

## 연구과제 최종보고서

과 제 명	사료 관리대상 농약 신속분석법 확립 및 검증				
총연구기간	2018년 5월 ~ 2018년 11월	당해연도 연구기간	2018년 5월 ~ 2018년 11월		
수행부서/ 세부수행부서	시험연구소/ 성분검정과 (공동)	연구 책임자	구분	직위(급)	성명
			정	과장	안종성
			부	주무관	김호진
		참여 연구원	직위(급)		성명
			팀장		박수민
			연구원		이미진
			연구원		이정민
참여부서					
사업구분	단년도 (√) 다년도 ( )	총 ( 1 )개년 중 ( 1 )차 연도			
연구결과 요약	사료관리법에서 허용기준이 설정된 관리대상 잔류농약의 신속 분석법을 정립하고 유효성 검증하였다. 기체크로마토그래피·질량분석기와 액체크로마토그래피 질량분석기를 이용하여 동시 분석 가능한 농약 중 사료 관리대상 121종, 벧짚 관리대상 39종 및 관리대상 추가 예정 항목 5종 등 총 341종 농약에 대하여 분석법의 유효성을 검증하고자 하였다. 농산물 유해물질 분석법을 바탕으로 옥수수, 알팔파, 양계사료, 애완동물사료에 대하여 신속 전처리 방법(QuEChERS method)을 적용하였다. 본 분석법이 Codex, EU(Sante guideline) 검증 기준에 충족되는지 확인하기 위하여 회수율, 직선성, 검출한계, 정량한계, 정확성 등을 산출하였다. 대부분 유효성 검증요건을 충족하였으며, 시료 종류에 따른 차이를 개선할 수 있도록 Matrix matched 방법을 사용하여 매질 효과를 줄이고자 하였다. 정립된 분석방법은 사료관리법의 사료표준분석방법으로 활용될 수 있을 것으로 기대한다.				

# 사료 관리대상 농약 신속분석법 확립 및 검증

## 1. 연구배경 및 목표

### 가. 연구배경

#### 1) 사료 중 잔류농약 다성분 분석법 정립 필요성

##### 가) 국민의 식품 안전성 강화에 대한 요구

국내에서는 1997년 처음으로 사료 내 잔류농약에 대한 규제 관리를 시작한 이래 2005년에는 관리대상 잔류농약의 종류를 17종에서 27종으로 확대하고 적용대상 사료도 배합사료이외 섬유질사료를 추가했다. 2016년에는 사료 중 관리대상 잔류농약 성분을 기존 27성분에서 121성분(상시관리대상 35성분)으로 확대하고 105성분 농약에 대한 다성분 동시분석법을 확립했다. 이처럼 신규 유해물질이 세계적으로 점점 증가하는 상황에서 국민의 삶의 질 향상과 식품의 안전성에 대한 요구가 높아짐에 따라 자연스럽게 사료에서의 잔류농약 관리도 강화되고 있는 흐름이다.

##### 나) 2019년 PLS(농약 허용물질 관리제도) 전면 시행

2019년 1월 1일부로 모든 농산물에 대하여 PLS(Positive List System : 허용물질목록관리제도)를 적용하는데, PLS란 국내사용 등록, 또는 잔류허용기준(MRL)이 설정된 농약 이외 등록되지 않은 농약은 원천적으로 사용을 금지하는 제도를 말한다. 허용기준이 설정되지 않은 성분의 경우 CODEX 규격에 따라 독성학적으로 인체에 위해성이 없는 불검출 수준인 0.01ppm의 일률 기준을 적용한다. 현재 EU와 일본 등에서 시행하고 있는 제도로써 유해물질에 대한 관리 및 규제가 강화되는 추세에서 축산물 및 사료 산업에서도 비슷한 요구수준으로 나아가리라 예측된다.

