

[별표 5]

유기농업자재 공정분석법(제8조 관련)

I. 총칙

1. 일반원칙

1.1. 유기농업자재 공정분석법은 다음에 해당되는 유기농업자재 검사 및 시험을 수행함에 있어 그 결과의 신뢰성을 높이고 일관성을 유지하여 공정·투명한 유기농업자재 검사 및 시험을 하도록 함을 목적으로 한다.

1.1.1. 법 제38조제1항에 따라 유기농업자재 공시를 위하여 법 제41조제1항에 따라 시험연구기관으로 지정된 기관에서 유기농업자재에 대한 검사 및 시험을 하려는 경우

1.1.2. 법 제38조제2항에 따라 유기농업자재 공시 신청을 받은 공시기관이 공시기준에 맞는지를 심사하기 위하여 유기농업자재에 대한 검사 및 시험을 하려는 경우

1.1.3. 법 제43조제3항에 따라 공시기관이 직접 공시를 한 유기농업자재에 대하여 품질관리를 하려는 경우

1.1.4. 법 제49조에 따라 유기농업자재를 조사하는 경우

1.1.5. 이 고시 공정분석법에서 개별 분석방법이 정해진 경우에는 해당 분석방법에 따라 검사하여야 한다.

1.1.5.1. 이 고시 공정분석법에서 개별 분석방법이 정해지지 않은 경우에는 「비료관리법」에 따라 농촌진흥청장이 정하여 고시한 비료의 품질검사방법 및 시료채취기준 또는 「농약관리법」에 따라 농촌진흥청장이 정하여 고시한 농약의 검사방법에 따라 검사하여야 한다.

1.1.5.2. 이 고시 공정분석법, 「비료관리법」 또는 「농약관리법」에 따라 농촌진흥청장이 고시한 검사방법이 없는 유기농업자재의 경우에는 최적의 조건에서 수행한 다른 법령 또는 국제적으로 통용되는 검사방법에 따라 검사할 수 있다.

1.2. 계량의 단위 및 기호

1.2.1. 공정분석법에서 쓰이는 단위 및 기호는 다음 표와 같다.

종류	단위	기호	종류	단위	기호
----	----	----	----	----	----

길이	미터 센티미터 밀리미터 마이크로미터 나노미터	m cm mm μm nm	용량	리터 밀리리터 마이크로리터	L mL μL
무게	킬로그램 그램 밀리그램 마이크로그램 나노그램	kg g mg μg ng	부피	세제곱미터 세제곱센티미터 세제곱밀리미터	m^3 cm^3 mm^3

1.2.2. 공정분석법에서 정하지 않은 단위 및 기호는 KS A ISO 1000 국제단위계 (SI) 및 그 사용방법에 관한 규정에 따른다.

1.3. 농도를 표시할 때는 다음의 기호 중 하나를 쓴다.

1.3.1. 백분율(parts per hundred)은 용액·가스(기체) 100 mL 중의 물질 무게 (g) 또는 용액·가스(기체) 100 mL 중의 물질 용량(mL)으로, 표시할 때는 %의 기호를 쓴다.

1.3.2. 백만분율(parts per million)을 표시할 때는 mg/L, mg/kg의 기호를 쓴다.

1.3.3. 십억분율(parts per billion)을 표시할 때는 $\mu\text{g/L}$, $\mu\text{g/kg}$ 의 기호를 쓴다.

1.3.4. 일조분율(parts per trillion)을 표시할 때는 ng/L, ng/kg의 기호를 쓴다.

1.3.5. 가스체(기체)의 농도는 표준상태(0 °C, 1기압, 상대습도 0 %)로 환산 표시한다.

1.3.6. 액체의 농도는 다음과 같이 표시할 수 있다.

1.3.6.1. 액체의 농도를 고체 성분 1 g(액체성분은 1 mL를 말한다)을 용매에 녹여 전체 양을 10 mL, 100 mL 또는 1000 mL로 하는 비율은 (1→10), (1→100) 또는 (1→1,000) 등으로 표시할 수 있다. 이 경우 별도의 표시가 없을 경우에는 용매는 물을 사용하여 희석한다.

1.3.6.2. 액체 시약의 농도는 시약과 물의 양으로 표시할 수 있다. 예를 들어 ‘염산(1+2)’으로 표시된 것은 ‘염산 1 mL와 물 2 mL’를 혼합하여 조제한 액체 시약을 말한다.

1.3.6.3. 혼합액을 (8 : 2), (4 : 2 : 1) 등으로 나타낸 것은 액체 시약의 혼합

용량비 또는 고체 시약의 혼합 중량비를 말한다.

1.4. 온도의 표시

1.4.1. 온도는 아라비아 숫자의 오른쪽에 °C를 붙여 표시한다.

1.4.2. 표준온도는 20°C, 상온은 (15~25)°C, 실온은 (1~35)°C로 하며, 미온은 (30~40)°C로 한다.

1.4.3. 찬 곳은 따로 규정이 없는 한 0~15°C의 곳을 뜻한다.

