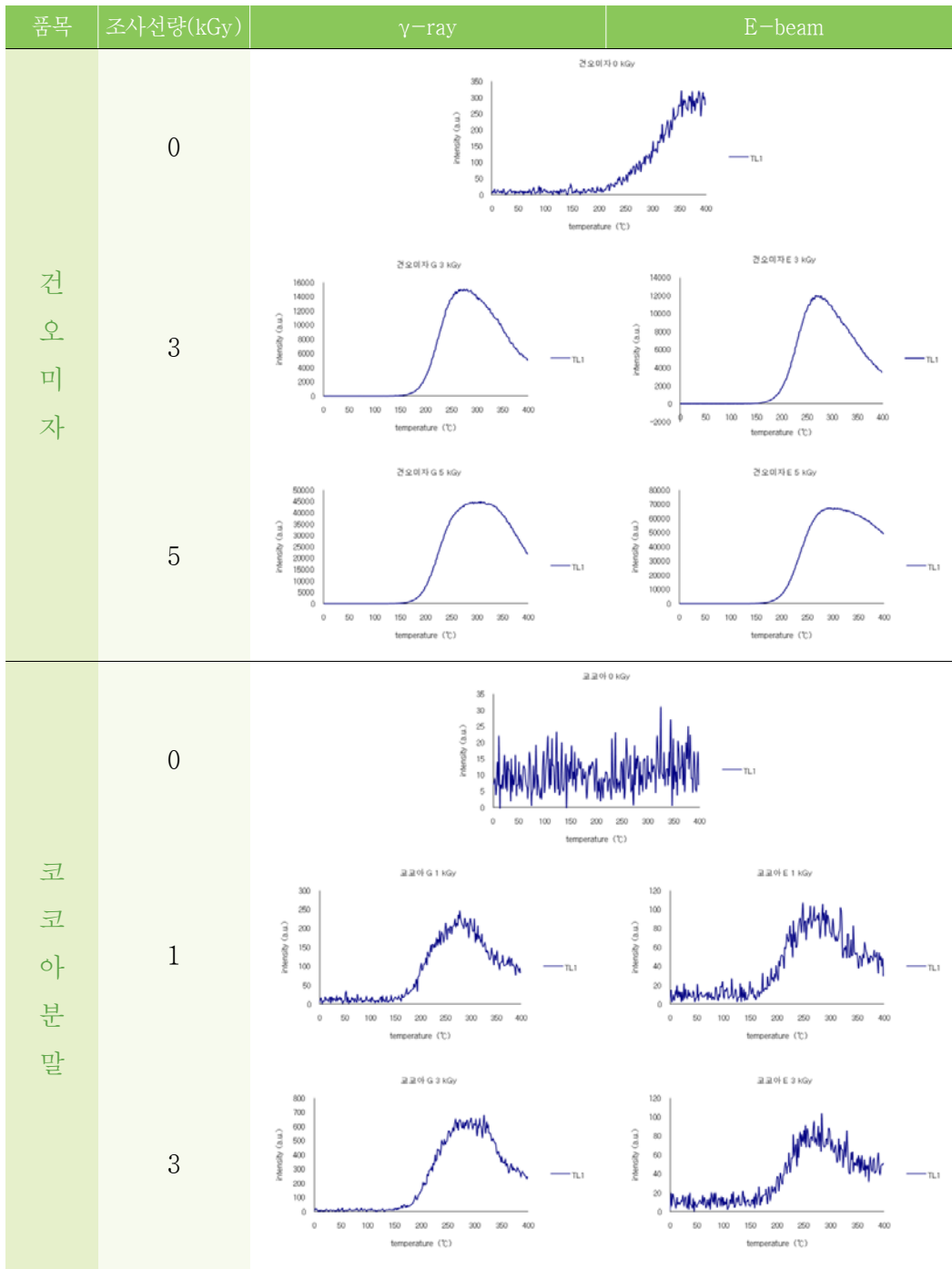


그림 10. 식품별 TL glow curve 1(Cont.)

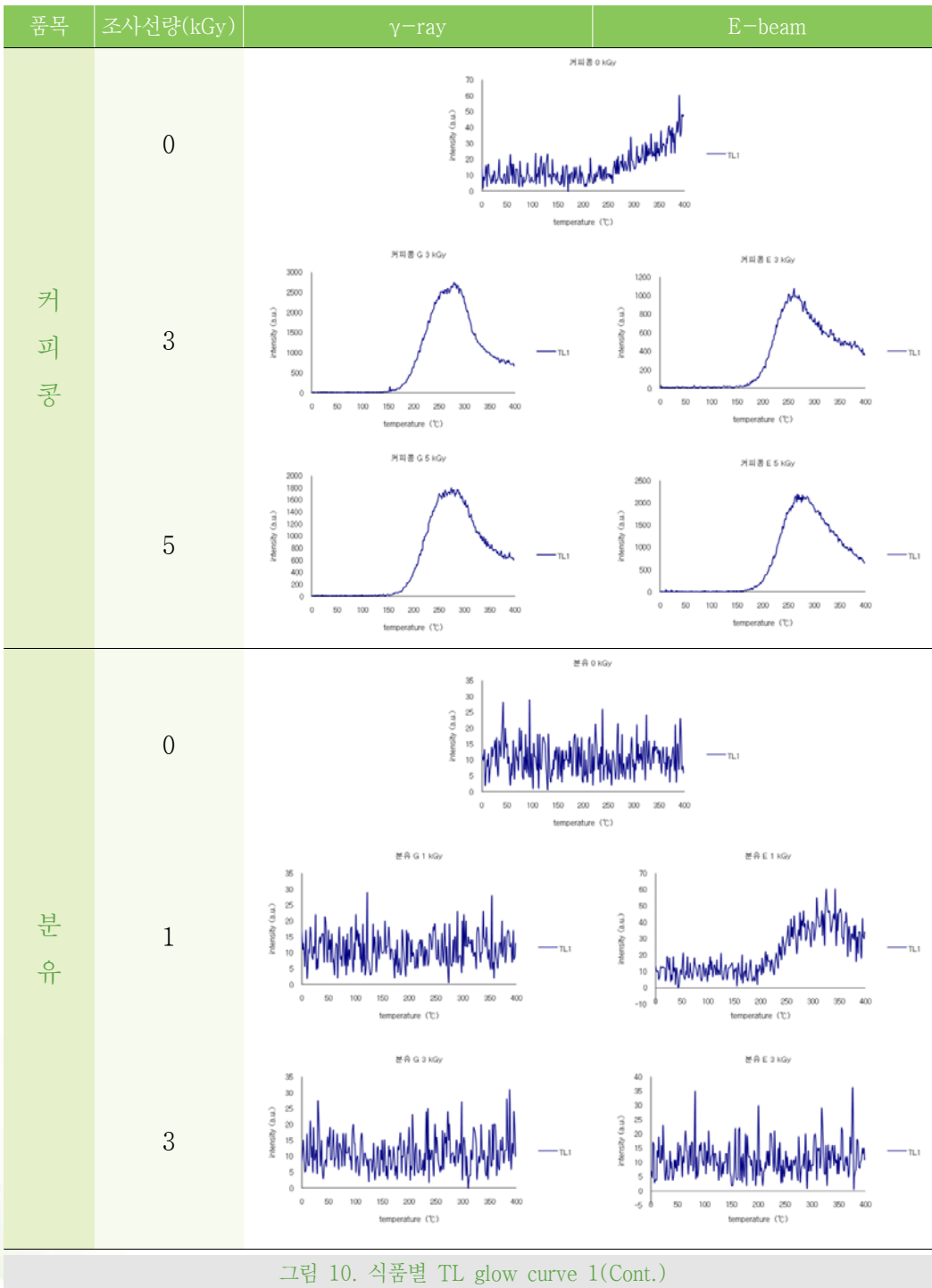


그림 10. 식품별 TL glow curve 1(Cont.)

표 4. TL ratio(TL₁/TL₂)

품목	TL ratio of radiation source					적용가능성				
	Control	γ-ray		E-beam		Control	γ-ray		E-beam	
감자	0.003	0.059	0.140	0.047	0.103	++ ¹⁾	+	++	+	++
고구마	0.015	0.103	0.194	0.126	0.206	++	++	++	++	++
قم(건조)	0.003	0.333	0.566	0.515	0.616	++	++	++	++	++
도토리분말	0.003	0.757	0.937	0.265	0.739	++	++	++	++	++
아몬드	0.001	0.371	0.458	0.375	0.886	++	++	++	++	++
땅콩	0.001	0.235	0.250	0.137	0.155	++	++	++	++	++
호두	0.002	0.217	0.400	0.116	0.225	++	++	++	++	++
잣	0.006	0.021	0.140	0.275	0.160	++	+	++	++	++
캐슈넛	0.006	0.782	0.334	0.336	0.712	++	++	++	++	++
마카다미아	0.087	0.001	0.111	0.216	0.212	++	-	-	-	-
참깨	0.001	0.137	0.248	0.008	0.014	++	++	++	+	+
들깨	0.001	0.331	0.240	0.114	0.100	++	++	++	++	++
호박씨	0.013	0.421	0.174	0.141	0.113	++	++	++	++	++
해바라기씨	0.023	0.220	0.151	0.069	0.191	++	++	++	+	++
건새우	0.001	0.827	1.124	0.750	1.137	++	++	++	++	++
쥐치포	0.005	0.767	1.233	0.513	1.338	++	++	++	++	++
황태채	0.010	0.502	0.975	0.541	1.034	++	++	++	++	++
건한치	0.002	1.166	1.558	1.403	1.087	++	++	++	++	++
건오징어	0.002	0.642	1.152	0.988	0.785	++	++	++	++	++
건멸치	0.006	1.408	1.009	0.856	0.602	++	++	++	++	++
건미역	0.002	0.740	0.501	0.354	0.883	++	++	++	++	++
건다시마	0.008	0.220	0.318	0.173	0.198	++	++	++	++	++
후추	0.015	0.925	0.936	0.753	1.466	++	++	++	++	++
메밀차	0.008	0.244	0.240	0.412	0.531	++	++	++	++	++
보이차	0.081	0.420	0.633	0.721	1.378	++	++	++	++	++



품목	TL ratio of radiation source					적용가능성				
	Control	γ-ray		E-beam		Control	γ-ray		E-beam	
고추	0.004	0.233	0.496	0.222	0.685	++	++	++	++	++
파	0.003	0.262	0.136	0.147	0.294	++	++	++	++	++
토마토	0.003	0.060	0.097	0.097	0.223	++	+	+	+	++
시금치	0.001	0.326	0.787	0.336	1.082	++	++	++	++	++
무	0.001	0.069	0.245	0.073	0.095	++	+	++	+	+
생강	0.001	0.055	0.136	0.236	0.444	++	+	++	++	++
브로콜리	0.001	0.112	0.287	0.167	0.313	++	++	++	++	++
배추	0.001	0.343	0.541	0.558	1.083	++	++	++	++	++
마늘	0.010	0.197	0.303	0.107	0.184	++	++	++	++	++
양파	0.013	0.094	0.245	0.072	0.071	++	+	++	+	+
아스파라거스	0.001	0.107	0.203	0.200	0.403	++	++	++	++	++
당근	0.002	0.080	0.171	0.063	0.127	++	+	++	+	++
도라지	0.002	0.122	0.206	0.147	0.255	++	++	++	++	++
건망고	0.040	0.996	1.075	0.340	0.972	++	++	++	++	++
람부탄(냉동)	0.002	0.137	0.350	0.104	0.313	++	++	++	++	++
귤	0.007	0.241	0.174	0.080	0.056	++	++	++	+	+
사과	0.002	0.133	0.199	0.091	0.229	++	++	++	+	++
곶감	0.001	0.214	0.286	0.489	0.184	++	++	++	++	++
건포도	0.001	0.153	0.229	0.124	0.145	++	++	++	++	++
딸기	0.002	0.063	0.112	0.046	0.143	++	+	++	+	++
건복분자	0.001	0.237	0.238	0.232	0.282	++	++	++	++	++
건오미자	0.001	0.103	1.090	0.340	0.326	++	++	++	++	++
코코아분말	0.029	0.246	0.473	0.274	0.422	++	++	++	++	++
커피콩(생두)	0.010	0.637	0.278	0.232	0.272	++	++	++	++	++
분유	0.049	0.426	0.216	0.372	0.010	++	-	-	-	-

¹⁾ Abbreviations: -, 적용가능성 매우 낮음, +; 적용가능성 낮음, ++; 적용가능성 높음.

3) 전자스핀공명법(ESR)에 대한 적용가능성 연구

- 감마선 및 전자선 조사처리에 따른 서류, 견과종실류, 어패류, 해조류 등 50품목에 대한 ESR 시험법 적용가능성을 확인하였다. 비조사 및 조사처리 시료를 성상에 따라 구분하였으며, 분말의 경우 균질화하여, 껍질과 씨가 있는 시료의 경우 껍질과 씨를 따로 분리하여 18시간 이상 동결건조 후 막자사발에 분쇄하여 sampling하였다.
- 각 시료에 대한 ESR 시험법 연구 결과(그림 11), 모든 비조사 시료에서는 비특이적인 single central signal이 나타났다. 하지만 비조사 건미역에서는 Mn^{2+} 유래의 signal이 추가적으로 발생되었고, 이는 자연발생적인 signal로서 수분함량, 열 등에 따라 쉽게 제거 및 생성이 가능하다고 알려진바 있다(Desrosiers MF).
- ESR 시험법 적용 결과 후추, 귤, 딸기, 커피콩, 망고, 토마토, 아스파라거스에서는 side signal의 간격이 6 mT인 cellulose radical이 발견되었고 황태채, 건한치, 건망고, 건포도, 귤감에서는 sugar 유래의 signal이 확인되었다. 황태채와 건한치에서 특이적으로 sugar 유래의 signal이 발견된 것은 원재료 가공 시 조미 등 당 첨가물의 사용에서 기인된 것으로 판단된다.
- 또한 전자선 또는 감마선 조사처리 된 건다시마에서는 다성분 signal이 관찰되어 조사처리 여부 확인이 가능하였다. 하지만 앞서 언급된 품목 이외의 품목에서는 조사처리 되어도 single line의 signal만이 관찰되거나 central signal의 intensity가 매우 크게 나타나 조사유래의 signal 관찰이 어려웠으며, ESR 시험법 적용이 어려울 것으로 판단되었다.