#### 다) 친환경 농산물(축산물) 제도 정착

우리나라는 2001년에 친환경농산물 인증제도가 도입된 이래 친환경농업 육성 5개년 계획(2016~2020) 등을 통해 인증관리를 강화하였고, 이를 활성화하기 위해 지속적으로 노력해왔다. 이 중에서 유기농산물, 무농약농산물, 유기축산물 인증 등은 <농산물 등의 유해물질 분석법>에서 규정한 잔류농약 320종이 검출되지 않은 생산물에 대해 그 인증이 주어지는데, 특히 유기축산물은 농약이 첨가되지 않은 100% 유기사료를 급이 해야 하기 때문에 친환경 사료에 대한 요구와 필요성이 높다고 볼 수 있다. 조류독감(AI) 및 구제역 등 가축 질병의 발생 빈도가 증가하고 있는 상황에서 동물복지와 유기농 축산에 대한 사회적 공감대가 형성되고 있다. 이러한 사회 기류는 사료에서도 친환경 수준의 잔류농약 관리 및 모니터링을 요구하고 있으며 이에 기존 친환경 320종과 현 사료관리법에 허용기준 설정된 농약에 대한 동시다성분 분석방법의 개발 필요성이 대두되었다.

#### 라) 2017년 살충제 계란 파동

지난 2017년 8월 네덜란드와 벨기에로부터 시작된 계란에서의 피프로닐 검출 파문은 EU 15개 회원국을 비롯한 오스트리아, 홍콩 등까지 퍼졌다. 네덜란드에서는 180만개 산란계 농장이 폐쇄됐고 닭 수십만 마리가 폐기처분됐으며 벨기에 역시 농장의 4분의 1 이상이 문을 닫는 사태까지 확산됐다.

이는 국내에서도 문제가 되었는데 당국이 국내 친환경 산란계 농장을 대상으로 한 잔류검사에서도 피프로닐과 비펜트린이 검출된 것을 시작으로 일반 산란계 1,239개 농장을 대상으로 한 전수 검사에서 52개의 농장에서 부적합 결과가 나와 451만개의 계란이 폐기 조치되었다. 당시 국내 대형마트 등에서 계란 판매를 중지하였고 이에 계란값이 폭등하는 등 국내에서도 큰 파장을 일으켰던 대표적인 축산물 안전성 사건으로써 향후 축산물 안전관리 규제 및 관리 정책에도 영향을 미쳤다.

#### 마) 사료 내 잔류농약 5종 추가로 분석방법 개선 필요

2017년 살충제 계란 파동 이후 친환경 인증농가의 심사기준에 환경시료(축분) 검사기준이 강화되었고 이후 실시한 축분 및 사료 검사에서 에톡사졸 등의

잔류농약이 검출됨에 따라 살충제 5종에 대한 기준 설정이 검토되고 있다. 따라서 이를 반영한 새로운 동시분석방법이 필연적이며 본 연구에서는 최근 이슈화되고 있는 성분들에 대한 동시분석법을 개발하고 적용가능성을 검토하여 국내 사료의 잔류농약의 오염 가능성을 모니터링하고 이를 신속하고 효과적으로 관리하는 데 그 의의가 있다.

## 2) 사료중 잔류농약 허용기준 현황 및 분석법 수요

### 가) 허용기준 설정 현황

1996년도부터 다이아지논(Diazinon)을 비롯한 17성분이 허용기준으로 처음 설정되었다. 설정된 농약의 적용시기는 '96년(5종), '97년(10종), '98년(17종)이었고 유기인계(Organophosphate) 농약은 9종 유기염소계(Organochloride)는 5종 카바메이트계(Carbamate) 및 기타 농약이 3종이다.(Table 1) 이 기준은 1994년 한국영양사료학회에서 작성한 연구용역보고서를 적극 반영한 결과다. “축산물 안전성 확보를 위한 사료품질 관리제도 개선연구” 보고서의 건의 사항을 적극 수용하여 외국의 허용기준을 상당부분 반영하였다. 사료원료에 허용기준으로 설정하기에는 축적된 안전성 평가 자료가 충분하지 않았기 때문이다.