1.4.4. 온탕은 (60~70)°C, 열탕은 약 100°C, 냉수는 15°C 이하로 한다.

1.4.5. "수욕상 또는 수욕 중에서 가열한다"라 함은 따로 규정이 없는 한 수온 100°C에서 가열함을 말하고 약 100°C의 증기욕을 사용할 수 있다.

1.4.6. 차고 어두운 곳(냉암소)이라 함은 따로 규정이 없는 한 (0~15)°C의 빛이 차단된 장소를 말한다.

1.4.7. 제반 시험의 조작은 따로 규정이 없는 한 상온에서 실시하고 조작 직후 그 결과를 관찰하는 것으로 한다. 다만, 온도의 영향이 있는 것의 판정은 표준온도를 기준으로 한다.

1.5. 시약 및 용액 등

1.5.1. 시험에 사용하는 시약은 따로 규정이 없는 한 1급 이상 또는 이와 동등한 규격 이상의 시약을 사용하여 시약 및 표준용액을 조제하여야 한다.

1.5.2. 용액

1.5.2.1. 용액의 앞에 몇 %라고 한 것(예: 20 % 수산화나트륨 용액)은 수용액을 말하며, 따로 조제방법을 기재하지 아니하였으면 일반적으로 용액 100mL에 녹아있는 용질의 g수를 나타낸다.

1.5.2.2. 용액 다음의 ()안에 몇 M(mol/L), 또는 %라고 한 것[예 : 아질산나트륨(0.1M(mol/L)), 구연산이암모늄용액(20%)]은 용액의 조제방법에 따라 조제하여야 한다.

1.5.2.3. 용액이라 기재하고 그 용매를 표시하지 아니하는 것은 물에 녹인 것을 말한다.

1.5.3. 시험에 사용하는 물은 따로 규정이 없는 한 증류수 또는 정제수를 말한다.

1.5.4. 액체의 산성, 알칼리성 또는 중성을 검사할 때는 따로 규정이 없는 한

유리전극에 의한 pH 미터로 측정하고 액성을 구체적으로 표시할 때는 pH 값을 쓴다. 또한 강산성은 pH 3.0 이하, 약산성은 pH (3.0~5.0), 미산성은 pH (5.0~6.5), 중성은 pH (6.5~7.5), 미알카리성은 pH (7.5~9.0), 약알카리성은 pH (9.0~11.0), 강알카리성은 pH 11.0 이상을 말한다.

1.6. 기구 및 기기

1.6.1. 이 시험방법에서 사용하는 모든 기구 및 기기는 측정결과에 대한 오차가 허용되는 범위 이내인 것을 사용하여야 한다.

1.6.2. 분석용 저울 및 분동은 국가공인 검교정을 필한 것을 사용하여야 한다.

1.7. 그 밖의 사항

1.7.1. 공정분석법에서 정해진 분석항목별 정량한계 미만은 불검출로 처리한다.

1.7.2. 원자량 및 분자량은 최신 국제원자량표에 따라 계산한다.

1.7.3. 데시케이터의 건조제는 따로 규정이 없는 한 실리카겔(이산화규소)로 한다.

2. 용어의 정의

2.1. "정량한계"(limit of quantitation, LOQ)란 어떤 시료에 규정된 분석방법에서 확실성을 가지고 정량할 수 있는 화학물질의 최저농도이며, 신호(signal)대 잡음(noise)비가 10이상인 것을 말한다.

2.2. 무게를 "정밀히 단다"라 함은 달아야 할 최소단위를 고려하여 0.01g, 0.1mg까지 다는 것을 말한다. 또 무게를 "정확히 단다"라 함은 규정된 수치의 무게를 그 자릿수까지 다는 것을 말한다.

2.3. 부피를 "정확히 취하여"라 하는 것은 규정한 양의 검체 또는 시액을 눈금 피펫으로 눈금까지 취하는 것을 말한다.

2.4. 검체를 취하는 양에 "약"이라고 한 것은 따로 규정이 없는 한 기재량의 (90~110) %의 범위 내에서 취하는 것을 말한다.

2.5. 건조 또는 강열할 때 "항량"이라고 기재한 것은 다시 계속하여 1시간 더 건조 또는 강열할 때에 전후의 칭량차(측정 무게 차이)가 이전에 측정한 무게의 0.1% 이하임을 말한다.

II. 항목별 검사 및 시험방법

1. 세부 검사방법

1.1. 이화학적 검사(분석) 항목

1.1.1. 주성분

1.1.1.1. 공통사항

1.1.1.1.1. 공정분석법에서 개별 주성분에 대한 분석방법이 정해진 경우에는 해당 분석방법에 따라 검사하여야 한다.

1.1.1.1.2. 공정분석법에서 개별 주성분에 대한 분석방법이 정해지지 않은 경우에는 「비료관리법」에 따라 농촌진흥청장이 정하여 고시한 비료의 품질검사방법 및 시료채취기준 또는 「농약관리법」에 따라 농촌진흥청장이 정하여 고시한 농약의 검사방법에 따라 검사하여야 한다.