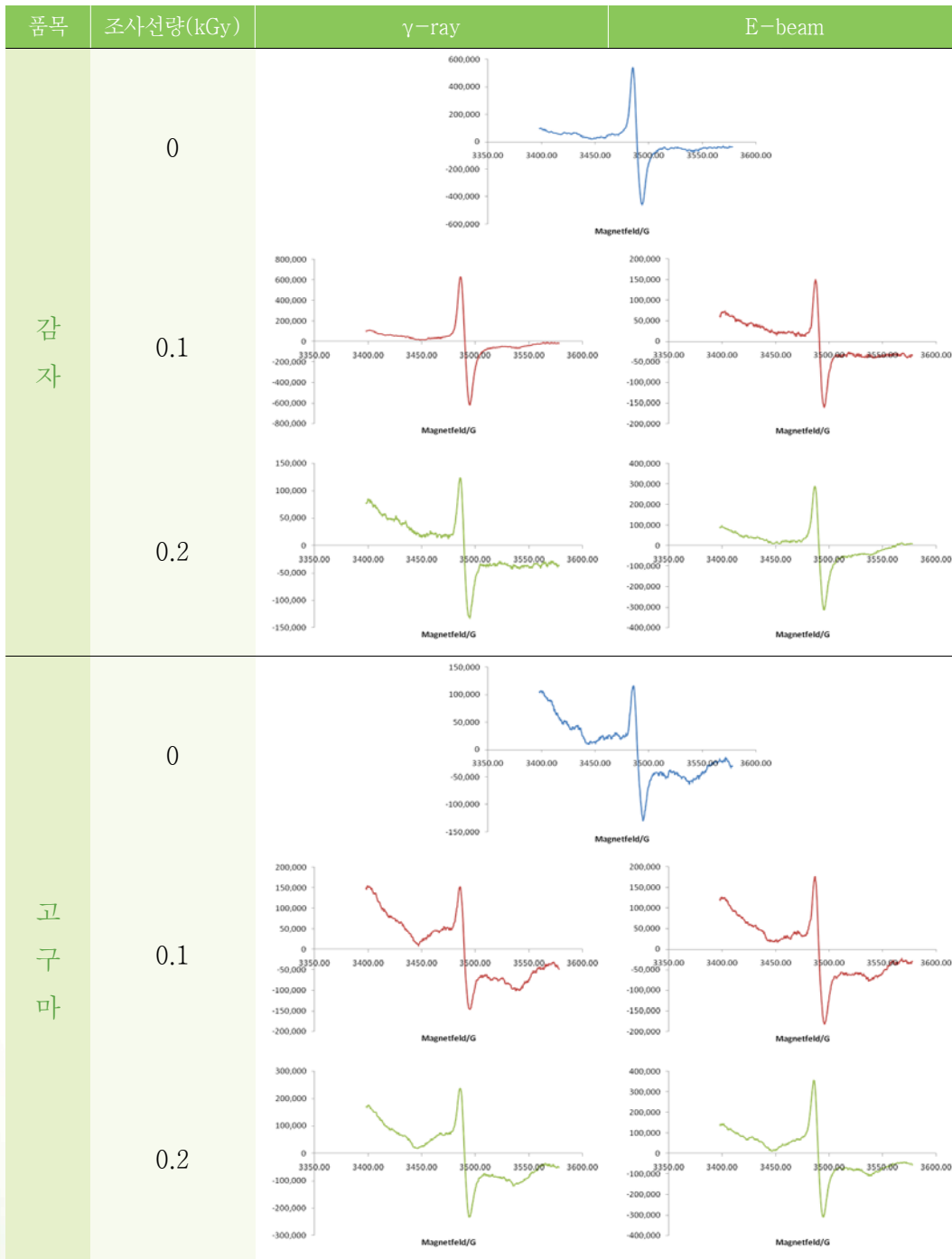


그림 11. 식품별 ESR 스펙트럼

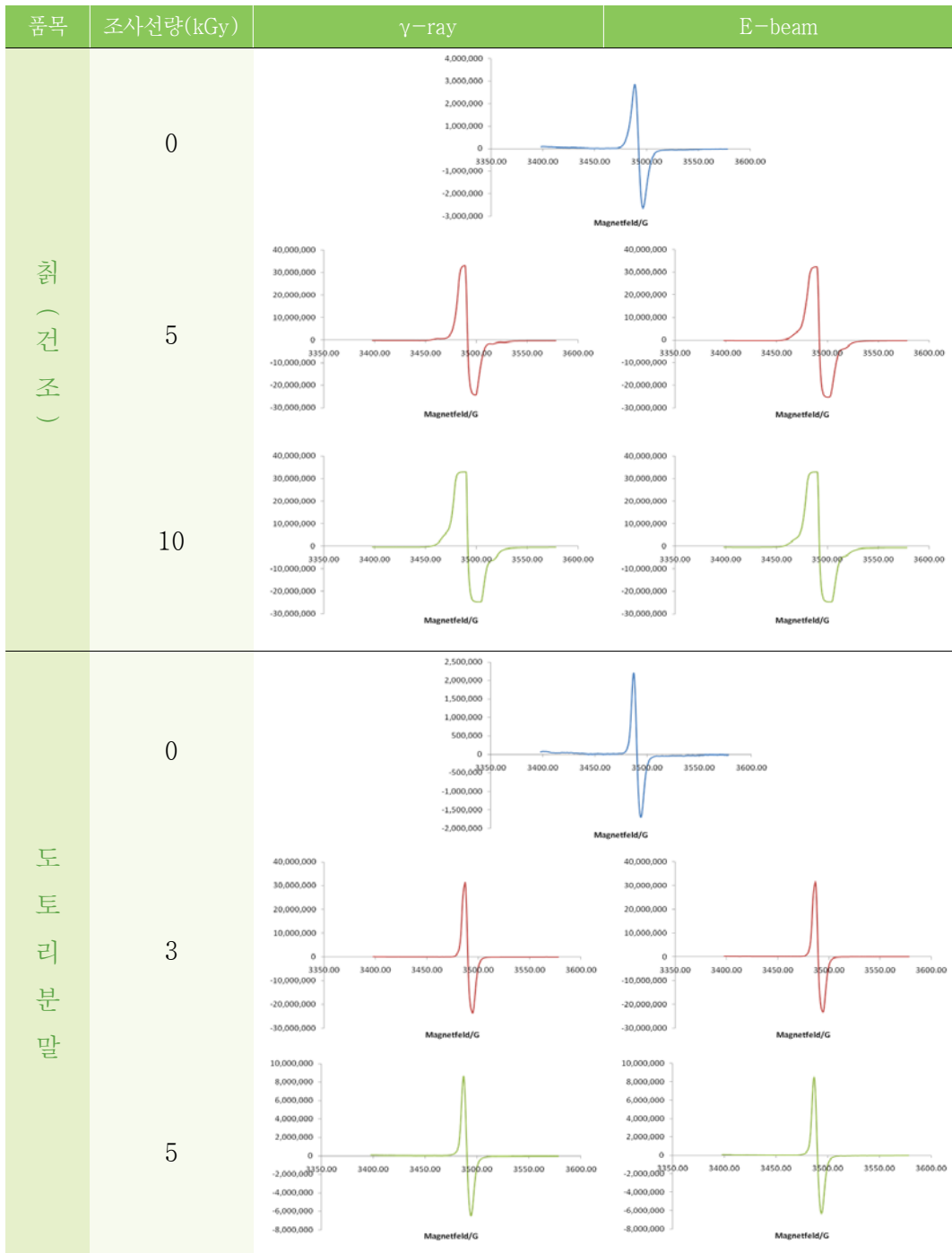


그림 11. 식품별 ESR 스펙트럼(Cont.)

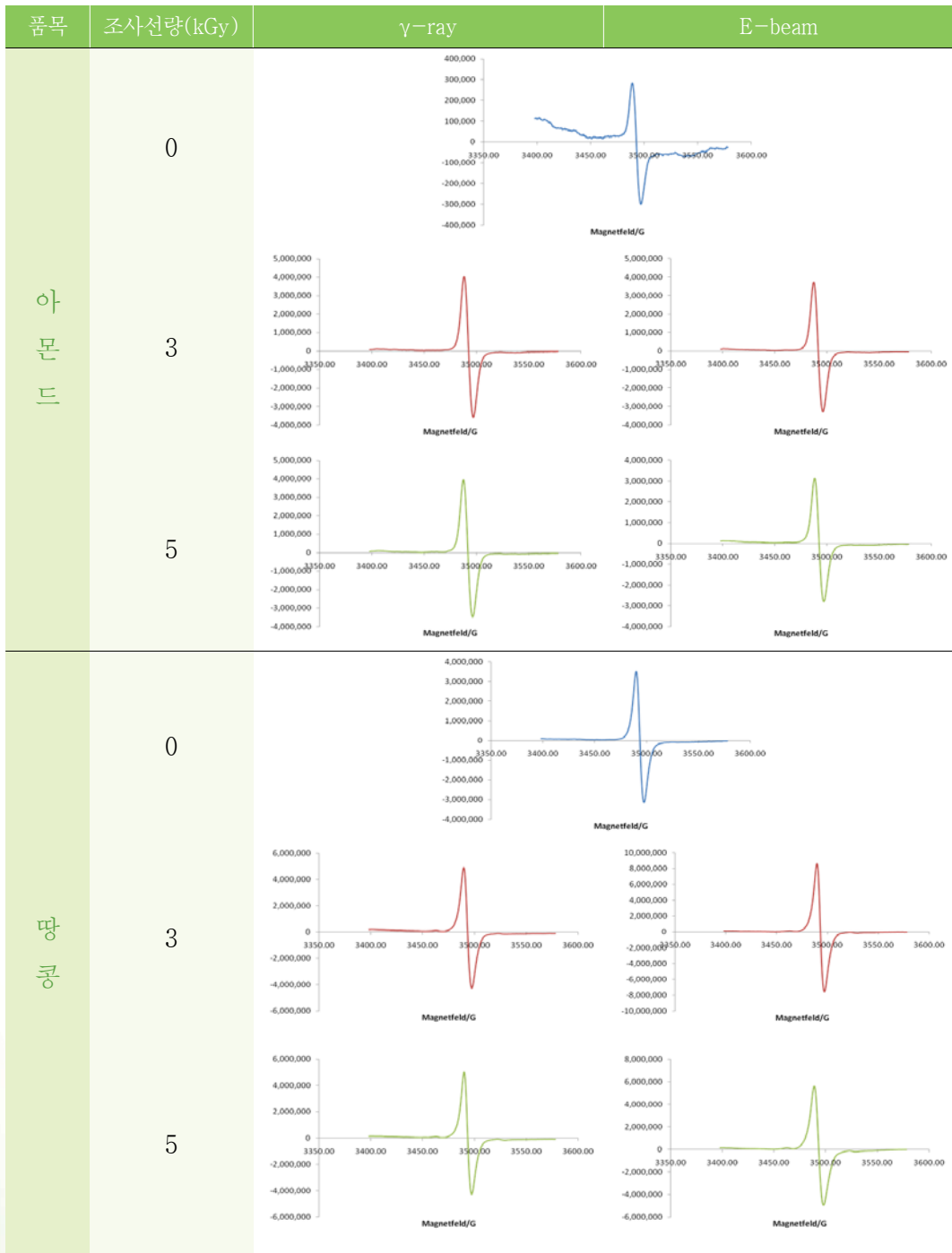


그림 11. 식품별 ESR 스펙트럼(Cont.)

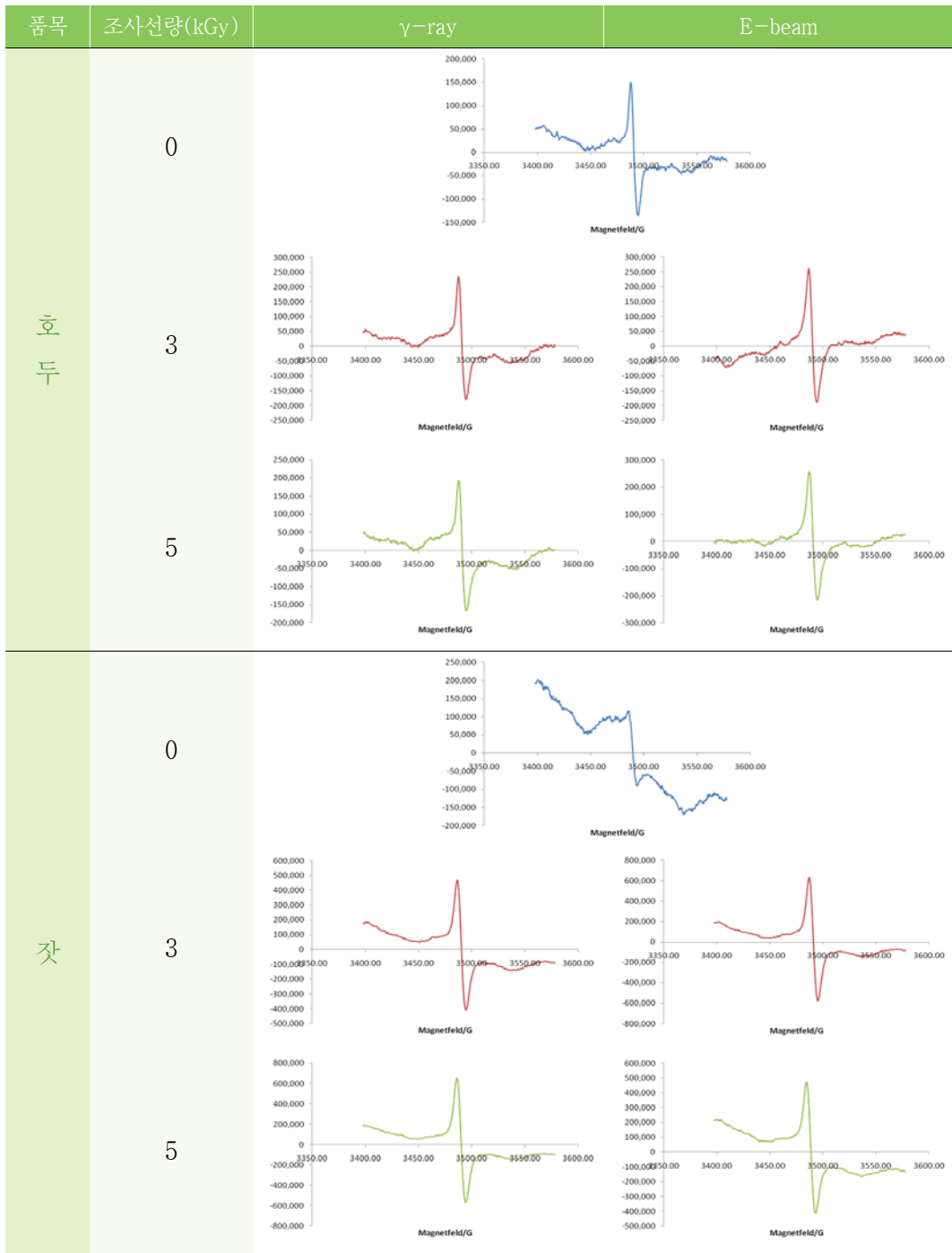


그림 11. 식품별 ESR 스펙트럼(Cont.)

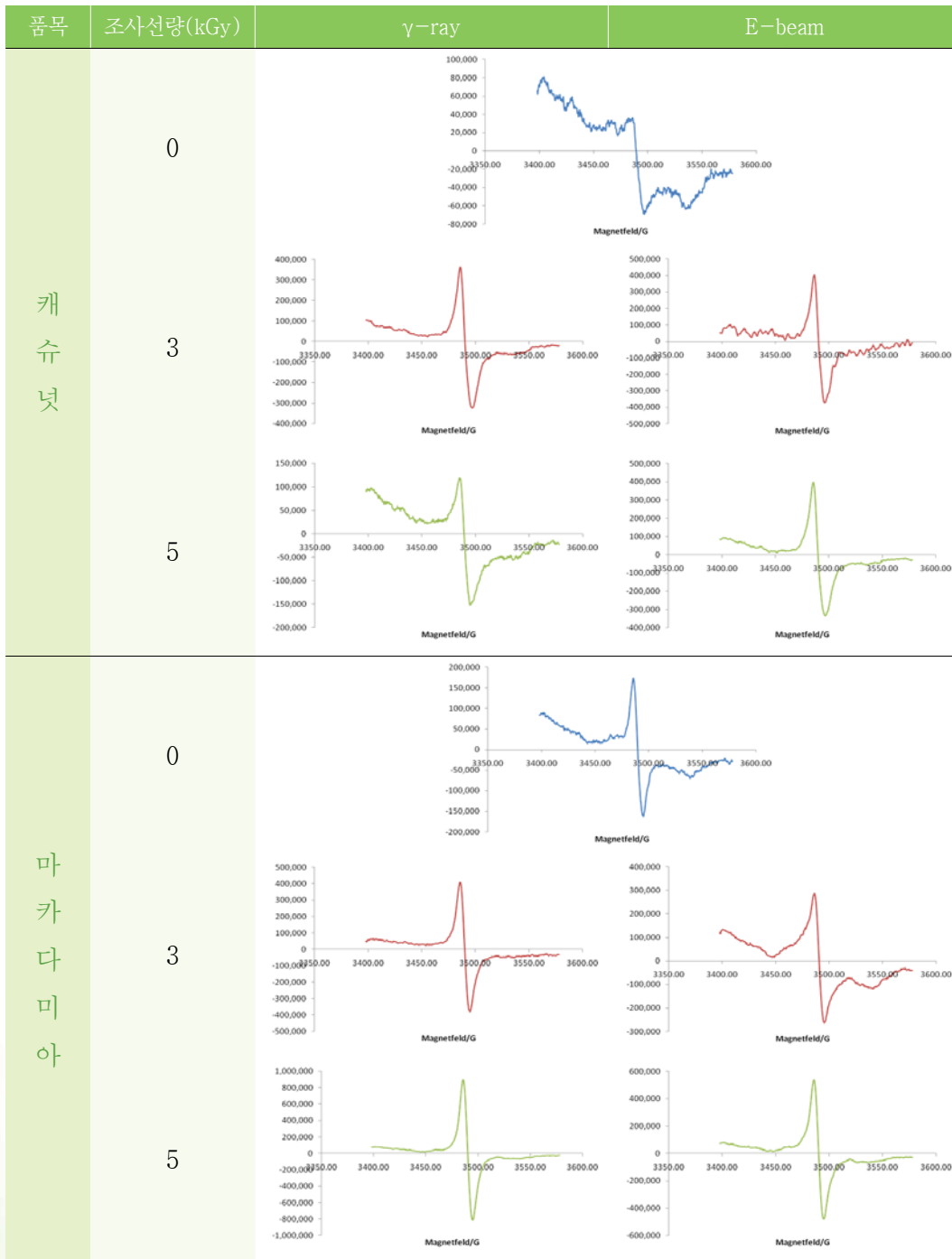


그림 11. 식품별 ESR 스펙트럼(Cont.)