Table 1. 잔류농약 허용기준 현황 1996년(농림수산부고시 제1996-3호)

구분	사료종류	허용기준	적용년도
다이아지논(Diazinon)	배합사료	5.0ppm	'96부터
파라치온(Parathion)	〃	1.0	〃
페니트로치온(Fenitrothion)	〃	6.0	〃
펜치온(Fenthion)	〃	1.0	〃
카바릴(Carbaryl)	〃	5.0	〃
말라치온(Malathion)	〃	8.0	'97부터
펜토에이트(Phenthoate)	〃	1.0	〃
클로르피리포스메칠(Chlorpyrifos-methyl)	〃	6.0	〃
피리미포스메칠(Pirimiphos-methyl)	〃	5.0	〃
디클로르보스(Dichlorvos)	〃	2.0	〃
비에치시(BHC)	〃	0.2	'98부터
디디티(DDT)	〃	0.5	〃
디엘드린(알드린포함)(Dieldrin and Aldrin)	〃	0.02	〃
엔드린(Endrin)	〃	0.01	〃

헵타크롤(헵타크롤에폭사이드 포함) (Heptachlor & Heptachlor epoxide)	〃	0.02	〃
차이벤다졸(Thiabendazole)	〃	5.0	〃
에칠렌디브로마이드(EDB)	〃	0.5	〃

2004년 12월에 개정된 고시에 따라 2005년 5월부터 관리대상 농약성분은 10종이 늘어 27종이 되었다. EPN등 유기인계 5종, 페노브카브(Fenobucarb)등 카바메이트계 2종, 벤즈이미다졸계(Benzimidazole)인 베노밀(Benomyl), 퍼메쓰린(Permethrin)등 피레스로이드계 2종이 추가되었다. 역시 원료 수입국의 기준이 많이 반영되었다. 이는 식품을 비롯한 다른 산업에서 설정하고 있는 성분의 개수에 비하면 수적으로는 작다. 하지만 전체 배합사료에 공통으로 적용된다는 점에서는 외국에 비해서 상당히 많은 범위의 품목에 잔류기준을 설정하였던 것이다.

2010년 3월 개정 고시에 따라 추가된 농약은 기존 성분들의 허용기준과 별도로 사료용 벧짚에 대해 별표로 구분되어 설정되었다. 다이아지논과 에디펜포스(Edifenphos), 카바릴(Carbaryl)은 기존 허용기준이 설정된 성분과 중복되며 에토펜프록스(Ethofenprox)등 4종은 새로 추가된 성분이다.

2010년 개정고시의 가장 큰 특징은 축우사료로 사용되는 조사료의 안전성 기준설정을 위해 국내 축산물의 잔류기준과 잔류이행 실험 등의 국내자료를 적극 반영하였다는 점이다. 특히 에토펜프록스와 프로피코나졸(Propiconazole)은 일본의 사료중 잔류허용기준에 없는 성분이 추가된 것이었다.

2004~2014년 잔류농약 허용기준은 Table 2와 같다. 용도별로 구분하면 23종이 살충제, 3종이 살균제, 1종이 훈증제로 구분된다. 물질의 화학적 분류로 나누어 보면 유기인계 14종, 유기염소계 5종(이성질체의 세분과 2가지 성분의 허용기준 합산을 고려하면 11종 이상), 카바메이트계 등 나머지 구분은 11종이다.

Table 2. 잔류농약 허용기준 (2004년)

성분명	허용기준	용도	구분
다이하지논(Diazinon)	5.0ppm	살충제 (Insecticide)	유기인계 (Organophosphate)
디디티(DDT)	0.5	〃	유기염소계 (Organochloride)
디엘드린(알드린포함)(Dieldrin and Aldrin)	0.02	〃	유기염소계
디클로르보스(Dichlorvos)	2	〃	유기인계
말라치온(Malathion)	8	〃	〃
베노밀(Benomyl)	20	살균제 (Fungicide)	벤즈이미다졸계 (Benzimidazoles)
비에이치시(BHC)	0.2	살충제	유기염소계
에디펜포스(Edifenphos)	50	살균제	유기인계
에치온(Ethion)	10	살충제	〃
에칠렌디브로마이드(EDB)	0.5	훈증제 (Fumigant)	기타
엔드린(Endrin)	0.01	살충제	유기염소계
이소펜포스(Isofenphos)	1	〃	유기인계
이소프로카브(Isoprocarb)	0.5	〃	카바메이트계 (Carbamate)
이피엔(EPN)	0.5	〃	유기인계
치아벤다졸(Thiabendazole)	5	살균제	벤즈이미다졸계
카바릴(Carbaryl)	5	살충제	카바메이트계
클로르피리포스(Chlorpyrifos)	0.5	〃	유기인계
클로르피리포스메칠(Chlorpyrifos-methyl)	6	〃	〃
파라치온(Parathion)	1	〃	〃
페메쓰린(Permethrin)	10	〃	피레스로이드계 (Pyrethroid)
페노브카브(Fenobucarb)	1	〃	카바메이트계
페니트로치온(Fenitrothion)	6	〃	유기인계
펜발러레이트(Fenvalerate)	5	〃	피레스로이드계
펜치온(Fenthion)	1	〃	유기인계
펜토에이트(Phenthoate)	1	〃	〃
피리미포스메칠(Pirimiphos-methyl)	5	〃	〃
헵타크롤(헵타크롤에폭사이드포함) (Heptachlor and Heptachlorepoide)	0.02	〃	유기염소계