1.1.1.1.3. 「비료관리법」 또는 「농약관리법」에 따라 농촌진흥청장이 고시한 검사방법이 없는 유기농업자재의 경우에는 아래의 검사방법에 따라 검사할 수 있다.

1.1.1.1.3.1. 최적의 조건에서 수행한 다른 법령 또는 국제적으로 통용되는 검사방법

1.1.1.1.3.2. 유기농업자재 공시 사업자가 제출한 검사방법

1.1.1.1.3.3. 농촌진흥청장 또는 국립농업과학원장이 잠정적으로 정한 검사방법

1.1.1.2. 개별 주성분에 대한 분석방법

1.1.1.2.1. 키토산

1.1.1.2.1.1. 개요

1.1.1.2.1.1.1. 허용물질의 종류: 키토산

1.1.1.2.1.1.2. 점도 및 키토산(총 글루코사민) 또는 키토올리고당의 함량

1.1.1.2.1.2. 키토산 점도 측정법

1.1.1.2.1.2.1. 액상 제품의 점도는 300ml 비이커에 액체시료 15ml를 취하고 증류수 285ml를 가하여 300ml(액체시료의 5% 솔루션액)로 하여 30분간 교반후 시료의 온도를 $20\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 로 유지하여 Brook field형

점도계 No.1로터를 사용하여 30rpm에서 회전점도(cps)를 측정한다.

1.1.1.2.1.2.2. 입상 제품의 점도는 300ml 비이커에 건조한 시료 1.5g을 채취하고, 여기에 증류수 297.0g을 가하여 시료를 교반 분산시킨 후 초산 1.5ml를 가하여 2시간 교반하여 용해하고 24시간을 방치 및 다시 30분간 교반후 시료용액의 온도를 $20 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 로 유지하여 Brookfield형 점도계 No.1로터를 사용하여 30rpm에서 회전점도(cps)를 측정한다.

1.1.1.2.1.3. 키토산 함량(글루코사민으로 1% 이상) 측정법

1.1.1.2.1.3.1. 검액 제조

1.1.1.2.1.3.1.1. 키토산은 글루코사민으로 0.04g(키토산 함량이 1.5%인 경우 약 2.66g, 2%인 경우 약 2g을 검체로 취함)의 검체를 정밀히 취하고 산성에서 물을 가하여 100ml로 하여 검액으로 한다.

1.1.1.2.1.3.1.2. 키토산 올리고당은 글루코사민으로 0.04g(키토산 올리고당 함량이 5%인 경우 약 0.8g을 검체로 취함)의 검체를 정밀히 취하고 액성이 산성인 경우는 중화(pH 7)시켜 물을 가하여 100ml로 하여 검액으로 한다.

1.1.1.2.1.3.2. 시험방법

1.1.1.2.1.3.2.1. 위 검액 10ml를 취하여 염산 7ml 및 물을 가하여 20ml로 하고 이 액 5ml를 시험관에 취하고 탈기밀봉하여 105° 에서 24시간 (또는 121° 에서 5시간, 130° 에서 3시간, 140° 에서 90분)분해한 후 뚜껑을 열어 감압하에 염산 및 물을 제거한 다음 잔류물을 물 5ml로 녹이고 불용물이 있으면 여과한다.

1.1.1.2.1.3.2.2. 이 여액 1ml를 마개있는 시험관에 취하고 아세틸 아세톤시액 2ml를 가하여 혼합한 후 96° 에서 1시간 가열한 후 흐르는 물에서 냉각시키고 이에 96%(v/v)에탄올 20ml를 가하고 p-디메틸아미노벤즈알데히드시액 2ml를 가하여 혼합하고 실온에서 2시간 방치 후 파장 530nm에서 흡광도를 측정한다.

1.1.1.2.1.3.2.3. 따로 D-글루코오스아민 또는 N-아세틸 D-글루코오스아민을 $100 \sim 500 \mu\text{g}$ (D-글루코오스아민으로)/ml 함유한 용액 10ml를 취하

여 앞에서의 검액 10ml를 취하여 이하에 따라 동일하게 조작하여 다음과 같이 총 글루코오스아민의 함량을 구한다.

1.1.1.2.1.3.2.4. 총 글루코오스아민(%) 산출식

$$\text{표준용액의 농도(글루코오스아민으로, } \mu\text{g/10ml)} \times \frac{S_a}{S_t} \times \frac{10}{\text{검체의 채취량(g)}} \times \frac{100}{10^6}$$

* S_a : 검액의 흡광도, S_t : 표준용액의 흡광도

1.1.1.2.1.3.3. 시액조제

1.1.1.2.1.3.3.1. 아세틸아세톤시액 : 증류 정제한 무색 아세틸아세톤 (BP 138 ~140°) 1.5ml에 1.2N 탄산나트륨용액을 가하여 50ml로 한다.

1.1.1.2.1.3.3.2. p-디메틸아미노벤즈알데히드(p-Dimethylaminobenzaldehyde) 시액: p-디메틸아미노벤즈알데히드 1.6g에 염산 30ml를 가하여 녹이고 96%(v/v) 에탄올 30ml를 가하여 혼합한다.