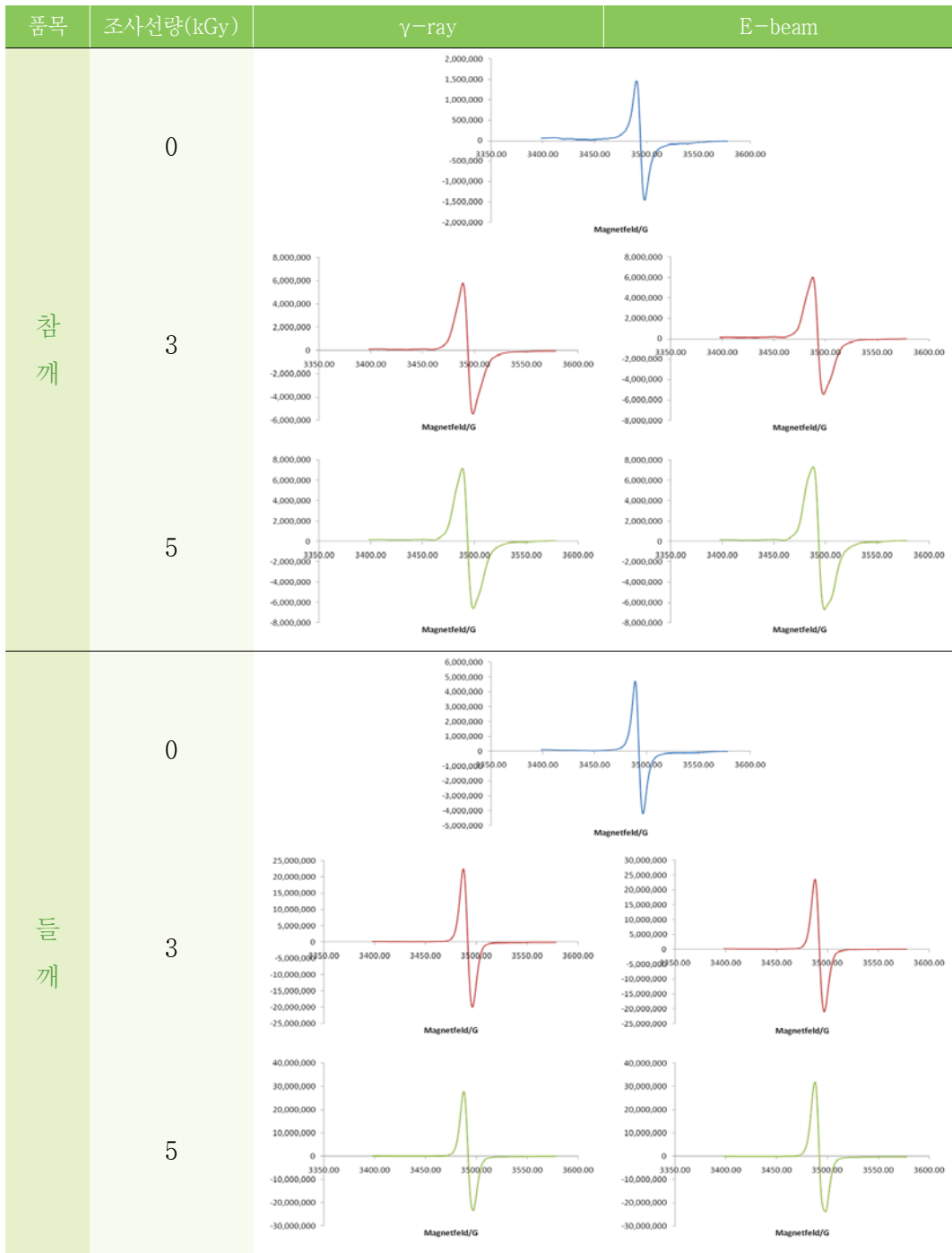


그림 11. 식품별 ESR 스펙트럼(Cont.)



그림 11. 식품별 ESR 스펙트럼(Cont.)

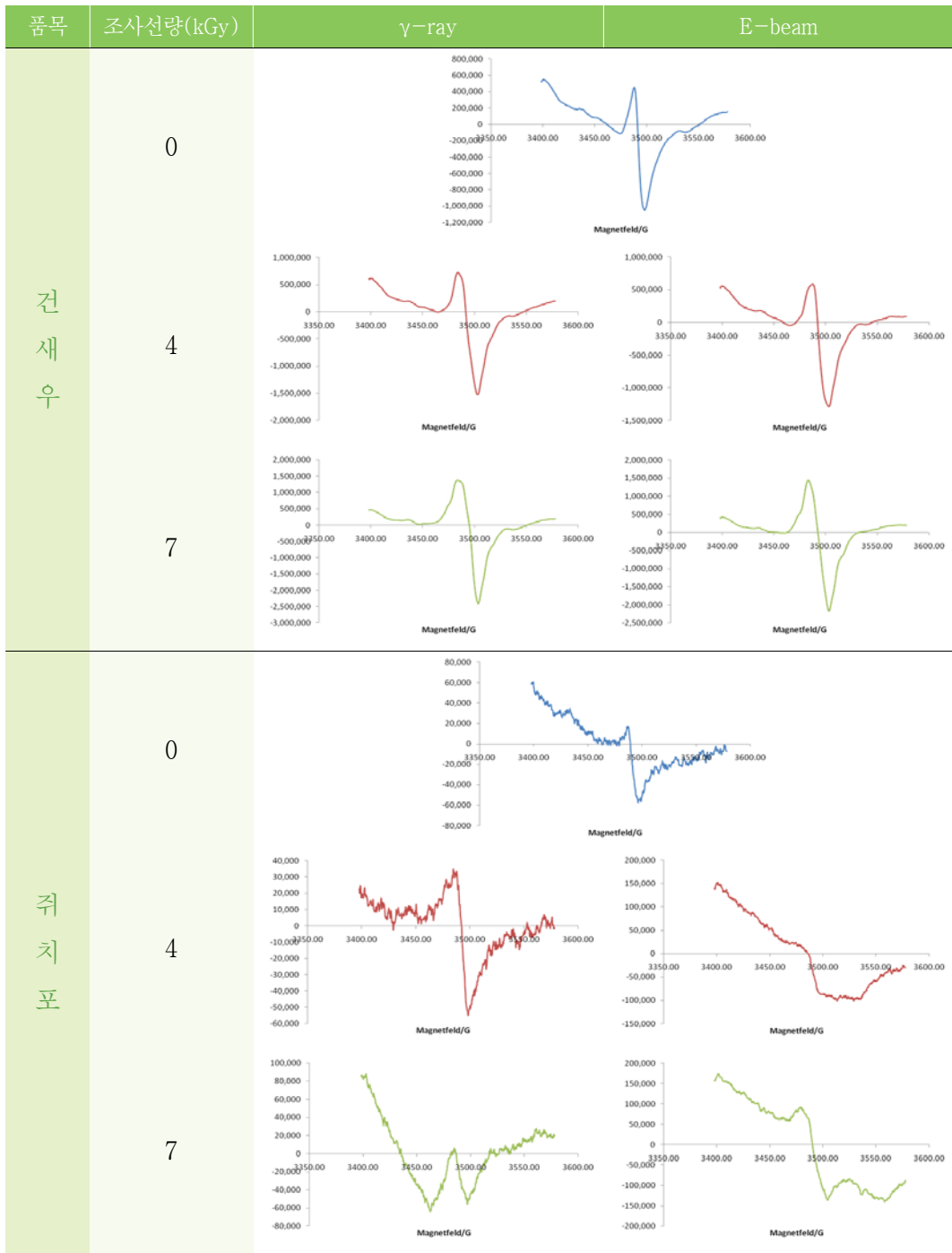


그림 11. 식품별 ESR 스펙트럼(Cont.)

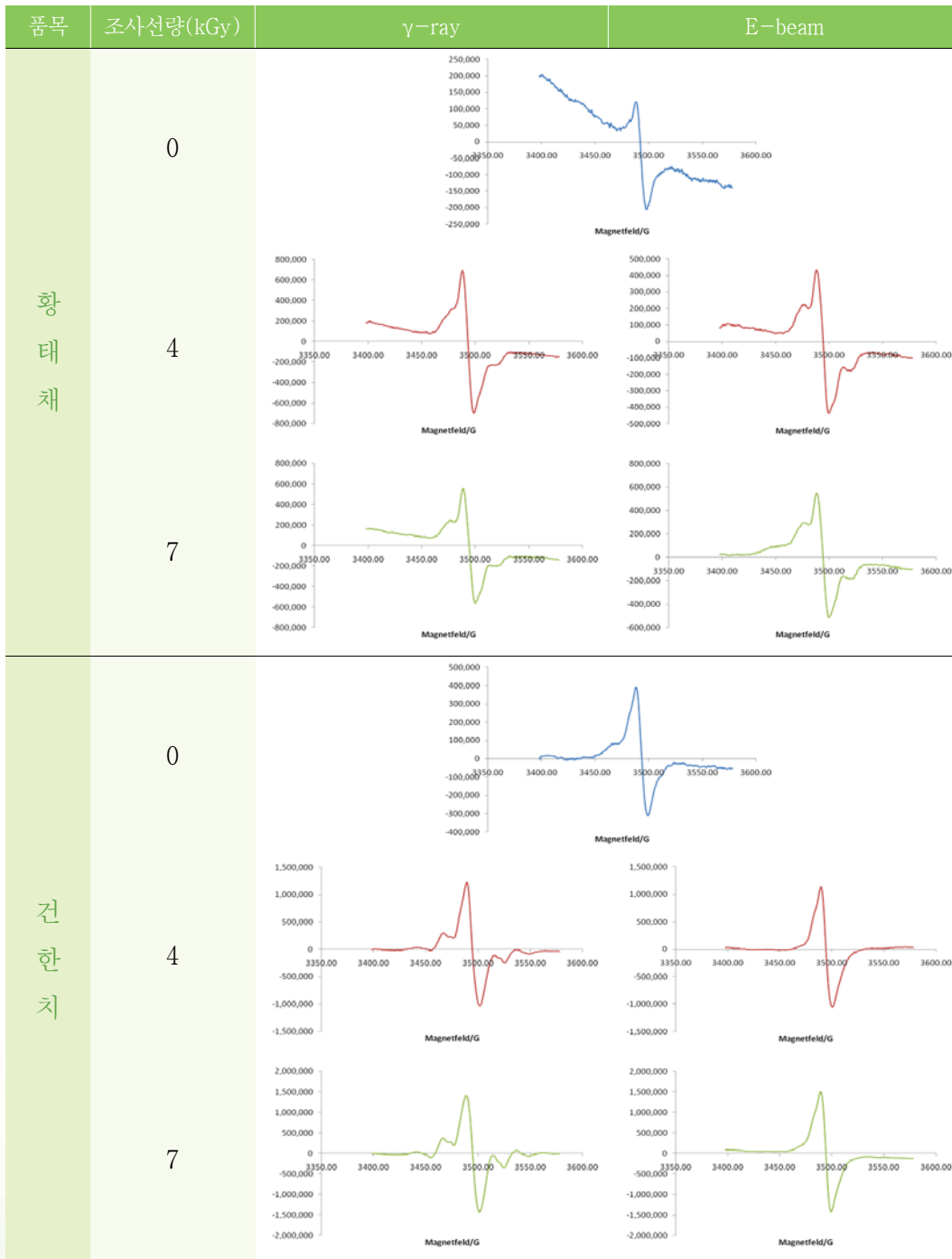


그림 11. 식품별 ESR 스펙트럼(Cont.)

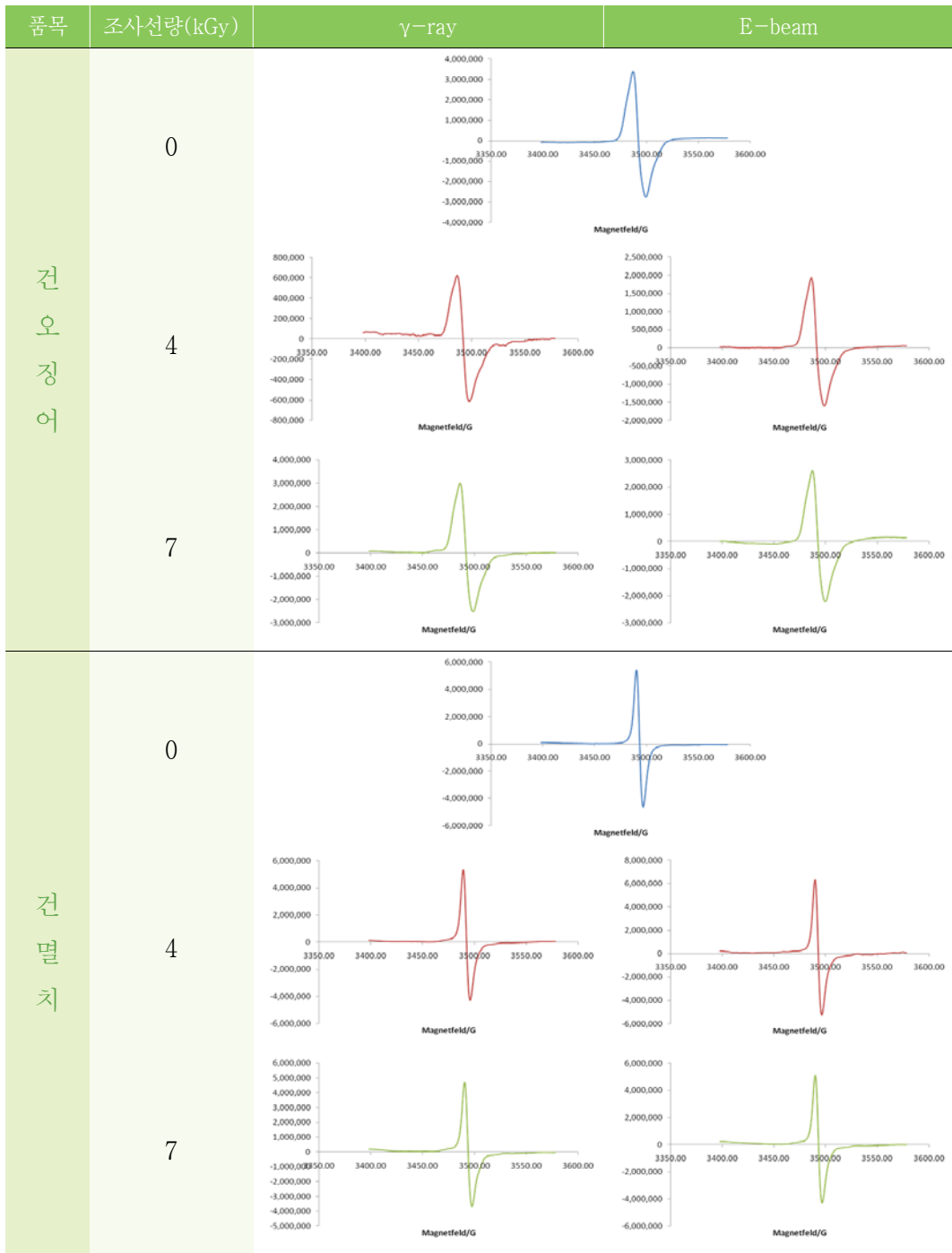


그림 11. 식품별 ESR 스펙트럼(Cont.)

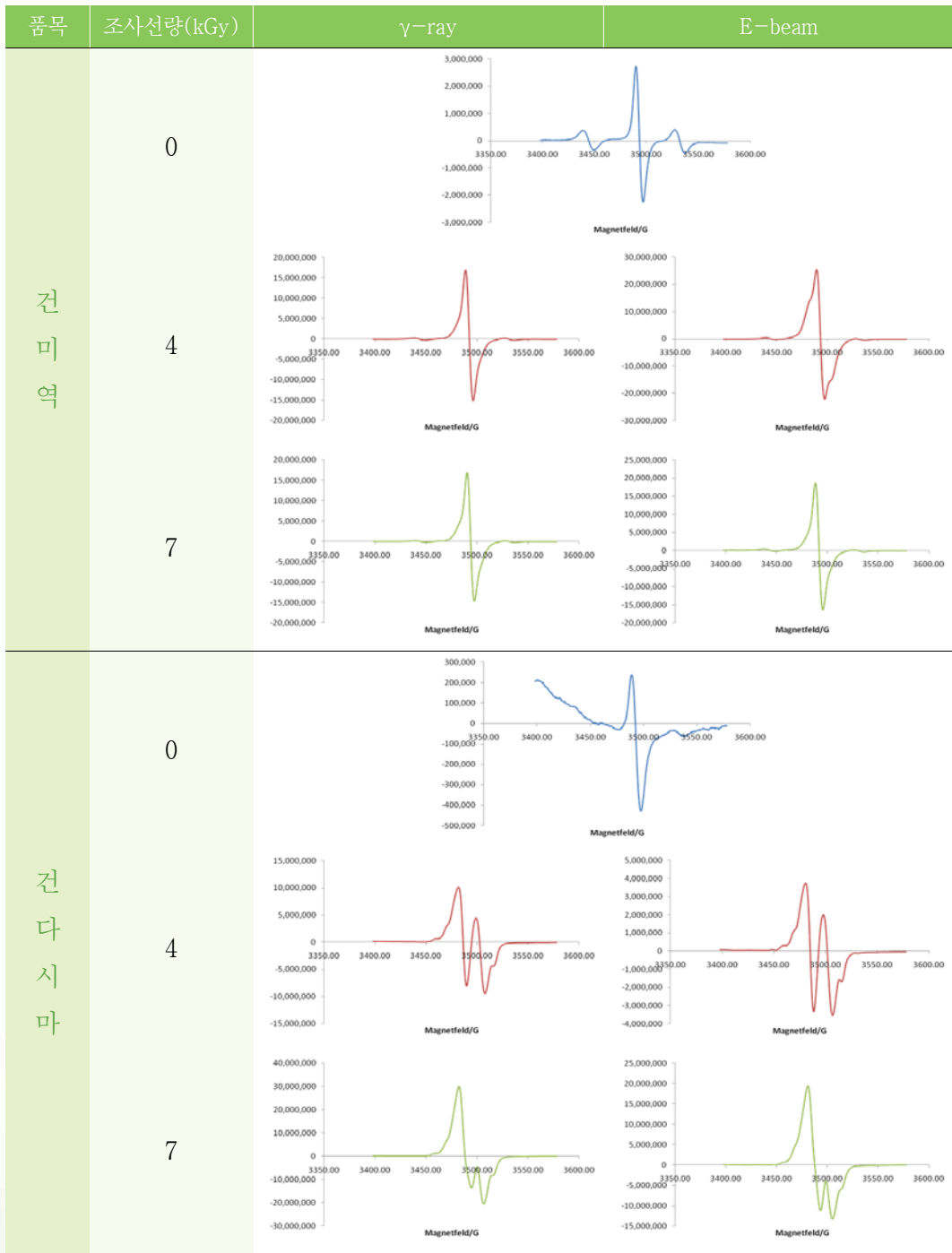


그림 11. 식품별 ESR 스펙트럼(Cont.)