## 나) 분석법 수요

2014년 12월에 개정된 고시에 관리대상 농약성분은 121종이 되었으며 벧짚에서의 허용기준도 39종이 되었다.

기존의 분석법은 주로 컬럼 정제나 SPE를 이용하여 정제하고 HPLC, GC로 분석하는 방법으로 구성되어 있어 늘어난 분석항목을 짧은 시간에 효과적으로 분석하기에 역부족이었다. 물론 식품의 기준 및 규격에서 사용되는 방법을 그대로 차용하여 일부 보완이 되었지만, 별표 7에서 나타난 바와 같이 약 40여 개의 잔류농약은 사료중 분석방법이 정립되어 있지 않아 분석법 정립이 필요한 상황이다.

Table 3. 기존 사료중 농약 분석법 비교

	분석 성분		정제방법	분석방법
1	다성분 분석	유기인계(9종)	컬럼크로마토그래피	GC(NPD)
		유기염소계(7종)	컬럼크로마토그래피	GC(ECD)
2	단성분 분석	다이아지논, 파라치온, 페니트로치온, 펜토에이트, 펜치온, 말라치온, 클로르보스	컬럼크로마토그래피	GC(FPD)
		클로르피리포스메틸, 피리미포스메틸	컬럼크로마토그래피	GC(FPD)
3		비에이치씨, 디디티, 알드린, 디엘드린, 엔드린, 헵타크롤, 헵타크롤에폭사이드	컬럼크로마토그래피	GC(ECD)
4		카바릴	컬럼크로마토그래피	LC(FLD) post column 유도화
5	다성분 분석	다이아지논 외 24성분	SPE	GC or LC <sup>1)</sup>
6	다성분 분석 <sup>2)</sup>	아크리나트린 외 200성분	SPE	GC or GC-MS
		아세트아미프리드 외 83성분		LC or LC-MS
7	기타(단성분)	에틸렌디브로마이드	컬럼크로마토그래피	GC(ECD)
		치아벤다졸	액액추출법	LC(FLD) post column 유도화
		프로피코나졸	액액추출법	GC or GC-MS
		에토펜프록스	SPE	GC
		포레이트	단순추출	LC-MS/MS