1.1.1.2.2. 목초액

1.1.1.2.2.1. 「산업표준화법」에 따른 한국산업표준의 목초액 KS M 3939의 규격과 품질 기준 및 시험 등에 따라 검사하여야 한다.

1.1.1.2.3. 고삼 추출물

1.1.1.2.3.1. 개요

1.1.1.2.3.1.1. 허용물질의 종류: 식물 추출물 [고삼(苦蔘) 추출물]

1.1.1.2.3.1.2. 지표성분: 알칼로이드(Alkaloid) 계열 2종[마트린(Matrine), 옥시마트린(oxy-Matrine)] 중 1종 이상으로 하여야 한다.

1.1.1.2.3.1.3. 정량분석기기: LC-UVD

1.1.1.2.3.2. 시료의 조제

1.1.1.2.3.2.1. 액상 유기농업자재를 증류수를 활용하여 20배 희석하여 정제 시료를 준비한다.

1.1.1.2.3.3. 시료의 정제(분석결과에 영향을 미치지 않을 경우에는 생략 가능)

1.1.1.2.3.3.1. 정제에 사용할 ENVI-Carb 또는 이와 동등한 활성탄 카트리지를 (500mg)를 3 mL methanol와 3 mL 증류수로 씻어주고 진공건조 시킨다.

1.1.1.2.3.3.2. 정제용 시료 1mL를 미리 준비한 ENVI-Carb 카트리지를 또는 이와 동등한 활성탄 카트리지에 주입하고, 10분간 방치 후 12mL 증류수

로 카트리지를 씻어준다.

1.1.1.2.3.3.3. C18 카트리지(100mg~500mg)를 Envi-Carb 카트리지 하단에 위치시킨 후, 12mL의 methanol로 카트리지 내 분석용 시료를 용리시킨다.

1.1.1.2.3.3.3.1. C18 카트리지: 3mL methanol와 3mL 증류수로 씻은 후 Envi-Carb에 연결 시킨다.

1.1.1.2.3.3.4. 정제된 시료는 농축 후, methanol에 다시 용해하여 HPLC 또는 UPLC로 기기분석을 실시한다.

1.1.1.2.3.4. 기기분석

1.1.1.2.3.4.1. UPLC 또는 HPLC를 사용하여 C18 또는 이와 동등한 칼럼을 사용하여 분석한다.

1.1.1.2.3.4.2. UV 217nm에서 검출광을 설정하고 아래 표의 최적화된 기기설정 조건을 참고하여 정량 분석한다.

Parameters	Conditions		
Instrument	Waters ACQUITY UPLC system		
Column	ACQUITY BEH Phenyl (1.7 μ m, 3.0x100mm)		
Flow rate	0.5ml/min		
Detector	UV 217nm		
Mobile phase	Solvent A : 0.05% Formic acid in water Solvent B : Acetonitrile		
Gradient	Time (min)	Solvent A	Solvent B
	Initial	100	0
	5	95	5
	10	90	10
	15	50	50
	17	0	100

1.1.1.2.3.5. 검량선의 작성

1.1.1.2.3.5.1. 지표성분을 methanol에 녹여 2.5mg/L, 5mg/L, 10mg/L, 25mg/L, 50mg/L로 제조한 표준용액을 LC로 분석하여 검량선을 작성한다.

1.1.1.2.4. 님 추출물

1.1.1.2.4.1. 개요

1.1.1.2.4.1.1. 허용물질의 종류: 식물 추출물 [님(Neem) 추출물]

1.1.1.2.4.1.2. 지표성분: 리모노이드(Limonoid) 계열 4종[아자디락틴 에이 (Azadirachtin A), 아자디락틴 비(Azadirachtin B), 디아세틸살라

닌(deacetylsalannin), 살라닌(salannin)] 중 아자디락틴을 포함한 1종 이상으로 하여야 한다.

1.1.1.2.4.1.3. 정량분석기기: LC-UVD

1.1.1.2.4.2. 시료의 조제

1.1.1.2.4.2.1. 액상 유기농업자재를 증류수를 이용하여 20배 희석한다.

1.1.1.2.4.2.2. 희석액 1mL를 50mL의 증류수에 다시 희석한 후 dichloromethane으로 분액 정제하여 dichloromethane층을 모아 농축한 후 정제용 시료로 사용한다.

1.1.1.2.4.3. 시료의 정제(분석결과에 영향을 미치지 않을 경우에는 생략 가능)

1.1.1.2.4.3.1. 정제에 사용할 HLB 또는 이와 동등한 카트리지(60mg, 3mL)를 2mL methanol과 2mL 증류수로 씻어주고 진공건조 시킨다.

1.1.1.2.4.3.2. 정제용 시료 농축액은 5% methanol 수용액 2mL에 다시 용해 후, 미리 준비된 HLB 카트리지에 옮겨 넣는다.

1.1.1.2.4.3.3. 시료가 든 HLB 카트리지를 5% methanol 2mL로 씻어주고, 카트리지를 진공건조 시킨 후 100% methanol 5mL로 용출시킨다.