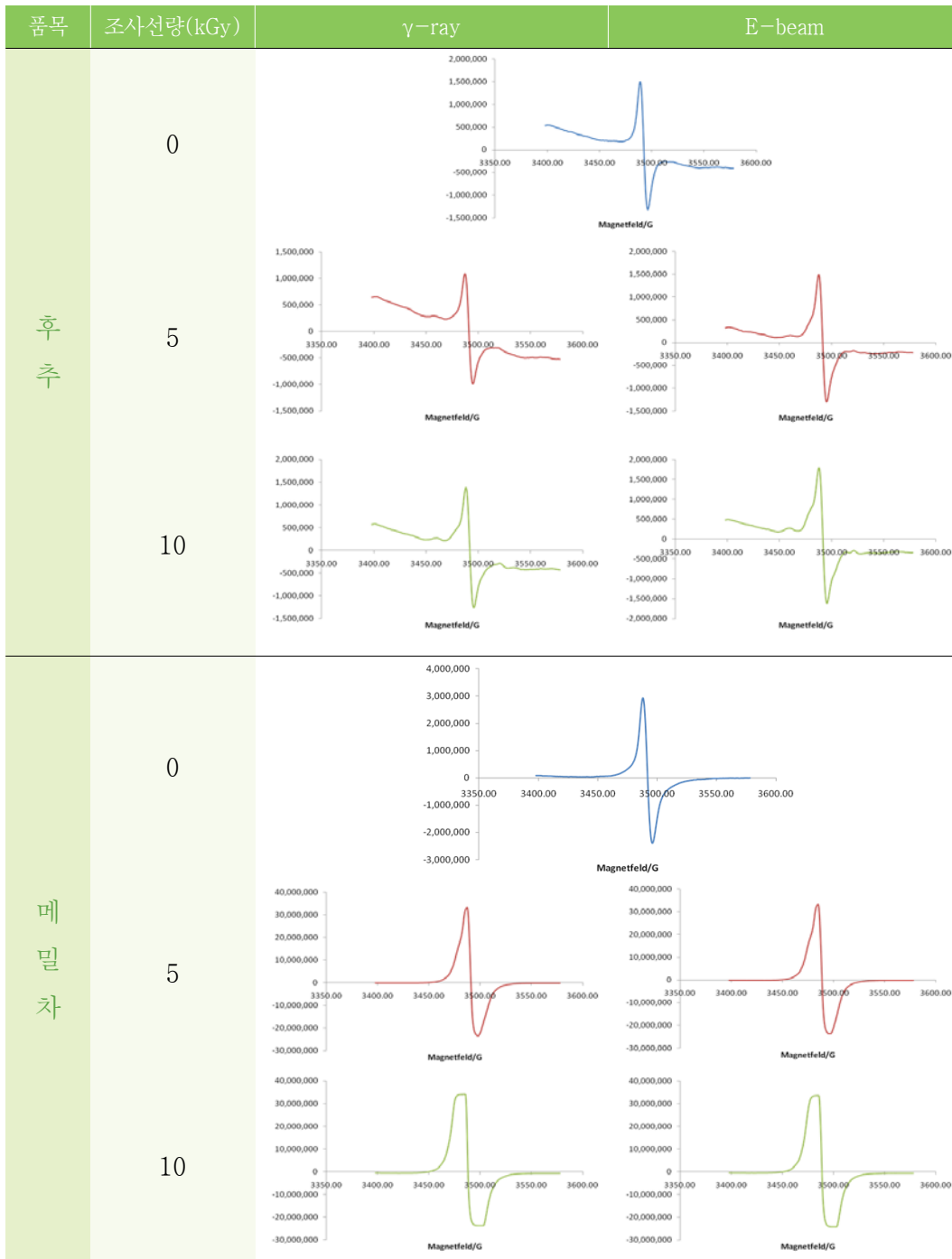


그림 11. 식품별 ESR 스펙트럼(Cont.)

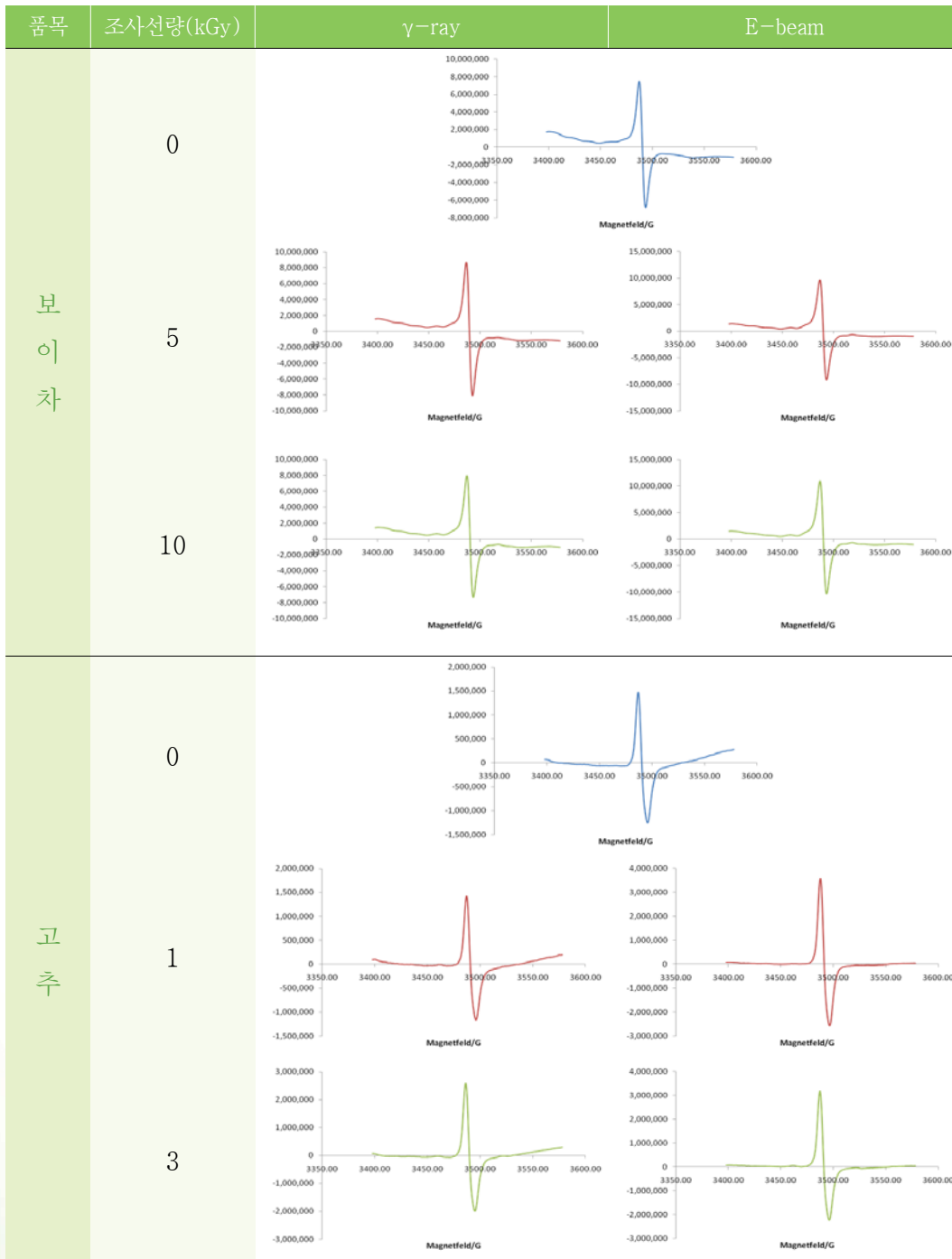


그림 11. 식품별 ESR 스펙트럼(Cont.)

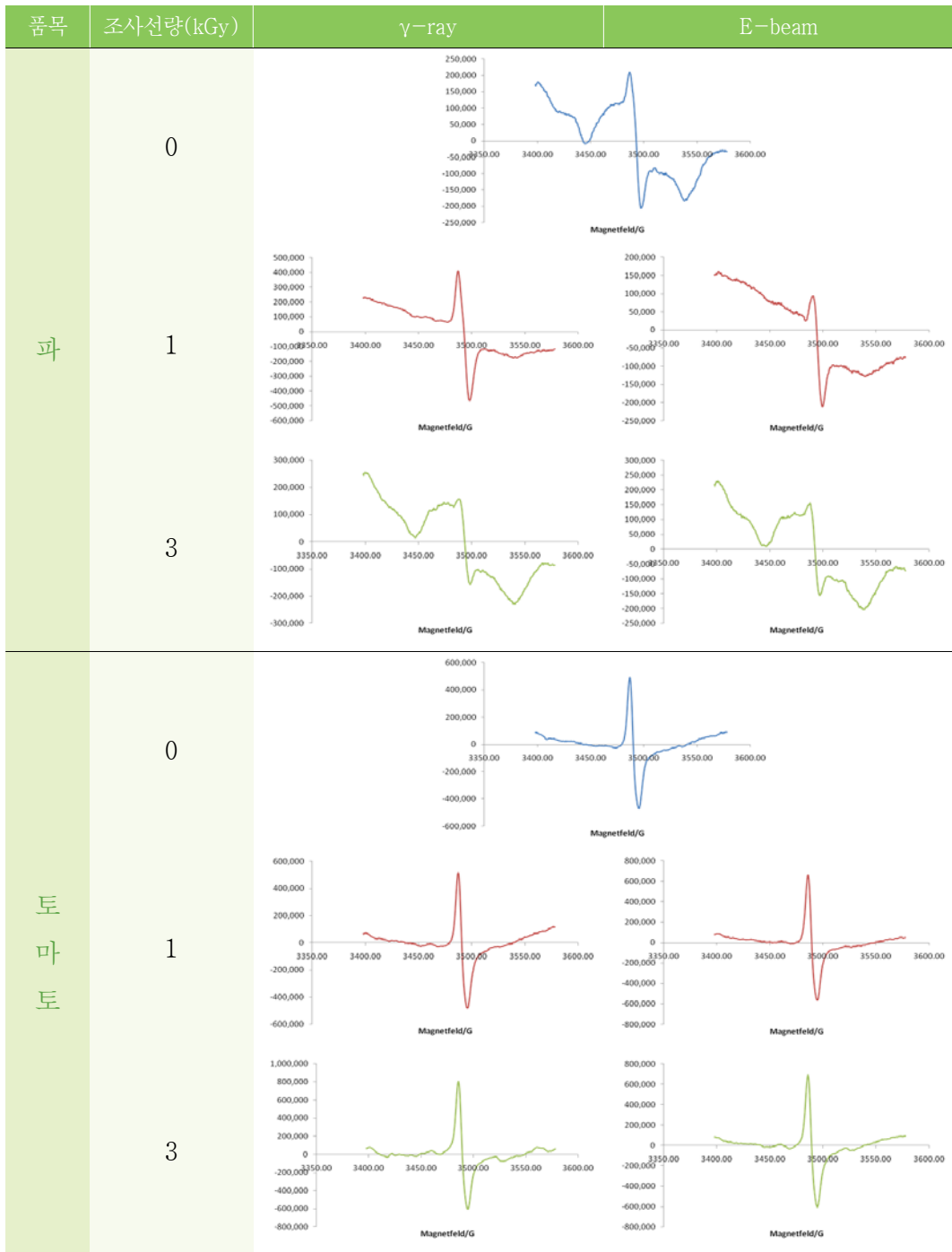


그림 11. 식품별 ESR 스펙트럼(Cont.)

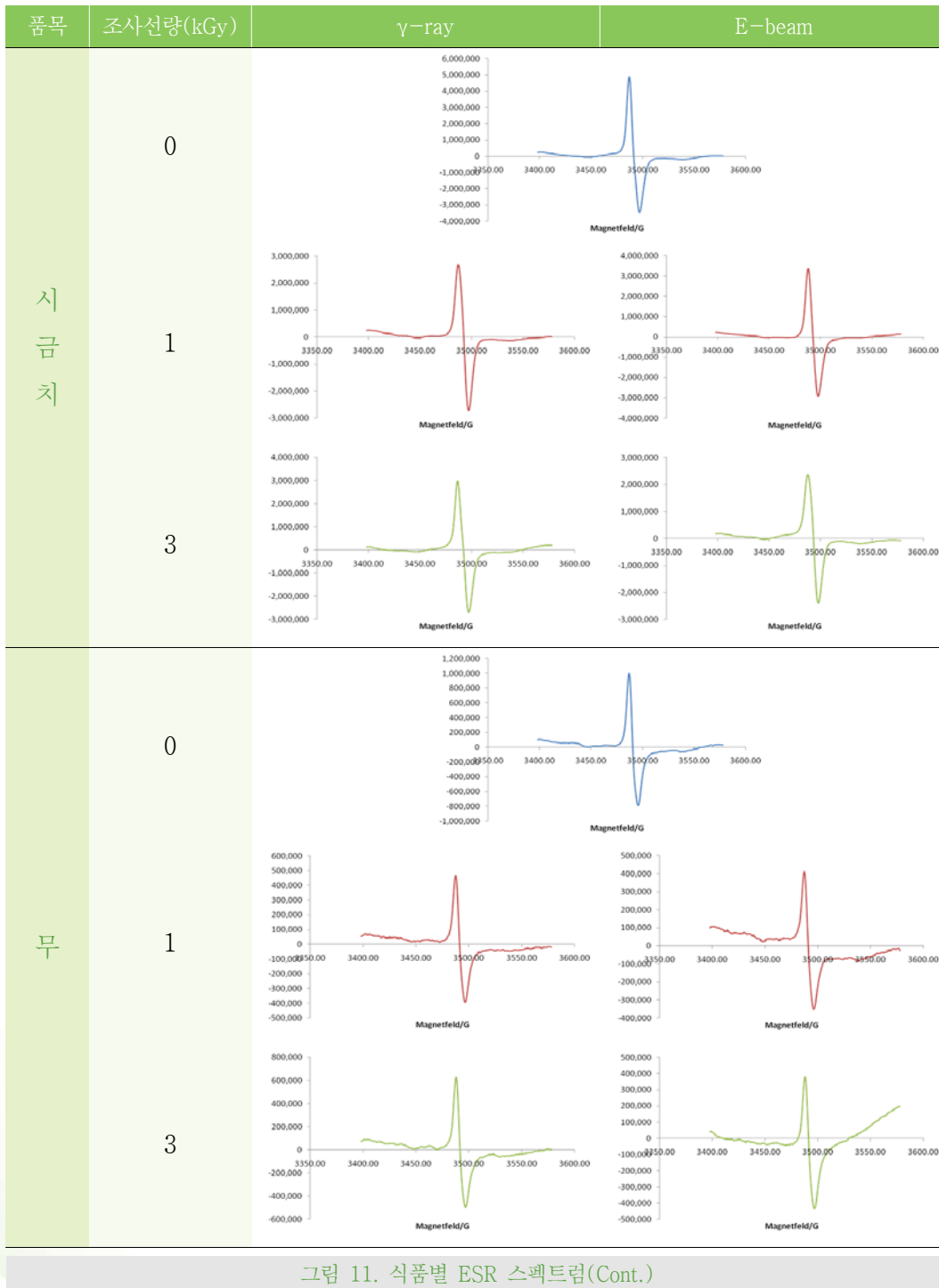


그림 11. 식품별 ESR 스펙트럼(Cont.)

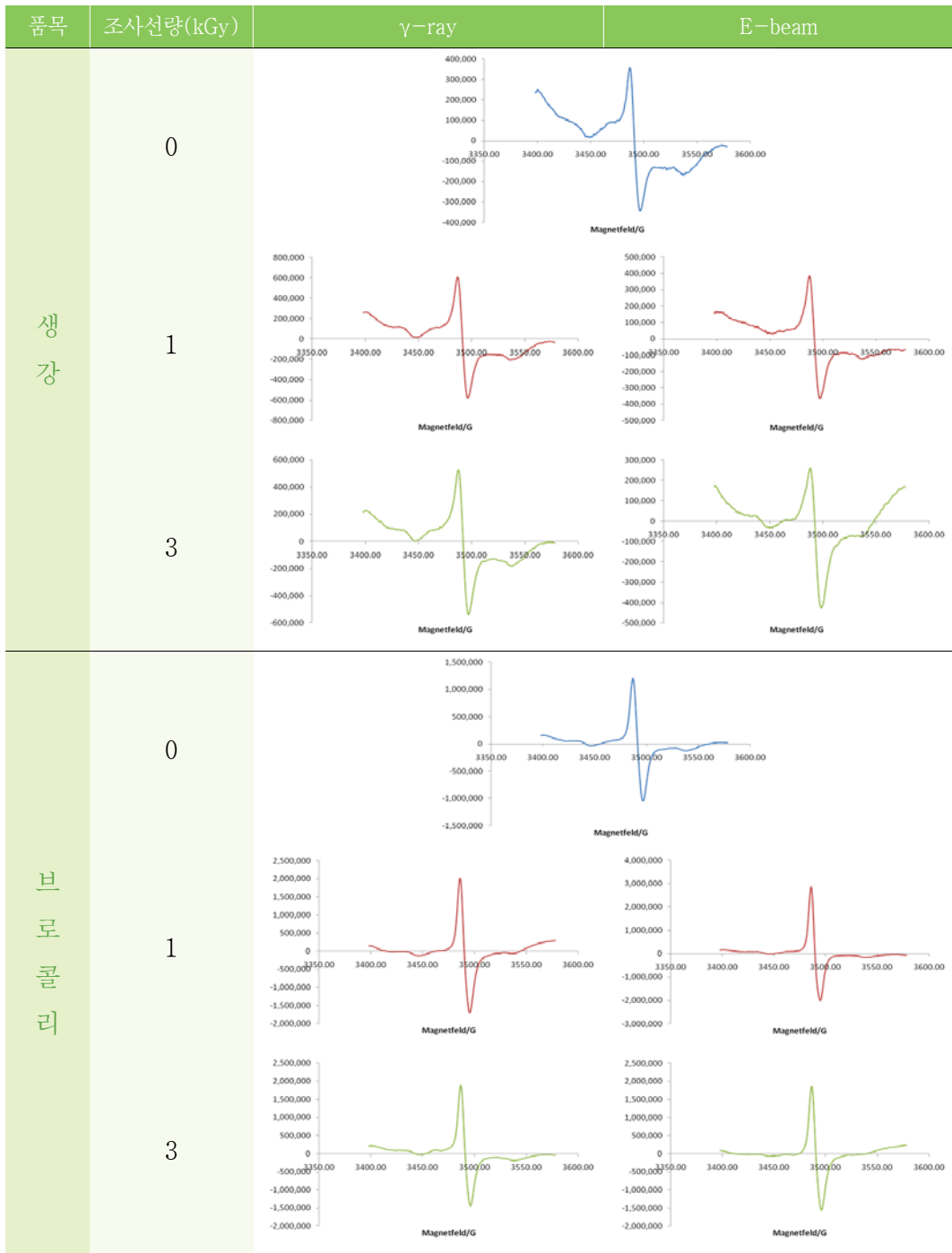


그림 11. 식품별 ESR 스펙트럼(Cont.)