<sup>1)</sup> 유기인계와 유기염소계는 GC, 카바메이트계는 LC로 분석

<sup>2)</sup> 해당 방법으로 분석하여 검출된 경우, 정량분석은 단성분 분석법을 적용

Table 4. 개정 수요 및 분석법 미정립 농약성분

pesticide	한글명	농관원 모니터링 105종	농산물 허용기준 470종	축수산물 잔류물질 허용기준 99종	수입식품 단성분 분석대상 212종	식품 다성분 동시분석 395종	농산물 다성분 동시분석 320
해당성분갯수 45		30	40	16	37	5	23
2,4-D	2,4,-디★(이사-디)		99	33	o		
Acephate	아세페이트	LC/MS	73	23	o		LC/MS
Alachlor	알라클로르	LC/MS	78		o		GC/MS
Aminopyralid	아미노피라리드	LC/MS					
Bensultap	벤선탭						
Bentazone	벤타존		54		o		
Bitertanol	비터타놀	GC/MS	59		o		LC/MS
Cartap	카탑		116	92	o		
Chlorfenvinphos	클로르펜빈포스	GC/MS	129	42	o		GC/MS
Chlormequat	클로르메콧		127		o		
Chlorpropham	클로르프로팜	LC/MS	130		o		GC/MS
Clethodim	클레토딤	LC/MS	121		o		LC/MS
Cycloxydim	사이클로시딤						
Dicamba	디캄바		18		o		
Difenoconazole	디페노코나졸	GC/ECD2	26		o		GC/MS
Diiflubenzuron	디플루벤주론★	LC/MS	29	9	o		LC/MS
Diquat	다이콧		20	7	o		
Disulfoton	디설포톤★	GC/FPD	15	68	o		GC/MS
Dithiocarbamates	디치오카바메이트		357		o		
Esfenvalerate	에스펜발러레이트	GC/ECD2					
Ethephon	에테폰		81		o		
Famoxadone	파목사돈	GC/ECD2	255		o		LC/MS
Fenpropimorph	펜프로피모프	GC/MS					
Fluopicolide	플루오피콜라이드	LC/MS	395		o		LC/MS
Flutriafol	플루트리아폴	GC/MS	469			G148	
Fluxapyroxad	플룩사피룩사드	LC/MS	437		o		LC/MS
Glufosinate	글루포시네이트		2		o		
Glyphosate	글리포세이트★		3	2	o		
Haloxypop	할록시포프		261		o		LC/MS
Imidacloprid	이미다클로프리드	GC/ECD1	101	87	o		LC/MS
Isopyrazam	아이소피라잠	LC/MS	431		o		LC/MS
Lindane(g-BHC)	린단(감마-비에이치시)	GC/ECD1	420	1	o	G17	GC/MS
MCPA	엠시피에이		412		o		
Methoprene	메토프렌★	LC/MS	42	15	o		
Paraquat	패러콧★		154	48	o		
Piperonyl butoxide	피페로닐부톡사이드	LC/MS	198		o		GC/MS
Propargite	프로파자이트	GC/MS	189	61	o		
Prothioconazole	프로티오코나졸	LC/MS				L80	
Pyrethrins	피레트린		194		o		
Saflufenacil	사플루페나실	LC/MS	432		o		LC/MS



pesticide	한글명	농관원 모니터링 105종	농산물 허용기준 470종	축수산물 잔류물질 허용기준 99종	수입식품 단성분 분석대상 212종	식품 다성분 동시분석 395종	농산물 다성분 동시분석 320
Simazine	시마진	LC/MS	64		o		GC/MS
Spinozad/Spinosad	스피노사드	LC/MS	246	88	o		
Spirotetramat	스피로테트라맷	LC/MS	439		o		LC/MS
Sulfoxaflor	설펍사플로르	LC/MS	430	84	o		LC/MS
Tebuconazole	테부코나졸	GC/ECD1	133			G251	LC/MS
Triadimenol	트리아디메놀	GC/ECD2	141	76		G272	GC/MS

## 나. 연구목표

- 1) 사료중 허용기준 설정된 잔류농약 검정을 목적으로 동시 다성분 분석법을 정립함
- 2) 농산물 320성분의 동시분석법을 바탕으로 사료관리법 대상 성분에 대한 유효성 검증을 수행하여 시험법의 타당성을 검토함
- 3) 분석기관, 실험자, 분석장비 등의 다른 여러 요인에서의 분석 결과의 정확성 및 오차, 재현성을 비교하고 사료검정 업무에 활용이 가능한지 판단함
- 4) 공인분석법으로서의 기초 데이터 자료로 활용함

## 2. 연구내용 및 방법

### 가. 연구내용

#### 1) 연구대상 농약

대상 농약은 사료관리대상 성분(121종+벧죤39성분))과 농산물 유해물질 분석법 320성분에 대하여 예비 실험과 식품 및 외국의 동시분석법 참고하여 GC-MS/MS 분석 대상 농약 119성분, LC-MS/MS 분석 대상 농약 222성분을 선정하였다.