1.1.1.2.4.3.3. 시료가 든 HLB 카트리지를 5% methanol 2mL로 씻어주고, 카트리지를 진공건조 시킨 후 100% methanol 5 mL로 용출시킨다.

1.1.1.2.4.3.4. 정제된 시료는 농축하여 methanol에 다시 용해한 후, HPLC 또는 UPLC로 기기분석을 실시한다.

1.1.1.2.4.4. 기기분석

1.1.1.2.4.4.1. UPLC 및 HPLC를 사용하여 C18 또는 이와 동등한 칼럼을 사용하여 분석한다.

1.1.1.2.4.4.2. UV 217nm에서 검출광을 설정하고 아래 표의 최적화된 기기설정 조건을 참고하여 정량 분석한다.

Parameters	Conditions		
Instrument	Waters ACQUITY UPLC system		
Column	ACQUITY BEH Phenyl (1.7µm, 3.0x100mm)		
Flow rate	0.5ml/min		
Detector	UV 217nm		
Mobile phase	Solvent A : 0.05% Formic acid in water Solvent B : Acetonitrile		
Gradient	Time (min)	Solvent A	Solvent B
	Initial	95	5
	5	90	10
	10	50	50
	15	10	90

1.1.1.2.4.5. 검량선의 작성

1.1.1.2.4.5.1. 지표성분을 methanol에 녹여 2.5mg/L, 5mg/L, 10mg/L, 25mg/L, 50mg/L로 제조한 표준용액을 LC로 분석하여 검량선을 작성한다.

1.1.1.2.5. 마늘 추출물

1.1.1.2.5.1. 개요

1.1.1.2.5.1.1. 허용물질의 종류: 식물 추출물 [마늘 추출물]

1.1.1.2.5.1.2. 지표성분: 설파이드(Sulfide) 계열 화합물 4종[다이알릴 다이설파이드(diallyl disulfide), 다이알릴 설파이드(diallyl sulfide), 다이알릴 트라이설파이드(diallyl trisulfide), 다이메틸 다이설파이드(dimethyl disulfide)] 중 1종 이상으로 하여야 한다.

1.1.1.2.5.1.3. 정량분석기기: GC-FID

1.1.1.2.5.2. 시료의 조제

1.1.1.2.5.2.1. 액상 유기농업자재를 증류수로 100배 희석하여 정제시료를 준비한다.

1.1.1.2.5.3. 시료의 정제(분석결과에 영향을 미치지 않을 경우에는 생략 가능)

1.1.1.2.5.3.1. 정제에 사용할 HLB 또는 이와 동등 카트리지를(60mg)를 2mL acetone과 2mL 증류수로 씻어주고 진공 건조시킨다.

1.1.1.2.5.3.2. 정제용 시료 1mL를 미리 준비한 HLB 카트리지에 주입하고, 10분간 방치 후 2mL 증류수로 카트리지를 씻어준다.

1.1.1.2.5.3.3. HLB 카트리지에 2mL의 acetone으로 3회 반복하여 분석용 시료를 용리시킨다.

1.1.1.2.5.3.4. 정제된 시료는 6mL로 부피를 보정한 후, GC-FID로 정량 기기분석을 실시한다.

1.1.1.2.5.4. 기기분석

1.1.1.2.5.4.1. GC-FID 분석 칼럼은 RTX-5(30m×0.25mm, 250 μm) 또는 이와 동등 칼럼을 사용한다.

1.1.1.2.5.4.2. 아래 표의 최적화된 기기설정 조건을 참고하여 정량 분석한다.

Parameters	Condition
Instrument	GC-FID, Agilent 7890
Inlet Temp.	230 °C
Injection Volume	1 μL (splitless mode)
Column	RTX-5 (30m×0.25mm, 250μm)
Gas	Carrier gas : He (3 mL/min) Make up gas : H2 (30 mL/min), Air (300 mL/min)
Oven Temp.	40°C (8 min hold) →(5°C/min ↑)→ 60°C →(15°C/min ↑)→ 230°C (1 min hold)
Detector Temp.	300 °C

1.1.1.2.5.5. 검량선의 작성

1.1.1.2.5.5.1. 지표성분을 acetone에 녹여 2.5mg/L, 5mg/L, 10mg/L, 25mg/L, 50mg/L로 제조한 표준용액을 GC-FID로 분석하여 검량선을 작성한다.

1.1.2. 유해중금속

1.1.2.1. 유해중금속 분석방법은 「비료관리법」에 따라 농촌진흥청장이 정하여 고시한 비료의 품질검사방법 및 시료채취기준에 따라 검사하여야 한다.

1.1.2.2. 제품이 고체 상태인 경우에는 건물 기준 중량을 적용하고, 액체 상태인 경우에는 현물 기준 중량을 적용한다.

1.1.3. 유전자 변형 물질(GMO)

1.1.3.1. 「식품위생법」에 따라 식품의약품안전처장이 정하여 고시한 「식품의 기준 및 규격」에 따른다.