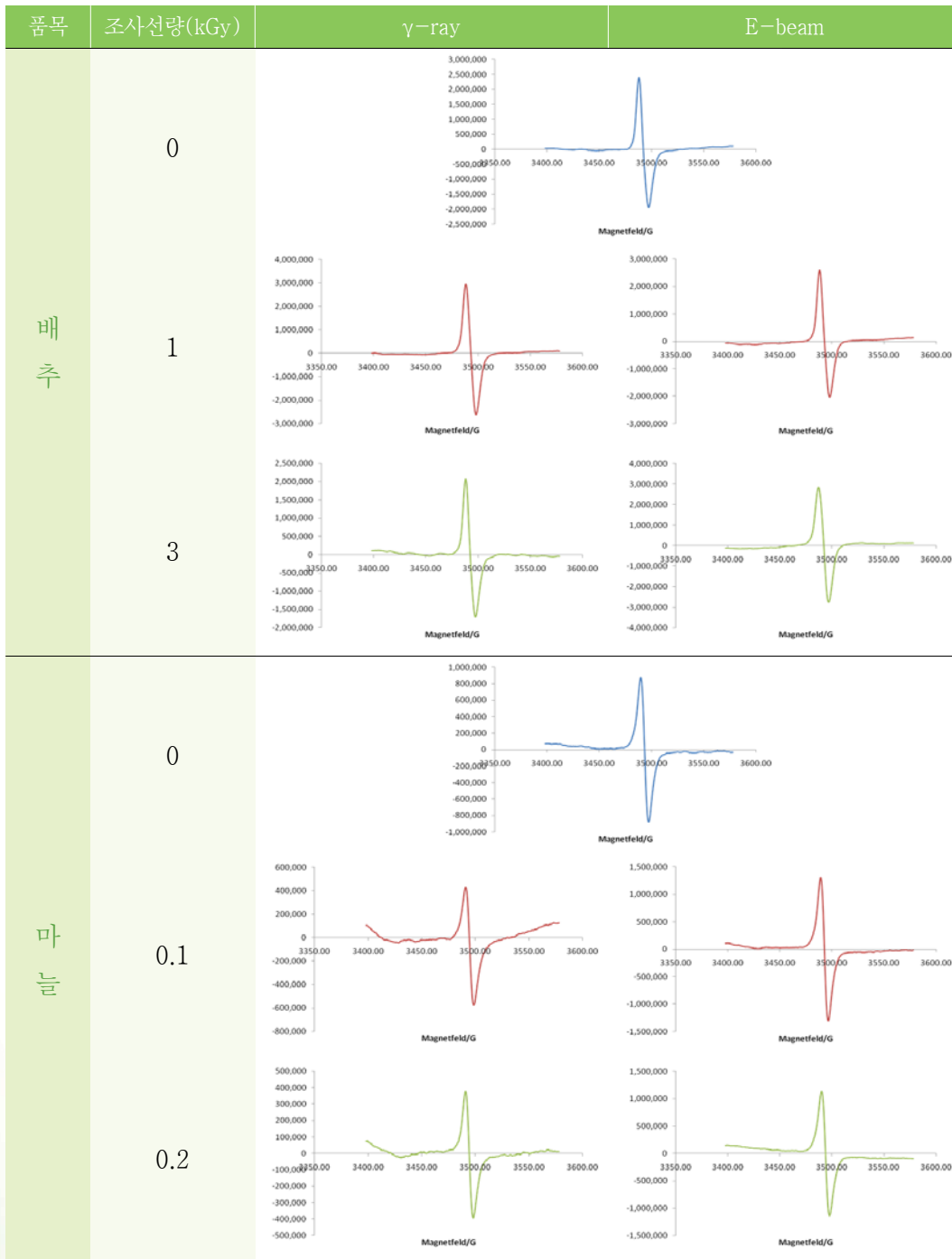


그림 11. 식품별 ESR 스펙트럼(Cont.)

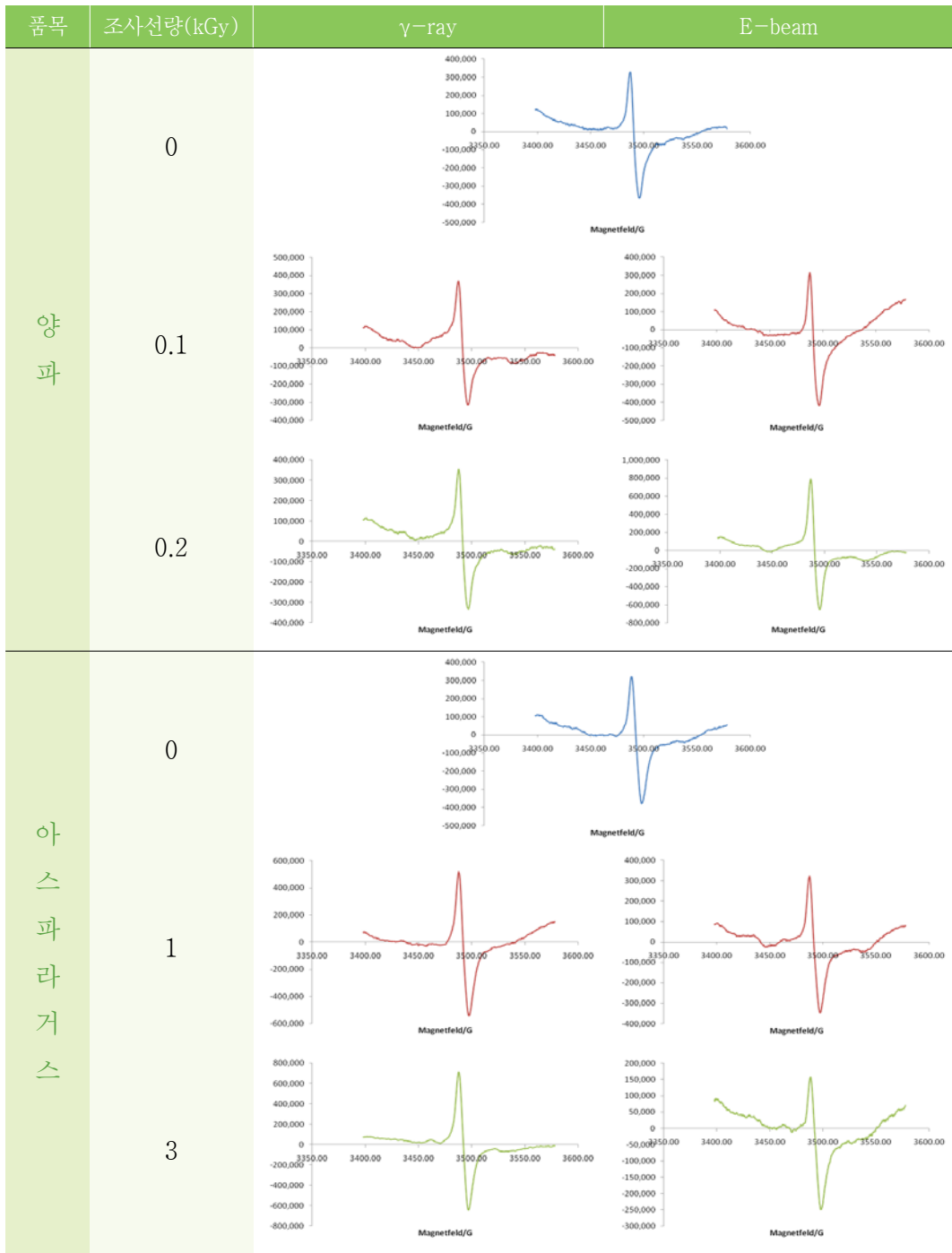


그림 11. 식품별 ESR 스펙트럼(Cont.)

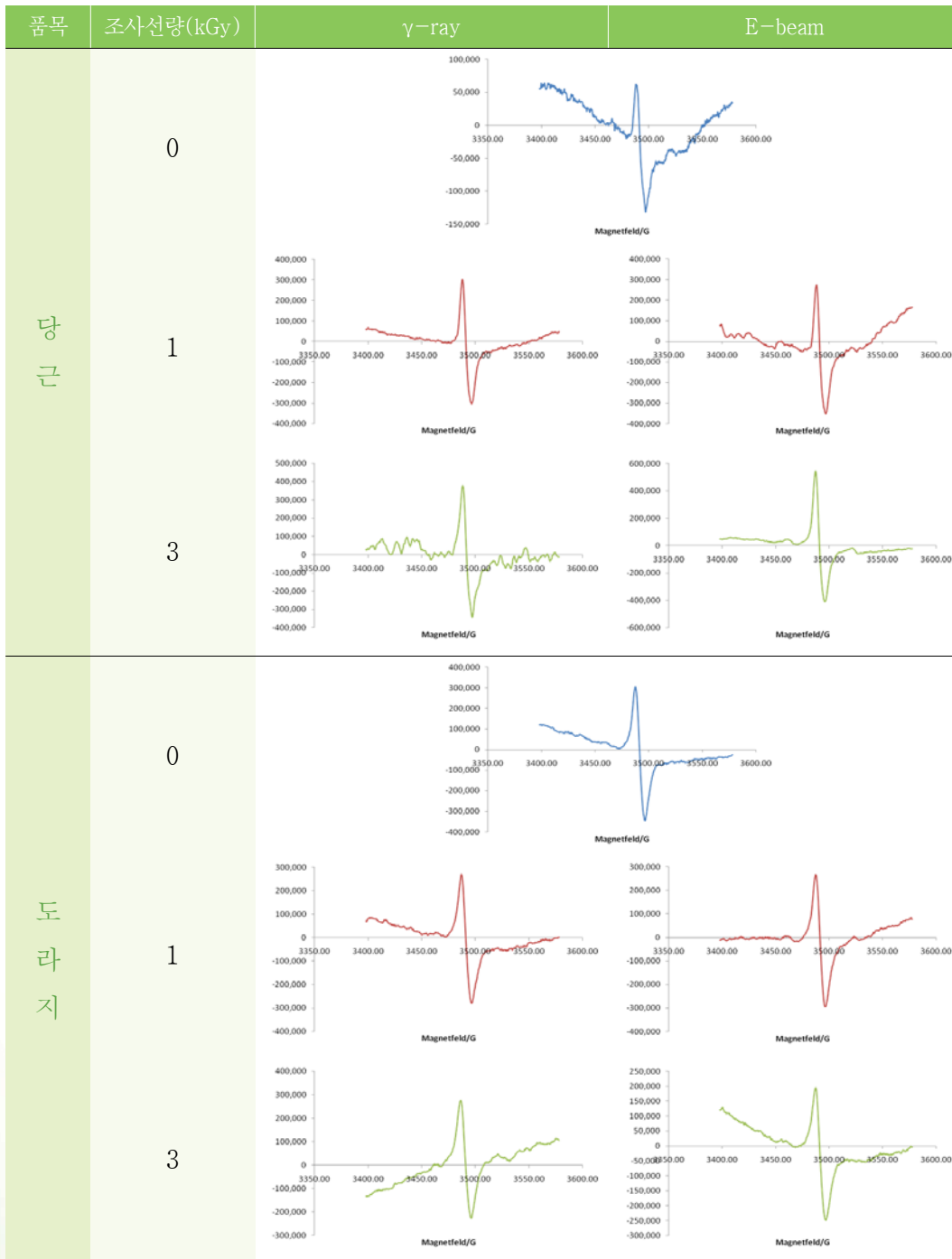


그림 11. 식품별 ESR 스펙트럼(Cont.)

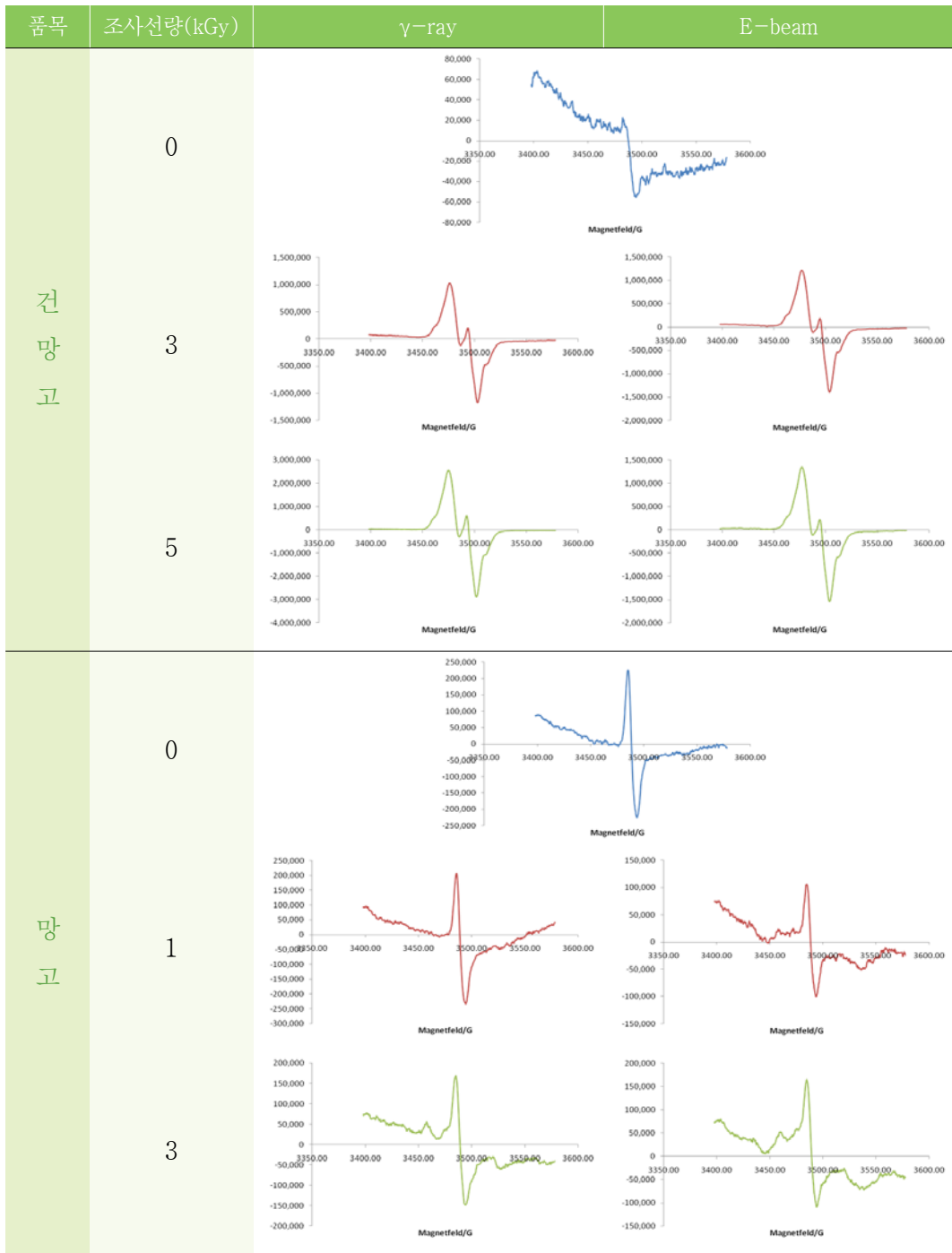


그림 11. 식품별 ESR 스펙트럼(Cont.)