#### 2) 시약 및 기구

Acetonitrile, methanol은 HPLC grade (Merck), Formic Acid는 LC-MS grade (Fluka), Ammonium formate( $\geq 99.0\%$ )는 Fluka에서 구입하였다. 내부 표준물질(ISTD)로써 Triphenyl phosphate(99.9%)를 Sigma-Aldrich에 구입

하였고, Analyte protectants, AP로 D-(+)-gluconic acid- $\delta$ -lactone( $\geq 99.0\%$ ), (-) Shikimic acid( $\geq 99\%$ ), 3-Ethoxy-1,2-propanediol(98%), D-Sorbitol(99%)를 Sigma-Aldrich에서 구입하였다.

QuEChERS Extraction Salts는 BEKOLut® Citrate-Kit-01 (MgSO<sub>4</sub> 4 g, NaCl 1 g, NaCitrate 1 g, disodium citrate sesquihydrate 0.5 g) 제품을 이용하였고, QuEChERS dSPE는 BEKOLut® PSA-Kit-01 (PSA 25 mg, MgSO<sub>4</sub> 150 mg)을 이용하였다.

표준품으로 Custom Pesticides Set (친환경농산물 동시분석법의 320성분, LC/MS, GC/MS 100 ppm solution, AccuStandard), 개별 표준품(사료관리법의 기타 동시분석 가능한 성분)을 이용하였다.

### 3) 표준용액의 제조

#### 가) 혼합 표준원액(Mixed stock solution)

각 성분의 stock solution은 부록 1과 같이 Accustandard 社의 100 mg/kg 혼합 제조품(320성분)을 사용하였으며, 추가된 성분의 경우 단일 표준품 solution type 또는 neat type은 1,000 ppm 용액으로 제조하여 사용하였다.

#### 나) 내부표준용액(Internal standard, ISTD)

Triphenyl phosphate, 99 % (Sigma Aldrich) 0.1 g을 100 mL volumetric flask에 정밀히 칭량하고 acetonitrile을 이용하여 100 mL로 맞추어 1000 ng/mL로 내부표준원액을 제조하였다. 내부표준원액을 단계적으로 희석하여, 시료의 추출을 위한 acetonitrile용액으로 사용하였다.

### 4) 기기분석조건

GC-MS/MS와 LC-MS/MS를 이용한 기기 분석 조건은 Table 5, 6과 같다.

Table 5. GC-MS/MS 기기 분석 조건

GC	Agilent, 7890A GC System
Column	HP-5MS UI (30 m × 0.25 mm(i.d), 0.25 μm )
Flow rate	1.5 mL/min, Helium(99.9999%)
Injector	- 온도: 250 °C - Pulsed splitless mode 15psi, 3 min Injection volume : 1 μL
Oven	90 °C(3 min hold) → 20 °C/min → 120 °C → 8 °C/min → 300 °C( 3 min hold) ※ Total run time : 30 min
GC-MS/MS	Agilent, GCMS-TQ7000
MS/MS	· MRM(Multiple reaction monitoring) 모드 · Electron multiplier voltage : tuning value · Loop time : 1 sec · Transfer line : 300 °C, Ion source 230 °C
Ionization	Electron ionization(EI), -70 eV

Table 6. LC-MS/MS 기기 분석 조건

UPLC	Agilent, 1260 Infinity II			
Column	Scherzo Intakt, SM-C18 3um, 100 x 2 mm Column Temperature : 40°C			
Injector	Injection volume : 5 μL			
Mobile Phase	A : 5 mM ammonium formate, 0.1% formic acid in Water B : 5 mM ammonium formate, 0.1% formic acid in Methanol			
	Time	Flow	A (%)	B (%)
	Initial	0.3	95	5
	1.0	0.3	95	5
	1.5	0.3	45	55
	5.0	0.3	40	60
	12.0	0.3	2	98
	24.0	0.3	2	98
	24.1	0.3	95	5
	35	0.3	95	5
MS/MS	Agilent, 6470 Tripel Quad LC/MS			
Ionization	Electrospray Ionization(ESI, positive, negative)			
MS conditions	Gas temp: 250 °C Gas Flow: 10 L/min Nebulizer: 45 psi Sheath Gas temp: 350 °C Sheath gas flow: 10 L/min			

## 5) 전처리 방법

전처리 시험법은 아래와 같이 “농산물 등의 유해물질 분석법”(식품의약품 안전처고시 제2016-148호, 2016. 12. 26., QuEChERS-EN법)에 따라 수행하였다.