1.1.4. 항생물질(항생제 포함), 합성항균제 및 합성호르몬

1.1.4.1. 항생물질은 「비료관리법」에 따라 농촌진흥청장이 정하여 고시한 비료의 품질검사방법 및 시료채취기준에 따라 검사하여야 한다.

1.1.4.2. 합성항균제 및 합성호르몬

1.1.4.2.1. 최적의 조건에서 수행한 다른 법령 또는 국제적으로 통용되는 검사 방법에 따른다.

1.1.5. 농약

1.1.5.1. 공통기준

1.1.5.1.1. 농약별 정량한계는 각각 0.05mg/kg로 한다.

1.1.5.2. 다성분 동시분석법 (GC/MS/MS 및 LC/MS/MS)

1.1.5.2.1. 분석원리

1.1.5.2.1.1. 균질화한 시료를 분취하여 퀘처스(QuEChERS ; Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe) 방법을 이용하여 추출/정제하고 기체 및 액체크로마토그래프 질량분석기/질량분석기 (GC, LC/MS/MS)로 분석한다.

1.1.5.2.1.2. 시료 매트릭스의 영향을 최소화하기 위하여 표준물질 첨가법 (standard addition method)을 활용하여 분석할 수 있다.

1.1.5.2.2. 분석기기

1.1.5.2.2.1. 기체크로마토그래프 질량분석기/질량분석기(GC-MS/MS)를 사용한다.

1.1.5.2.2.2. 액체크로마토그래프 질량분석기/질량분석기(LC-MS/MS)를 사용한다.

1.1.5.2.3. 시약

1.1.5.2.3.1. Reference standard pesticides, acetonitrile, methanol, acetone, anhydrous magnesium sulfate, sodium chloride, trisodium citrate dihydrate, disodium hydrogencitrate sesquihydrate, 물 등은 잔류 농약분석에 적합한 것을 사용한다.

1.1.5.2.4. 추출 및 정제(QuEChERS)

1.1.5.2.4.1. 시료 5g을 정밀히 달아 50mL polypropylene 원심분리관에 넣고 acetonitrile 10mL를 넣은 후 1~2분간 진탕한다.

1.1.5.2.4.2. 위 원심분리관에 (4.0±0.2)g MgSO₄, (1.0±0.05)g NaCl, (1.0±0.05)g trisodium citrate dihydrate, (0.5±0.03)g disodium hydrogencitrate sesquihydrate를 넣고 1분간 상하좌우로 흔들어 흔

합한 후, 5분간 3,000r/min에서 원심분리하여 acetonitrile층과 물층을 분리시킨 후 acetonitrile층을 시료액의 시료추출액으로 사용한다.

1.1.5.2.4.2.1. $MgSO_4$ 는 수분이 있을 경우 열이 발생하면서 응집하므로 신속히 흔들어 냉각된 원심분리기 또는 냉각조에 넣어 식힌다.

1.1.5.2.4.2.2. 필요한 경우에는 국제적으로 통용되는 QuEChERS 추가 정제방법을 이용할 수 있다.

1.1.5.2.5. 분석기기 조작

1.1.5.2.5.1. 기체크로마토그래프 질량분석기/질량분석기(GC/MS/MS)의 측정조건

1.1.5.2.5.1.1. 컬럼: DB-5MS 캐필러리칼럼($30m \times 0.25mm$ ID, $0.25 \mu m$ df) 또는 이와 동등한 것

1.1.5.2.5.1.2. 캐리어가스 및 유량: 헬륨, 1mL/분

1.1.5.2.5.1.3. 컬럼오븐온도: $80^\circ C$ 에서 검체를 주입하고 2분간 유지 $25^\circ C$ /분의 비율로 $210^\circ C$ 까지 승온 후 $15^\circ C$ /분의 비율로 $320^\circ C$ 까지 승온 후 5분 유지

1.1.5.2.5.1.4. 주입부: splitless, $260^\circ C$

1.1.5.2.5.2. 액체크로마토그래프 질량분석기/질량분석기(LC-MS/MS)의 측정조건

1.1.5.2.5.2.1. 컬럼: C_{18} ($2.1mm \times 100mm$, $2.6 \mu m$) 또는 이와 동등한 수준으로 농약 성분의 분리가 가능한 것

1.1.5.2.5.2.2. 이동상

1.1.5.2.5.2.2.1. A- 0.1 % formic acid, 5 mM ammonium formate 수용액

1.1.5.1.5.2.2.2. B- 0.1 % formic acid, 5 mM ammonium formate 메탄올 용액

시간(분)	컬럼유속 (mL/min)	이동상 A (%)	이동상 B (%)
0.0	0.3	95	5
1.0	0.3	95	5
1.5	0.3	45	55
5.0	0.3	40	60
12.0	0.4	10	90
12.1	0.4	2	98
15.0	0.4	2	98
15.1	0.3	95	5
20.0	0.3	95	5

1.1.5.2.5.2.3. 컬럼온도: 40℃

1.1.5.2.5.2.4. 주입량: 10 μL

1.1.5.2.5.2.5. 이온화 방식: Electrospray ionization (ESI, positive)

1.1.5.2.6. 검량선 작성

1.1.5.2.6.1. 표준용액을 농도별로 기체 및 액체크로마토그래프 질량분석기/질량분석기에 각각 주입하여 얻어진 크로마토그램상의 각 피크 높이 또는 면적을 구하여 검량선을 작성한다.