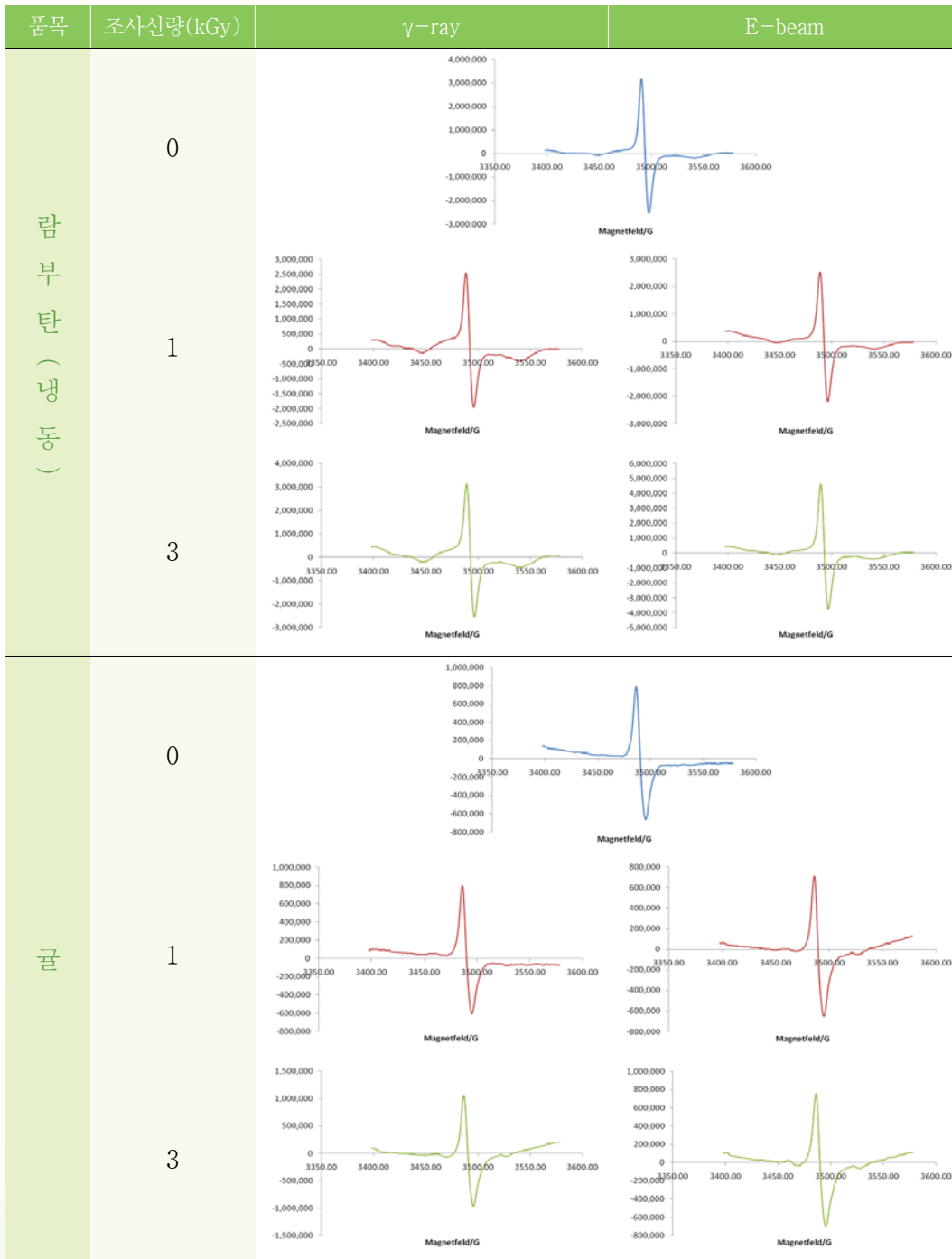


그림 11. 식품별 ESR 스펙트럼(Cont.)

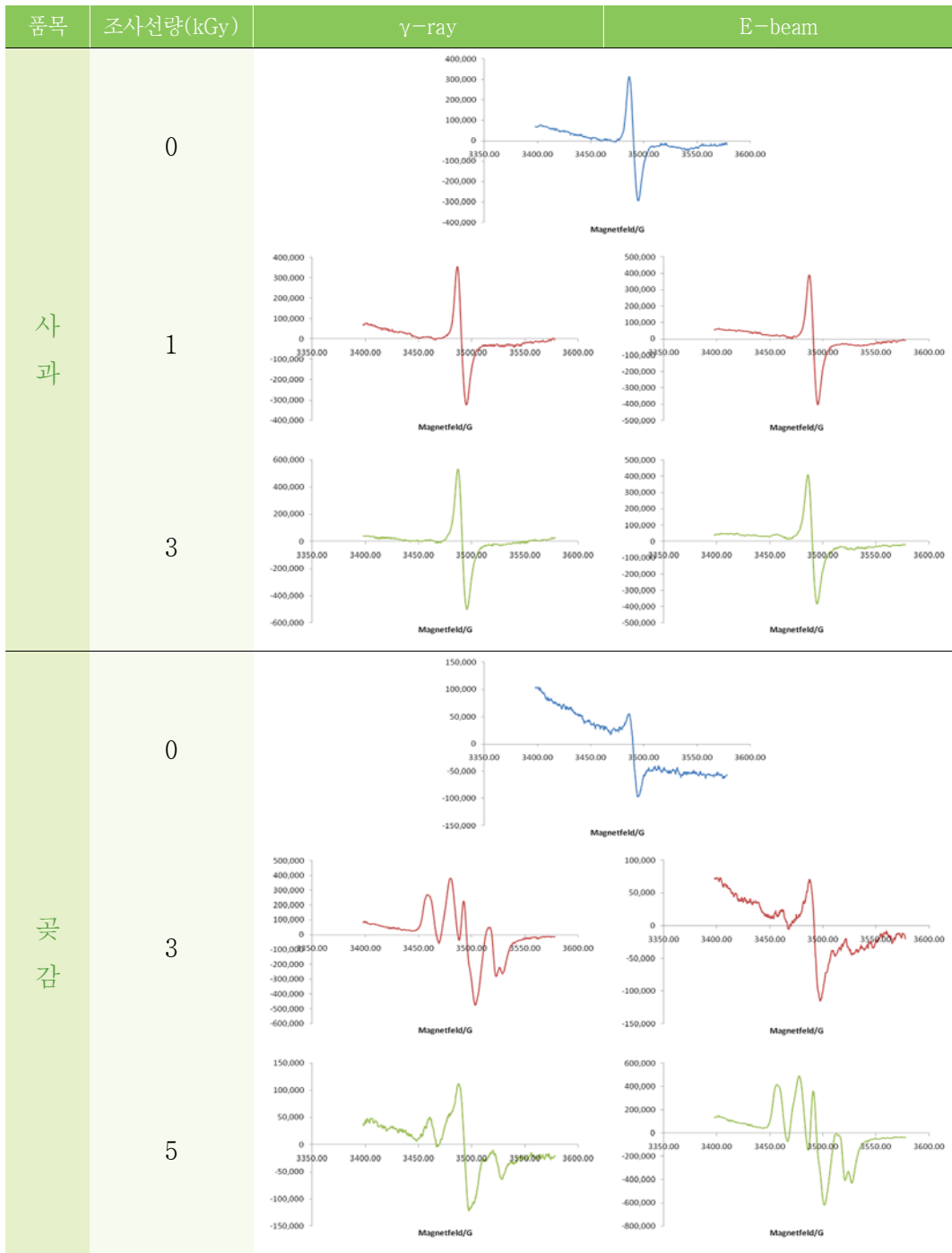


그림 11. 식품별 ESR 스펙트럼(Cont.)

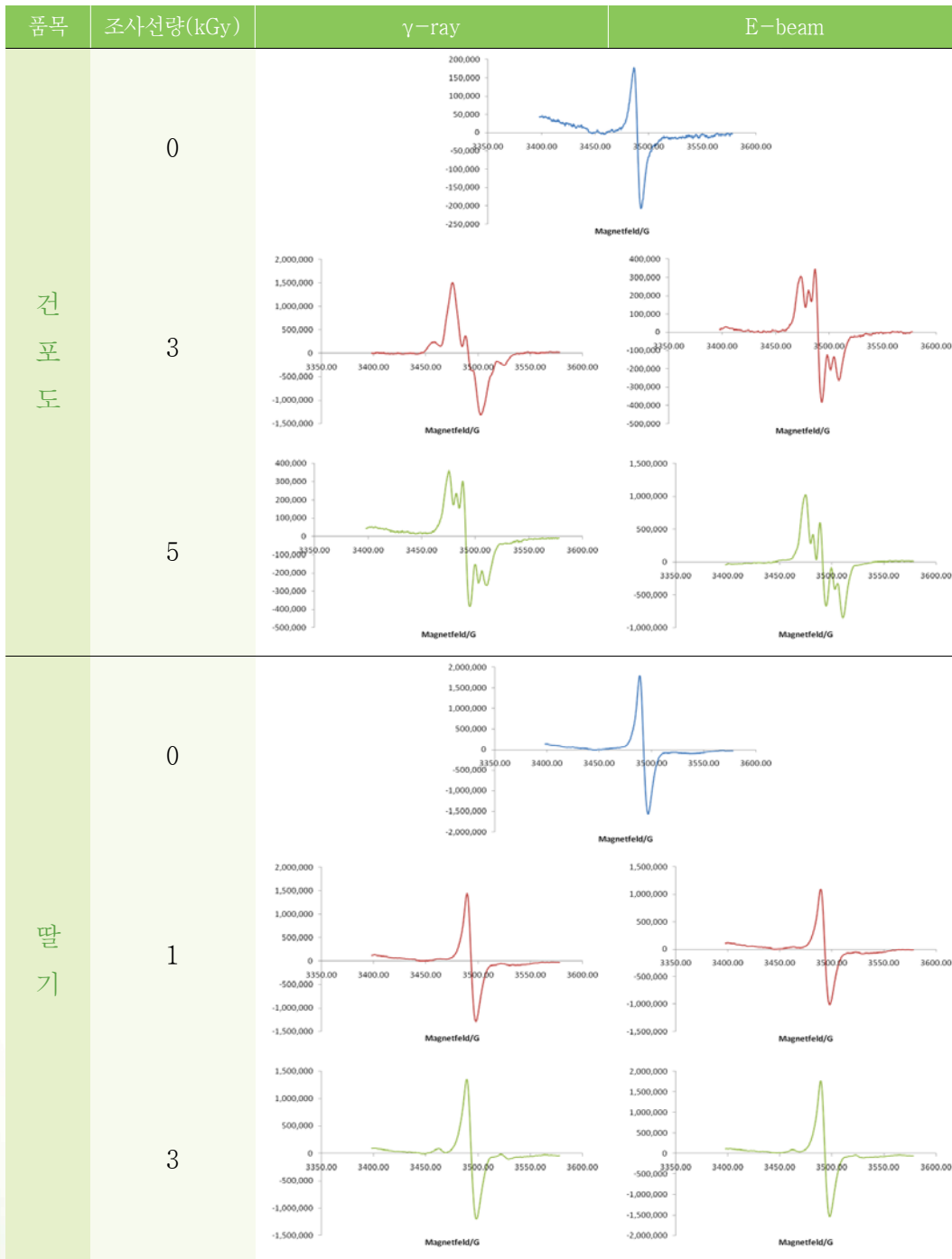


그림 11. 식품별 ESR 스펙트럼(Cont.)

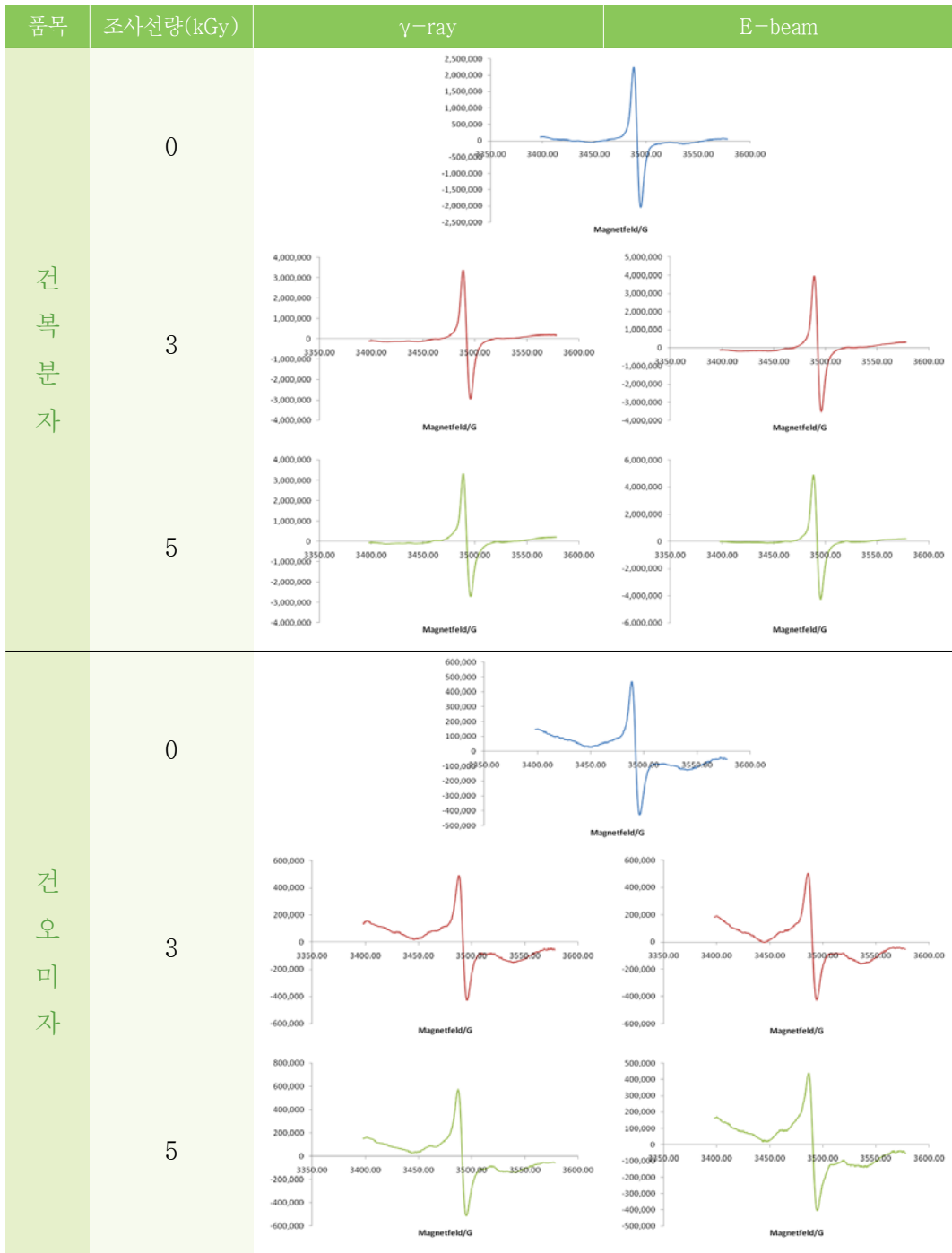


그림 11. 식품별 ESR 스펙트럼(Cont.)

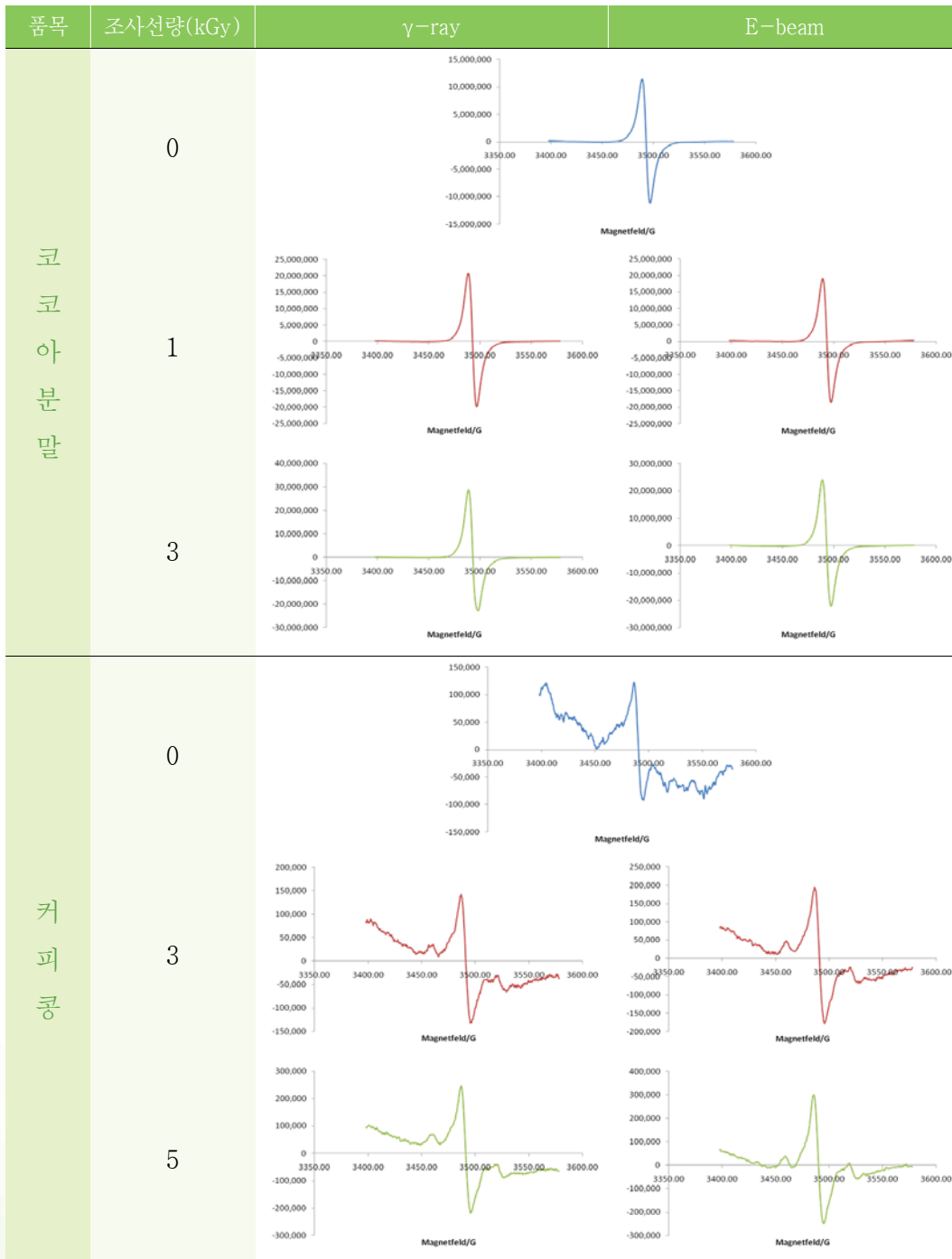


그림 11. 식품별 ESR 스펙트럼(Cont.)