### 가) 시료 전처리

#### □ 전처리 과정

##### 시료칭량

- 50 mL 원심분리관에 균질화된 시료 5 g을 칭량
- 10 mL의 물을 추가하고 1시간 이상 방치



##### 추출 및 분배

- 아세토니트릴(MeCN)을 10 mL을 추가한 후 1분간 진탕
- 내부표준물질(1 mg/L triphenylphosphate)을 1 mL 추가하고 나머지 9 mL은 아세토니트릴 사용
- 세라믹 비드를 2개 넣고 4 g MgSO<sub>4</sub>, 1 g NaCl, 1 g NaCitrate, 0.5 g Disodium citrate sesquihydrate를 첨가한 후 다시 1분간 퀘처스 전용 균질기로 진탕
- 원심분리기를 이용하여 3,000 rpm/min으로 5분간 원심분리
- ※ MgSO<sub>4</sub>는 수분이 있을 경우 열이 발생하면서 응집하므로 신속히 흔들어 냉각된 원심분리기 또는 냉각조에 넣어 식힘



##### 정 제

- LC-MS/MS
  - 상등액을 0.2 μm 시린지 필터로 여과하여 시액으로 사용
  - 이동상 초기조건과 같게 하기 위하여 시료액 100 μL에 완충용액 600 μL, 아세토니트릴 300 μL(완충용액과 아세니트릴 6:3비율의 혼합액, 900 μL)를 넣어 1000 μL로 맞춰 바이알에 담음
- GC-MS/MS(dSPE 정제, 고지방사료에 대한 C18 처리 추가)
  - 상등액 1 mL를 25 mg PSA, 150 mg MgSO<sub>4</sub>
  - 상등액 1 mL를 25 mg C18, 25 mg PSA, 150 mg MgSO<sub>4</sub> (고지방-애완용 사료 추가 사항)가 들어있는 Dispersive SPE tube에 넣고 1분간 진탕 후 10,000 rpm/min에서 1분간 원심분리 후 0.2 μm 시린지 필터로 여과하여 시액으로 사용

#### 나) 표준물질 전처리

옥수수, 알팔파, 양계 사료, 애완용 사료의 무처리 시료를 위의 방법으로 시료와 같이 동일하게 전 처리한 뒤 아래와 같이 매질보정표준용액(matrix matched calibration solution)을 제조하였다. 또한 시료간의 matrix effect(매질 효과)를 알아보기 위하여 용매표준용액(solvent standard solution)도 제조하였는데, 전처리과정의 영향을 최대한 배제하고 순수시료(양계 사료, 애완용 사료)의 matrix effect 비교산출을 위하여 물 10 g을 이용하여 위의 전처리법으로 동일하게 전 처리한 뒤 시료추출액을 제조 한 뒤 아래의 방법으로 용매표준 검량선 용액을 제조하였다.

#### 6) 분석법 유효성 검증

가) 회수율 및 재현성 시험

나) LOD(limit of detection) 및 LOQ(limit of quantitation)

다) Matrix effects, 매질효과

라) 직선성

### 3. 결과 및 고찰

#### 가. 분석법 유효성 검증 결과

##### 1) 유효성 검증

가) 사료 중 잔류농약 동시분석법(안)의 분석법 정립 및 검증을 위하여 GC-MS/MS LC-MS/MS를 이용하여 유효성 항목에 대한 검증 작업을 수행하였다. 결과는 Table 7, 8에 나타냈다.

나) 농산물 유해물질 분석법을 기초로 GC-MS/MS는 119성분, LC-MS/MS는 분석성분 222성분에 대하여 기기분석조건 및 MRM 조건을 확인하였고, 혼합표준용액 및 무처리구 시료를 제조하여 각 분석기관에서 공동으로 사용하였다.

다) 유효성의 검증을 위하여 옥수수, 알팔파, 양계사료, 애완사료를 대표 시료로

선정하여 2수준에서 5반복 회수율 시험을 진행하였으며, 이를 통하여 검량선의 직선성, 회수율, 재현성, 매질효과 등을 산출하였다.