1.1.5.2.6.2. 정성 확인은 기체 및 액체크로마토그래프 질량분석기/질량분석기로 분석하였을 때 시험용액 중 표준물질의 머무름시간과 m/z 값은 표준용액 중 표준물질의 머무름시간 및 m/z 값과 일치하여야 한다. 또한 이온쌍의 피크 비율을 참고하여 확인하여야 한다.

1.1.5.2.6.3. 정량 확인은 최적의 조건에서 수행한 다른 법령 또는 국제적으로 통용되는 방법에 따른다.

1.1.5.2.7. 다성분 동시분석법은 「농수산물 품질관리법」에 따라 식품의약품안전처장이 고시한 「생산단계 농수산물 등의 유해물질 안전기준」을 준용할 수 있다.

1.1.5.3. 단성분 개별분석법

1.1.5.3.1. 「농약관리법」에 따라 농촌진흥청장이 고시한 농약의 검사방법 또는 「식품위생법」에 따라 식품의약품안전처장이 고시한 식품의 기준 및 규격에 따른다.

1.1.6. 석면

1.1.6.1. 「농약관리법」에 따라 농촌진흥청장이 고시한 농약의 검사방법에 따른다.

1.1.7. 리친(Ricin)

1.1.7.1. 「비료관리법」에 따라 농촌진흥청장이 정하여 고시한 비료의 품질검사 방법 및 시료채취기준에 따른다.

1.1.8. 그 밖의 사항

1.1.8.1. 나트륨(Na)과 염분

1.1.8.1.1. 적용범위

1.1.8.1.1.1. 본 분석법은 염광광도법 및 원자흡광분광법(AAS) 또는 유도결합 플라즈마(I.C.P)발광분광법에 의한 유기농업자재 중의 나트륨(Na)과 염분을 정량 분석하는데 적용한다.

1.1.8.1.2 시약의 조제

1.1.8.1.2.1. 나트륨(Na) 표준원액(1,000mg / L)

1.1.8.1.2.1.1. 특급 염화나트륨[Sodium chloride(NaCl)(분자량: 58.5)]을 50℃~600℃에서 40~50분간 가열하고 데시케이터내에서 방냉한 후 0.254g을 정확히 취하여 증류수로 녹여 전량을 100ml로 하여 표준 나트륨원액을 조제하여 폴리에틸렌병에 보관한다.

1.1.8.1.2.1.2. 나트륨 1000mg/L의 저장용액을 직접 조제하지 않고 원자흡광분석용 등 기기분석용 나트륨 1000mg/L 표준용액을 구입하여 사용할 수 있다.

1.1.8.1.2.2. 간섭억제제액: 탄산칼슘(CaCO_3) 12.5g을 비이커에 취하고 물로 적신 후, 염산 105ml를 서서히 가해 녹인다. 잠시 끓인 후 냉각하고 물을 가해 1l로 한다.

1.1.8.1.3. 공시액 조제

1.1.8.1.3.1. 나트륨염류

1.1.8.1.3.1.1. 공시품 2.5g을 300ml의 툴비이커에 정확히 취하고, 물 약 200ml를 가하고 즉시 소량의 염산을 가하여 산성으로 하고, 시계접시를 덮고 15분간 끓인 후 냉각하고 물을 가하여 250ml로 한 후 건조

여지로 여과한다.

1.1.8.1.3.2. 유기질 비료 또는 유기물을 함유하는 비료

1.1.8.1.3.2.1. 공시품 5~10g을 자재도가니에 취하고, 저적열로 탄화하고 이것을 300ml의 툴비이커에 물로 씻어 넣고, 염산 10ml를 서서히 가해 넣고, 물을 가해 약 100ml로 하고, 약 5분간 끓여 냉각하고 물을 가하여 250ml 또는 500ml로 하고 건조여지로 여과한다.

1.1.8.1.3.3. 광물류

1.1.8.1.3.3.1. 공시품 0.1~0.5g을 백금접시에 취하고 물 몇 방울을 가해 축이고, 46% 불화수소산 5ml 및 과염소산 0.5ml를 가해 열판상에서 가열하여 과염소산의 흰 연기가 발생하면 그친다.

1.1.8.1.3.3.2. 방냉한 후 46% 불화수소산 5ml를 가해 백금제 시계접시(또는 polytetrafluora ethylene plastic)을 흔들어 혼합하고, 열판상에서 가열하여 거의 건조 한다. 방냉 후 염산(1+1) 5ml 및 소량의 물을 가해 열판상에서 가열하여 녹인다.

1.1.8.1.3.3.3. 이 때 분해가 불완전하여 완전히 녹지 않을 경우에는 상기 「46% 불화수소산5ml 및 과염소산 0.5ml를 가해」 이하를 반복하여 완전히 녹인다. 방냉 후 100ml의 메스플라스크에 옮겨 눈금까지 물을 가한다.