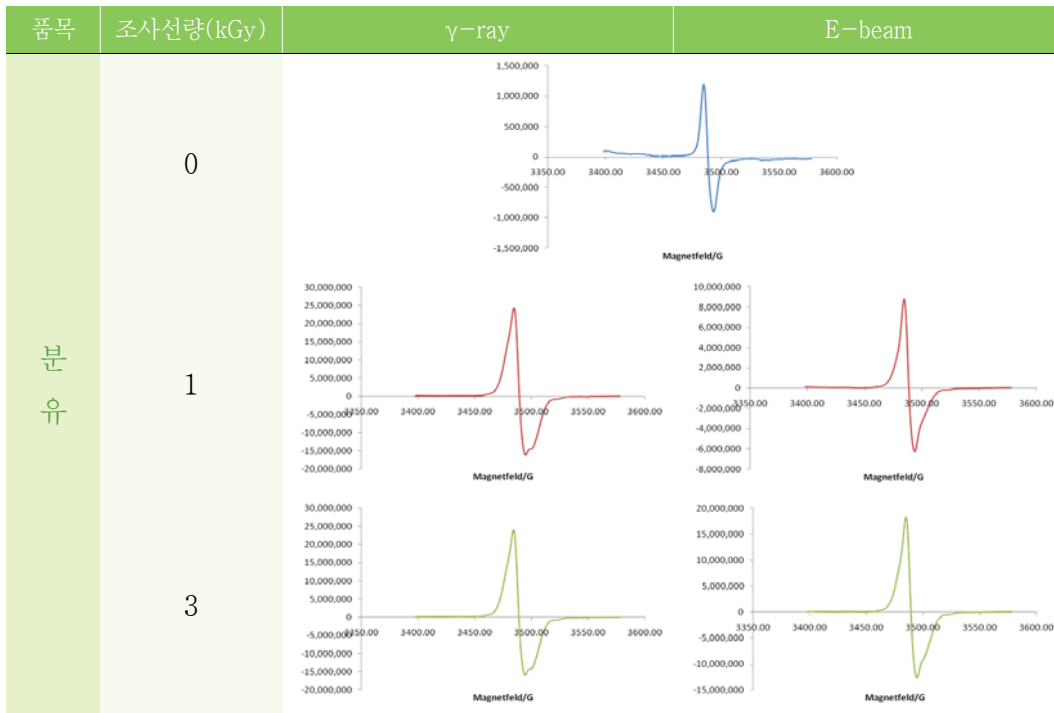


그림 11. 식품별 ESR 스펙트럼(Cont.)





4. 식품별 확인시험법 적용가능성 요약

식품군		PSL	TL	ESR	식품군		PSL	TL	ESR	
서류	감자	++ ¹⁾	+	-	채소류	고추	+	++	-	
	고구마	+	++	-		파	++	++	-	
	췌(건조)	++	++	-		토마토	+	+	++	
견과종실류	도토리분말	+	++	-		시금치	++	++	-	
	아몬드	+	++	-		무	++	+	-	
	땅콩	++	++	-		생강	++	+	-	
	호두	+	++	-		브로콜리	+	++	-	
	잣	+	+	-		배추	++	++	-	
	캐슈넛	+	++	-		마늘	+	++	-	
	마카다미아	-	-	-		양파	+	+	-	
	참깨	++	+	-		아스파라거스	+	++	++	
	들깨	++	++	-		당근	++	+	-	
	호박씨	+	++	-		도라지	++	++	-	
	해바라기씨	+	+	-		건망고	-	++	++	
	어패류	건새우	++	++		-	과일류	람부탄(냉동)	+	++
쥐치포		+	++	-	귤	+		+	++	
황태채		+	++	++	사과	++		+	-	
건한치		+	++	++	꽃감(건시)	+		++	++	
건오징어		+	++	-	건포도	++		++	++	
건멸치		+	++	-	딸기	+		+	++	
해조류	건미역	++	++	-	건복분자	++		++	-	
	건다시마	++	++	++	건오미자	++		++	-	
건조향신료	후추	-	++	++	음료류	코코아분말		-	++	-
다류(침출차)	메밀차	-	++	-		커피콩(생두)		++	++	++
	보이차	-	++	-	우유류	분유	-	-	-	

¹⁾Abbreviations : -, 적용가능성 매우 낮음, +; 적용가능성 낮음, ++; 적용가능성 높음.



조사식품의 분석 지침서Ⅱ

참고문헌



참고문헌

1. 권중호 : 방사선 조사식품에 대한 이해와 확인. 식품의약품정보, 2002, 9, 10~13
2. 권중호 : 조사식품의 안전성과 이해(Safety and Understanding of Irradiated Food). 식품안전 총서2(한국식품안전연구원)(2010)
3. 김경수 : 조사식품의 화학적 검사법의 원리와 최신 연구동향. 식품조사 국제심포지엄, 2011, 217-240
4. 김규현, 최은진, 장호원, 신춘식, 김문영, 황초롱, 김은정, 조태용, 박건상, 강명희, 김재이, 김진숙, 박순희, 성락선, 장영미, 윤혜성, 한상배 : 광자극발광법, 열발광법 및 전자스핀공명법을 이용한 국내 방사선 조사 허용 외 식품에 대한 검지법 적용 연구. 한국식품위생안전성학회지, 2012, 27(3), 233~246
5. 김병근, 임상용, 송현과, 윤혜정, 권중호, 김동호 : 감마선 조사된 알로에 베라의 PSL, TL 및 ESR 검지 특성. 한국식품저장유통학회지, 2006, 13(1), 61~65
6. 정형욱, Delincee, H., 권중호 : 방사선 조사식품의 검지방법 연구. 식품공업, 1999, 148, 55~71
7. 정형욱, 박성국, 한상배, 최동미, 이동하 : 방사선 조사 복합조미식품과 향신료의 확인을 위한 PSL-TL의 적용. 한국식품위생안전성학회지, 2008, 23(3), 206-211
8. Codex Alimentarius Commission. Codex general standard for irradiated foods and recommended international code of practice for the operation of radiation facilities used for the treatment of foods. CAC/VOL. XV. FAO, Rome, 984.
9. Delincee H. Detection of food treated with ionizing radiation. Trends in Food Science and Technology. 9, 73-82(1998)
10. European Standard EN 1784. Detection of irradiated food containing fat Gas chromatographic analysis of hydrocarbons. European committee for standardization, Brussels, Belgium(2002)

11. European Standard EN 1787. Foodstuffs- Detection of irradiated food containing cellulose by ESR spectroscopy. European committee for standardization, Brussels, Belgium(2000)
12. European Standard EN 1788. Foodstuffs- Thermoluminescence detection of irradiated food from which silicate minerals can be isolated. European committee for standardization, Brussels, Belgium(2001)
13. European Standard EN 13708. Foodstuffs- Detection of irradiated food containing crystalline sugar by ESR spectroscopy. European committee for standardization, Brussels, Belgium(2002)
14. European Standard EN 13751. Foodstuffs- Detection of irradiated food containing bone - method by ESR spectroscopy. European committee for standardization, Brussels, Belgium(1997)
15. European Standard EN 13751. Foodstuffs- Detection of irradiated food using photostimulated luminescence. European committee for standardization, Brussels, Belgium(2002)
16. FAO/WHO CODEX STAN. General Codex Methods for The Detection of Irradiated Foods, CODEX STAN 231-2001, Rev. 1(2003)
17. FAO. Codex Alimentarius Standards and Codes. Accessed at www.codexalimentarius.net/web/standardm(2007)
18. IAEA. Analytical detection methods for irradiated foods. A review of current literature. IAEA-TECDOC-587, 172(1991)
19. IAEA. Clearance of item by country(2006)
20. MFDS. Food Code. pp.2-1-12. Ministry of Food and Drug Safety. Seoul. Korea(2013)
21. International Atomic and Energy Agency(IAEA). Irradiated Food Authorization Database(IFA). Available from <http://nucleusiaea.org/ifa/FoodAuthorasationDisplay.aspx>. Accessed February 3(2014)
22. Desrosiers, M.F. γ -Irradiated seafoods : Identification and dosimetry of electron paramagnetic resonance spectroscopy. Journal of Agricultural and Food chemistry, 37, 96-100(1989)

NATIONAL INSTITUTE OF FOOD AND DRUG SAFETY EVALUATION

IV

조사식품의 분석 지침서Ⅱ

부 록

- 광자극발광법(PSL)
- 열발광법(TL)
- 전자스핀공명법(ESR)
- 기체크로마토그래프/질량분석법(GC/MS)
- 국내 허용 및 비허용 품목·시험법별 DB 구축 현황(2003~2014)



IV 부록

광자극발광법(Photostimulated Luminescence, PSL)

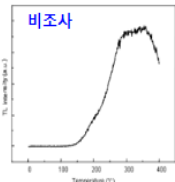
- 광물질은 조사에 의해 에너지가 저장되고 일정온도의 적외선을 쬐이면 에너지를 방출하는데 이때 방출하는 빛의 양을 측정하여 조사여부를 판정하는 방법
 - ▶ PSL marker: photon counts/60 sec
 - ▶ Rapid, non-destructive measurement
 - ▶ Affected by light, temperature, storage time, moisture, amount and composition of mineral
- Screening test for the unknown samples



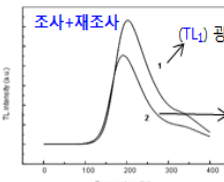
- 페트리접시에 검체를 고르게 펼쳐 담는다.
 - ※ 검체는 페트리접시에 담을 수 있는 크기로 절단 또는 분말화 한다.
 - ※ 각 측정 검체의 무게는 동일하게 한다.
- 파라필름으로 밀봉한다.
- 2회 측정하며 측정값이 상이한 경우 추가 4회 반복하여 가장 높은 2회 측정값을 최종 측정값으로 한다.
 - ※ 측정은 차광조건에서 실시한다.

열발광법(Thermoluminescence, TL)

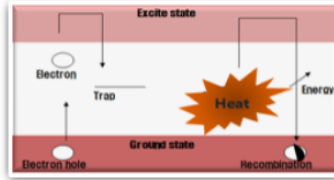
● 광물질은 조사에 의해 에너지가 저장되고 일정온도의 열에 노출되면 에너지를 방출하는데 이때 방출하는 빛의 양을 측정하여 조사여부를 판정하는 방법



비조사



조사+재조사



(TL₁) 광물질로부터 측정된 글로우 곡선
 (TL₂) 재조사 하고 동일한 조건으로 측정하는 글로우 곡선

(TL ratio) 주어진 온도범위(150-250°C)에서 TL₁/TL₂ 면적값
 (판정) TL ratio 0.1 이상(조사), 0.1 미만(비조사)

Parameters	Conditions
System	TL/OSL-DA-15, RISO National Lab., Denmark
Temp. rate	5°C/sec
Maximum temp.	300°C
Anneal temp.	500°C(5 sec)
Gas	N ₂ gas(99.999%)



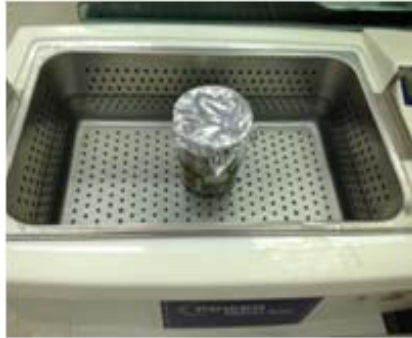
1. 검체 일정량(식품공전 참고)을 1,000 mL 비커에 담고 검체가 모두 잠길 정도로 증류수를 채운다.

※ 분말의 경우 회석 될 때까지 저어준다.





2. 검체를 증류수에 담아 5분간 초음파 처리한다.



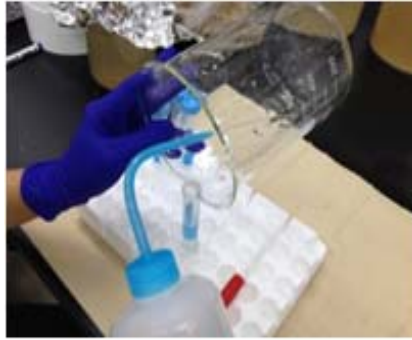
3. 검체에 증류수를 가하며 표면의 광물질을 씻어 분리한다(여과포통, 여과포 이용).
 ※ 검체의 표면이 충분히 씻기도록 반복하며, 여과포는 재사용 하지 않는다.



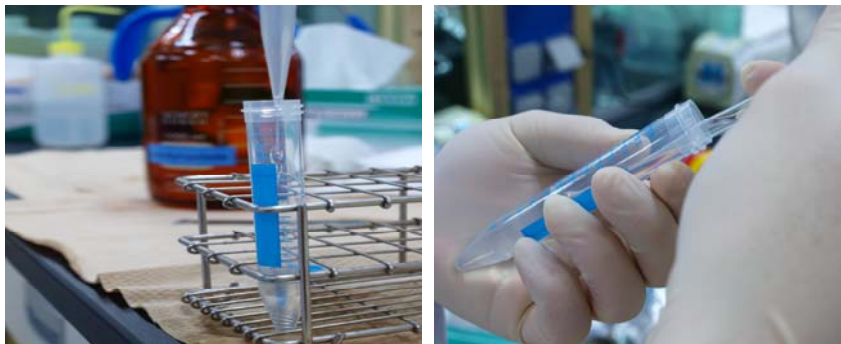
4. 여과액을 5분간 정치한 뒤 상층액을 제거한 다음 가라앉아 있던 유기물과 무기물을 한곳에 모은다.

5. 증류수로 희석한 뒤 상층액은 제거하고 유기물과 무기물을 분리한다(3~5회 반복).
 ※ 광물질인 미네랄은 유기물보다 무거워서 가라앉는다.

6. 침전물을 15 mL 원심분리용기에 옮겨 실온에서 5분간 방치하거나, 1분간 원심분리 (1,000 g)하여 광물질을 침전시킨 후 진공펌프를 이용하여 증류수와 유기물을 제거한다.

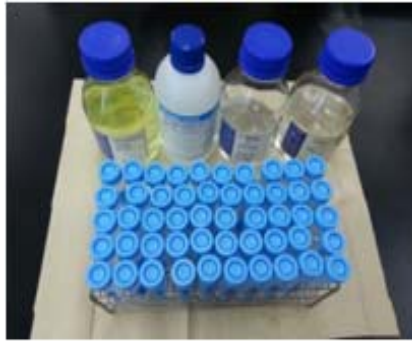


7. 텅스텐산나트륨 용액(2.0 g/mL) 5 mL를 넣고 초음파처리한 후 2분간 원심분리 (1,000 g)한다.
8. 진공펌프를 이용하여 텅스텐산나트륨 용액과 유기물, 증류수를 제거한다. 소량 남아 있는 텅스텐산나트륨 용액을 제거하기 위하여 증류수 5 mL를 가하여 희석한 후 물을 제거한다(2회 반복).





9. 1 N 염산 2 mL를 가하여 10분간 방치한 뒤 다시 1 N 암모니아수 2 mL를 가하고 10분간 방치한다(단, 6 N 염산을 처리한 경우 이 과정을 생략함).



10. 진공펌프를 이용하여 염산과 암모니아수를 제거하고 증류수 5 mL를 가하여 세척 및 제거 과정 2회 후 다시 아세톤 5 mL를 가하여 세척 및 제거과정을 2회 반복한다.
11. 조제된 광물질 약 0.1~5.0 mg을 측정용기에 옮기고 실리콘스프레이를 이용하여 고정시킨 후 50°C에서 16시간 동안 방치한다.
- ※ 광물질이 담긴 측정용기는 페트리접시에 실리콘스프레이를 이용하여 고정 및 보관한다.



12. TL 측정

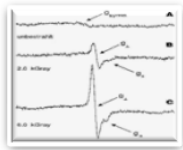
※ 초기온도: 50°C, 온도상승률: 5°C/초, 최종온도: 350~500°C, 질소(99.999% 이상)



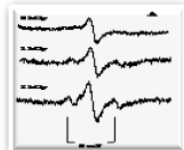


전자스핀공명법(Electron Spin Resonance spectroscopy, ESR)

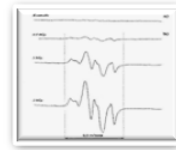
- 뼈, 셀룰로오스 및 결정형 당을 함유한 식품에 조사처리 하면 생성되는 자유라디칼(Free radical)을 분광학적으로 측정
- 자장에 의하여 전자가 공명한 후 방출하는 에너지의 차이를 측정하여 방사선 조사여부를 판정하는 방법



<뼈 함유 식품>
하이드록시아파타이트(Hydroxyapatite)
유래 라디칼



<셀룰로오스 함유 식품>
셀룰로오스(Cellulose) 유래 라디칼



<결정형 당 함유 식품>
결정형 당(Crystalline sugar)
유래 라디칼(다성분 ESR signal)

1. 검체의 주성분을 파악한다(bone, cellulose, sugar).
2. 검체의 측정할 부분을 분리하여 동결건조 또는 진공건조기로 건조한다(식품공전 참고).
3. 검체를 ESR 시험관(석영, 내경 4.0 mm)에 들어가도록 적절히 절단 또는 분말화한 다음 충전하여 전자스핀공명 분광계를 이용하여 측정한다.