1.1.8.1.3.4. Microwave를 이용한 분해방법은 「비료관리법」에 따라 농촌진흥청장이 정하여 고시한 비료의 품질검사방법 및 시료채취기준에 따라 검사하여야 한다.

1.1.8.1.4. 정량방법

1.1.8.1.4.1. 염광광도법 또는 원자흡광분광법

1.1.8.1.4.1.1. 공시액의 일정량을 메스플라스크에 정확히 최종 희석액량의 1/10의 간섭억제액 및 눈금까지 물을 가한다(1ml중에 Na로써 10~80 μ g, 또는 Na로써 10~100 μ g이 좋다).

1.1.8.1.4.1.2. 염광광도분석기 또는 원자흡광 분석기로 표준나트륨액의 발광광도 또는 흡광도를 비교하여 나트륨(Na)의 량을 구한다.

1.1.8.1.4.2. 유도결합플라즈마(I.C.P)발광분광법

1.1.8.1.4.2.1. 공시액을 필요에 따라 소정의 농도로 정확히 희석하고, 이 공시액을 유도결합플라즈마(I.C.P)의 발광분석장치에 흡입 분무시켜 발광광도를 측정한다.

1.1.8.1.4.2.2. 동시에 Na 표준액을 몇 단계로 정확히 취하고 공시액의 경우와 동일조건에서 조작하여 작성한 검량선에서 Na의 양을 구한다.

1.1.8.1.4.3 계산식

$$\text{나트륨(Na)의 함량(\%)} = \frac{\text{공시액의 농도(ppm)} \times 100}{\text{공시품의 무게} \times \text{희석배수} \times 1,000,000}$$

$$\text{염분(NaCl)의 함량(\%)} = \frac{\text{공시액의 농도(ppm)} \times 2.5421 \times 100}{\text{공시품의 무게} \times \text{희석배수} \times 1,000,000}$$

1.2. 생물학적 검사(검정) 항목

1.2.1. 미생물 동정

1.2.1.1. 토양개량 및 작물생육용 자재는 「비료관리법」에 따라 농촌진흥청장이 고시한 비료의 품질검사방법 및 시료채취기준에 따른다.

1.2.1.2. 병해충관리용 자재는 「농약관리법」에 따라 농촌진흥청장이 고시한 농약 및 원제의 등록기준에 따른 시험방법에 따른다.

1.2.1.3. 농약 또는 비료의 검사방법을 적용하기 어려운 경우에는 다음의 검사방법에 따를 수 있다.

1.2.1.3.1. 유기농업자재 공시의 신청인이 제출하거나 공인 또는 표준화된 동정방법

1.2.1.3.2. 공인 또는 표준화된 동정방법이 없는 경우에는 농촌진흥청장 또는 국립농업과학원장이 정하는 방법

1.2.2. 천적 동정 및 천적 이종 혼입 검사

1.2.2.1. 천적의 동정방법은 유기농업자재 공시의 신청인이 제출하거나 공인 또는 표준화된 동정방법에 따른다.

1.2.2.2. 공인 또는 표준화된 동정방법이 없는 경우에는 국립농업과학원장이 정하는 방법에 따른다.

1.2.3. 병원성미생물 검사

1.2.3.1. 「비료관리법」에 따라 농촌진흥청장이 고시한 비료의 품질검사방법

및 시료채취기준에 따른다.

1.2.3.2. 비료의 품질검사방법에서 기준이 정해지지 않은 병원성미생물의 검사 방법은 농촌진흥청장이 따로 정하는 방법에 따른다.

2.1. 세부 시험방법

2.1.1. 식물 시험

2.1.1.1. 비료효과(肥效) 및 비료피해(肥害) 시험

2.1.1.1.1. 농촌진흥청에서 발간한 농업과학기술 연구조사분석 기준 또는 「비료관리법」에 따라 농촌진흥청장이 고시한 비료의 품질검사방법 및 시료채취기준에 따른다. 다만, 유기농업자재 공시기준에서 요구하는 항목과 차이가 있을 경우에는 공시기준에서 요구하는 항목에 따라 수행할 수 있다.

2.1.1.2. 농약효과(藥效) 및 농약피해(藥害) 시험

2.1.1.2.1. 농촌진흥청에서 발간한 농업과학기술 연구조사분석 기준 또는 「농약관리법」에 따라 농촌진흥청장이 고시한 농약 및 원제의 등록기준에 따른 시험방법에 따른다.

2.1.2. 독성 시험

2.1.2.1. 시험 항목: 급성경구 독성/미생물 병원성 시험, 급성경피 독성/미생물 병원성 시험, 안점막 자극성 시험, 피부 자극성 시험, 급성어류 독성 시험, 물벼룩류 급성 유영저해 시험 및 꿀벌에 대한 급성접촉독성 또는 영향 시험 2.1.2.2. 독성시험은 「농약관리법」에 따라 농촌진흥청장이 고시한 농약 및 원제의 등록기준에 따른 시험방법에 따른다.