기체크로마토그래프/질량분석법
(Gas Chromatography/Mass spectrometry, GC/MS)

● Gas Chromatography/Mass Spectrometry(GC/MS), 식육, 난분 등 지방 함유 식품에 적용

● 지방질 식품에서 조사처리로 생성된 탄화수소를 측정하는 방법

▶ 탄화수소: 원래의 지방산 보다 탄소수가 1개 적거나 2개 적으면서 첫번째 탄소 위치에 새로운 이중결합을 가진 탄화수소

Lipid(fatty acid) source	Hydrocarbon(C _{n-1})	Hydrocarbon (C _{n-2})
Palmitic acid (C _{16:0})	Pentadecene (C _{15:0})	1-Tetradecene (C _{14:1})
Stearic acid (C _{18:0})	Heptadecane (C _{17:0})	1-Hexadecene (C _{16:1})
Oleic acid (C _{18:1})	8-Heptadecene (C _{17:1})	1,7-Hexadecadiene (C _{16:2})

1. 검체 60 g에 헥산 300 mL(n-Hexane, HPLC grade이상)을 가하여 혼합·추출한다.



2. 무수황산나트륨(Sodium Sulfate Anhydrous, Na₂SO₄=142.04)을 이용하여 탈수 여과 한다.





3. 원심분리(900 g, 5분) 후 상층액을 취하고 감압농축(40°C, 335 mbar)하여 지방을 얻는다. 만약 추출한 지방이 적을 때는 헥산 100 mL를 가한 후 위와 동일한 방법으로 추출하여 추가로 지방을 얻는다.



4. 추출한 지방 1 g에 내부표준용액(n-eicosane, C_{20:0}) 1 mL를 첨가한다.



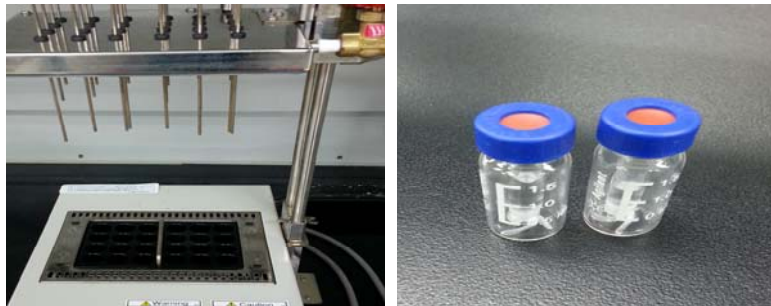
5. 헥산을 가하여 활성화시킨 SPE 카트리지에 4번 시료를 첨가한다. 그 후 헥산 30 mL을 사용하여 용출한다.



6. 회전농축기를 이용하여 2 mL가 될 때까지 농축한다.



7. 질소농축기로 0.5 mL까지 농축 후 기체크로마토그래프의 시험용액으로 사용한다.



8. 시험조작

※ 기체크로마토그래프의 측정조건

- (1) 칼럼: DB-5 column(30 m×0.32 mm ID, 0.25 μm) 또는 이와 동등한 것
 - Agilent: DB-5 column(DB-5MS), part no. 122-5532
 - Varian: VF-5ms, par no. CP8944
- (2) 주입부: Split ratio 1:20, 250°C
- (3) 캐리어가스 및 유량: 헬륨, 1.0 mL/min.
- (4) 오븐온도 : 60°C 에서 25°C/min 속도로 170°C 까지 승온하고, 2°C/min 속도로 205°C 까지 승온하며, 10°C/min 속도로 270°C 까지 승온한다.
- (5) 이온화방식 : Electron impact





(6) 이온화에너지: 70 eV

(7) 분석할 분자량 범위: 40-350

9. 정성시험

탄화수소는 크로마토그램상(Total ionization chromatogram)에서 분리된 각 피크와 표준물질[1-테트라데센($C_{14:1}$), 펜타데칸($C_{15:0}$), 1-헥사데센($C_{16:1}$), 헵타데칸($C_{17:0}$), 8-헵타데센($C_{17:1}$), 1,7-헥사데카디엔($C_{16:2}$)]의 머무름시간(retention time)과 질량스펙트럼(mass spectrum)을 비교하여 확인한다.

국내 허용 및 비허용 품목·시험법별 DB 구축 현황(2003~2014)

식품군	품목	적용 가능성			출처(식약처 연구사업)
		PSL	TL	ESR	
견과류	땅콩	높음	높음	낮음	2011, 2014
	볶음땅콩	높음	높음	낮음	2011
	조미땅콩	높음	낮음	낮음	2011
	호두	보통	높음	보통	2009, 2011, 2014
	밤		높음		2003
	피칸	낮음	높음	낮음	2011
	아몬드	높음	높음	낮음	2011, 2014
	도토리분말	보통	높음	낮음	2011, 2014
	잣	보통	보통	낮음	2014
	캐슈넛	보통	높음	낮음	2014
	마카다미아	낮음	낮음	낮음	2014
	피스타치오			높음	2007
곡류	기장	높음	높음		2006
	조	낮음			2006
	율무	높음	높음	높음	2006
	옥수수	높음			2006
	흑미	낮음	높음	높음	2006
	흑미분말			높음	2006
	찰흑미분말			높음	2006
	수수	낮음			2006
	밀	높음			2006
	콩가루	높음	높음		2007
	미숫가루	높음	낮음		2007
	참쌀가루	낮음	낮음		2007
	무슬리	높음	높음		2009
	쌀가루	높음	보통	높음	2011
	보리가루	높음	높음	낮음	2011
	혼합곡분 (기장,조,수수)	높음	높음	낮음	2011
	메밀가루	보통	높음	낮음	2012
	과일류	귤	보통	보통	높음
사과		높음	보통	낮음	2014
딸기		보통	높음	보통	2011, 2014



식품군	품목	적용 가능성			출처(식약처 연구사업)	
		PSL	TL	ESR		
	딸기(냉동)		높음	낮음	2011	
	아보카도	낮음	보통	낮음	2012	
	람부탄		높음	낮음	2011	
	람부탄(냉동)	보통	높음	보통	2011, 2014	
	망고	낮음	낮음	보통	2011	
	애플망고	낮음	높음	낮음	2011	
(건조) 과일류	포도(건조)	높음	높음	높음	2007, 2011, 2014	
	망고(건조)	낮음	높음	높음	2009, 2011, 2014	
	사과(분말)	높음	높음	높음	2011	
	체리(건조)	낮음	낮음	높음	2011	
	오렌지(분말)	보통	보통	낮음	2011	
	파인애플(분말)	낮음	보통	낮음	2011	
	사과(건조)	낮음	보통	낮음	2011	
	곶감(건조)	보통	보통	보통	2011, 2014	
	자두(건조)	낮음	높음	보통	2011	
	파파야(건조)	낮음	높음	높음	2012	
	대추야자(건조)	높음	높음	높음	2012	
	대추(건조)	높음	높음	낮음	2012	
	무화과(건조)	높음	높음	높음	2012	
	바나나(건조)	낮음	보통	높음	2012	
	파인애플(건조)	낮음	높음	높음	2012	
	복분자(건조)	높음	높음	낮음	2014	
	오미자(건조)	높음	높음	낮음	2014	
	난분	난황분			낮음	2008
		난백분			낮음	2008
	두류	적두	높음	높음		2006
거두		높음	높음	높음	2006	
백태		높음	높음		2006	
서목태		높음	높음	높음	2006	
밤양대		높음	높음		2006	
팥				높음	2006	
서리태		높음	높음	높음	2006, 2008	
강낭콩		높음	높음	높음	2006, 2008	
대두				높음	2008	

식품군	품목	적용 가능성			출처(식약처 연구사업)
		PSL	TL	ESR	
버섯류	표고버섯		높음		2003, 2005
	표고버섯(건조)		높음		2003, 2004
	건표고분말	보통	높음	높음	2011
	목이버섯	높음	높음	낮음	2012
	영지버섯	보통	높음	낮음	2012
	새송이버섯	낮음	높음	낮음	2012
	상황버섯	높음	높음	낮음	2012
	차가버섯	보통	높음	낮음	2012
	능이버섯분말	높음	높음	높음	2012
복합조미식품	DRIED BEEF BROTH	높음		낮음	2005
	DRIED PORK BONE POWDER	높음		낮음	2005
	라면스프		높음		2006
	칠리파우더	높음	높음		2008
	커리파우더	높음	높음		2008
서류	감자	높음	높음	낮음	2003, 2006, 2014
	고구마줄기	높음	높음		2007
	고구마	보통	높음	낮음	2014
	츄	높음	높음	낮음	2014
소스류	소갈비양념	낮음	높음		2008
	파스타소스	낮음	높음		2008
	떡볶이양념	높음	높음		
알로에분말	알로에 베라	높음		높음	2004, 2005
	알로에분말	낮음		낮음	2006
어패류	새우분말	높음	높음	낮음	2007, 2008
	건새우	높음	높음	보통	2011, 2014
	두절새우	높음	높음	높음	2011
	멸치(분말)	높음	높음	낮음	2007, 2008
	멸치	보통	높음	낮음	2011, 2014
	황태채	보통	높음	높음	2014
	건한치	보통	높음	높음	2014
	건오징어	보통	높음	낮음	2014
우유류	분유	낮음	낮음	낮음	2014





식품군	품목	적용 가능성			출처(식약처 연구사업)
		PSL	TL	ESR	
유지종자류	볶음참깨	낮음	높음	낮음	2011
	참깨	보통	높음	낮음	2011, 2014
	들깨	보통	높음	낮음	2011
	들깨가루	보통	높음	낮음	2011, 2014
	볶음검정깨	낮음	높음	낮음	2011
	달맞이꽃씨	높음	높음	낮음	2012
	홍화씨	높음	높음	낮음	2012
	유채씨	높음	높음	낮음	2012
	해바라기씨	높음	높음	낮음	2012, 2014
	아마씨	높음	높음	낮음	2012
	호박씨	보통	높음	낮음	2014
인삼가공품	인삼분말			높음	2008
	홍삼분말			높음	2008
	홍삼절편	낮음	높음	낮음	2011
장류	된장(분말)	높음	낮음	보통	2004, 2008
	청국장(분말)	낮음		보통	2004, 2008
	고추장(분말)	높음		보통	2004, 2008
	간장(분말)	높음	낮음	보통	2004, 2008
전분류	감자전분	높음	낮음	낮음	2008
	고구마전분	높음	낮음	낮음	2008
	옥수수전분	높음	낮음	낮음	2008
조미건어포류	오징어채		높음	낮음	2011
	퀴치포	높음	높음	낮음	2009, 2014
	퀴포(조미건어포)		높음	높음	2011
	조미퀴치포	낮음	보통	낮음	2011
조류식품	클로렐라	낮음	높음	낮음	2006
	스피루리나	낮음	보통	낮음	2006, 2008
채소류	양파	보통	높음	낮음	2006, 2014
	고추	보통	높음	낮음	2014
	파	높음	높음	낮음	2014
	토마토	보통	보통	높음	2014
	시금치	높음	높음	보통	2004, 2014
	양배추			높음	2004
	무	높음	높음	낮음	2014
	생강	높음	보통	낮음	2014

식품군	품목	적용 가능성			출처(식약처 연구사업)
		PSL	TL	ESR	
	브로콜리	보통	높음	보통	2011, 2014
	브로콜리(냉동)		높음	보통	2011
	배추	높음	높음	낮음	2014
	아스파라거스	보통	높음	높음	2014
	당근	높음	보통	보통	2004, 2011, 2014
	세척당근			보통	2011
	도라지	높음	높음	낮음	2014
	마늘	높음	높음	낮음	2003, 2004, 2005, 2006, 2014
	쭈			높음	2004
	참마			높음	2004
(건조) 채소류	양배추(건조)	높음	높음	높음	2008, 2011
	마늘(분말)	낮음		낮음	2004, 2005
	양파(분말)	보통		낮음	2004, 2005
	양파(건조)			높음	2008
	당근(건조)	높음	높음	높음	2008, 2011
	당근(분말)	높음	높음	낮음	2011
	마늘(건조)			높음	2008
	호박(분말)	높음	높음	높음	2004, 2007
	호박(건조)	높음		높음	2007, 2008
	애호박(건조)	낮음	낮음	높음	2011
	청경채(건조)	높음	높음	높음	2008, 2011
	고추(분말)			높음	2004
	고추(과피)			높음	2004, 2008
	고추(건조, 씨)			높음	2004
	고추(건조, 줄기)			높음	2004
	고추잎(건조)	높음	높음		2007
	홍고추(건조)	보통	높음	높음	2011
	시금치(분말)	높음	높음	낮음	2004, 2005, 2011
	무청(분말)	높음	높음	낮음	2004, 2005
	무(분말)	높음	높음	높음	2004, 2006
	무(건조)	높음	높음		2007
	미나리(분말)	높음	높음	낮음	2004, 2005
	고사리(건조)	높음	높음		2007
	파(건조)	높음	높음	높음	2011





식품군	품목	적용 가능성			출처(식약처 연구사업)
		PSL	TL	ESR	
다류	잎녹차	높음		높음	2006
	작설차	높음		높음	2006
	잎홍차			높음	2006
	십지차			높음	2006
	타임			높음	2006
	감잎차	높음		높음	2006
	보이차	보통	높음	보통	2006, 2014
	마테차	높음		높음	2006
	올리브잎차	높음		높음	2006
	다즐링차	높음		높음	2006
	기문홍차	높음		높음	2006
	장미차	높음		높음	2006
	국화차	높음		높음	2006
	메밀차	보통	높음	보통	2006, 2014
	로즈힙	높음		높음	2006
	로즈마리	높음		높음	2006
	바질	높음		높음	2006
	페퍼민트	높음		높음	2006
	잎썩차	높음			2006
	펜넬	높음			2006
	커먼타임	높음			2006
	상지차	높음			2006
	오미자	높음		높음	2006
	도라지차	높음		낮음	2006
	생강가루차	높음			2006
	은행분말차	낮음			2006
	귤피가루차	높음			2006
	솔잎차	높음			2006
	썩차	높음		높음	2006
	취차	높음			2006
	민들레차	높음		낮음	2006
	가루녹차	높음		낮음	2006
	대잎분말차	높음		낮음	2006
백년초	높음			2006	
오디분말	높음		낮음	2006	

식품군	품목	적용 가능성			출처(식약처 연구사업)	
		PSL	TL	ESR		
	백련차가루	높음			2006	
	백련근	높음			2006	
	생강차	높음		높음	2006	
	대추차	낮음		높음	2006	
	쌍화차	낮음		높음	2006	
	레몬홍차	낮음		높음	2006	
	꿀차			낮음	2006	
	마데가루차			낮음	2006	
	은행분말			낮음	2006	
	뽕나무과립차			낮음	2006	
	감귤차			낮음	2006	
	솔잎차			낮음	2006	
	생강분말차			낮음	2006	
	뽕나무차	높음			2006	
	현미녹차	높음	높음		2008	
	등굴레차	높음	높음		2008	
	옥수수수염차	높음	높음		2008	
	특수용도식품	영유아용이유식	높음	높음		2009
	향신료	DILL	높음		낮음	2005
강황		높음		낮음	2005	
호로파				낮음	2005	
계피				낮음	2005	
FENUGREEK		높음				
육두구		높음		낮음	2005	
CASSIA		낮음				
후추분말		낮음			2005	
통후추		낮음	높음	높음	2008, 2014	
파슬리			높음	보통	2011	
바질			높음	낮음	2011	
계피가루(시나몬)			높음	보통	2011	
쿠민		높음	높음	낮음	2012	
카페(케이퍼)		보통	높음	낮음	2012	
해조류	건미역	높음	높음	낮음	2011, 2014	
	건다시마	높음	높음	낮음	2014	





식품군	품목	적용 가능성			출처(식약처 연구사업)
		PSL	TL	ESR	
기호식품	코코아(파우더)	낮음	높음	낮음	2011, 2014
	코코아		높음	높음	2011
	지구자(헛개)	보통	높음	높음	2012
	구기자	보통	높음	낮음	2012
	커피콩(생두)	높음	높음	높음	2014
기타	LA갈비			높음	2007
	효소식품	높음	낮음	높음	2008
	번데기		높음	낮음	2011
	화분가공추출물	보통	높음	높음	2012

※ 식품 특성(가공 정도, 미네랄 함량 등)과 숙련도에 따라 적용 가능성의 차이가 있을 수 있음

본 지침서는 조사식품 분석 업무수행에 도움을 드리고자
개발하였으며, 지침서 관련 내용을 인용할 때에는 반드시
식품의약품안전처(식품의약품안전평가원)의 동의를 얻어야 합니다.

조사식품의 분석 지침서Ⅱ

발 행 일 : 2014년 12월

발 행 인 : 왕진호

편집위원장 : 서세정

편집위원 : 장영미, 최장덕, 김재이, 정유경, 장혜숙, 김규현, 이재황, 곽지영

식품의약품안전평가원 식품위해평가부 신종유해물질팀
발 행 처 : 363-700 충북 청주시 흥덕구 오송읍 오송생명2로 187
전화 : 043-719-4458, 전송 : 043-719-4450