라) 대부분의 농약성분에서 직선성, 검출한계, 정량한계, 정확성, 재현성 등의 측면에서 양호한 결과를 보였으며, 사료 중 잔류농약분석법으로 활용이 가능할 것으로 사료된다.

Table 7. GC-MS/MS 대상 성분(119성분)의 유효성 검증 시험 결과

Name	100 ppb 회수율 평균%	100 ppb 회수율 RSD%	500 ppb 회수율 평균%	500 ppb 회수율 RSD%	직선성(R <sup>2</sup> )	LOD (µg/kg)	LOQ (µg/kg)
2,4-Dimethylaniline (Xylidine)	96.0	1.5	88.0	5.0	0.9992	3.6	10.8
Acrinathrin	93.9	4.1	87.1	6.2	0.9998	4.4	13.5
Alachlor	100.6	3.4	97.7	3.1	0.9995	2.9	8.7
Aldrin	46.6	5.4	43.2	6.2	0.9991	2.8	8.3
Ametoctradin	96.6	3.8	90.3	3.0	0.9992	3.6	11.0
Anilofos	106.2	5.0	97.1	3.8	0.9998	1.4	4.2
Atrazine	96.9	3.3	94.7	4.0	0.9995	4.9	15.0
Azaconazole	99.4	2.7	95.5	4.6	0.9996	4.8	14.5
Benfuresate	107.6	2.4	104.4	4.5	0.9995	4.6	14.0
BHC-α	82.9	2.5	79.7	3.1	0.9997	3.7	11.3
BHC-β	88.9	4.4	85.1	4.9	0.9998	4.3	12.9
BHC-δ	79.1	2.8	81.3	3.5	0.9995	4.5	13.6
BifenoX	95.6	2.4	81.6	4.2	0.9996	4.4	13.2
Bifenthrin	71.5	7.9	65.5	7.6	0.9997	2.7	8.3
Bromobutide	101.3	3.9	99.1	3.3	0.9995	2.1	6.5
Bromopropylate	84.5	3.4	77.8	4.4	0.9998	3.4	10.4
Butachlor	94.4	3.1	89.9	2.9	0.9993	8.3	25.1
Butafenacil	109.9	4.4	105.0	3.2	0.9996	3.3	9.9
Carbophenothion	81.3	5.6	75.1	4.7	0.9997	3.8	11.4
Chlorantraniliprole	104.7	5.3	98.5	2.9	0.9997	3.9	11.8
Chlordane α-cis	63.1	10.4	59.4	4.5	0.9997	4.8	14.6
Chlordane γ-trans	66.6	6.2	60.1	7.4	0.9994	4.6	13.8
Chlorfenapyr	90.3	6.9	87.1	5.3	0.9994	5.3	16.2
Chlorfenvinphos	102.1	2.6	100.3	3.8	0.9996	3.3	10.0
Clorfluazuron	93.0	6.0	84.6	8.3	0.9987	4.9	14.9
Chlorobenzilate	88.0	3.7	85.3	3.1	0.9997	3.1	9.5
Chlorpropham	93.0	3.9	91.7	3.7	0.9997	3.2	9.8
Chlorpyrifos-methyl	93.5	1.9	91.3	2.2	0.9998	4.4	13.3
Cyfluthrin	91.3	5.6	84.1	5.5	0.9989	4.3	13.2
Cyhalothrin	91.7	4.7	84.4	4.7	0.9998	2.8	8.5
Cypermethrin	89.1	4.9	81.0	6.0	0.9997	6.0	18.3
Cyprodinil	77.3	4.3	73.1	2.4	0.9993	7.4	22.3
o,p-DDT	60.8	4.7	47.2	5.4	0.9999	2.5	7.5
p,p-DDD	71.3	6.5	67.0	6.4	0.9997	3.2	9.8
p,p-DDE	52.1	8.4	47.3	7.2	0.9998	3.6	10.9

Name	100 ppb 회수율 평균%	100 ppb 회수율 RSD%	500 ppb 회수율 평균%	500 ppb 회수율 RSD%	직선성(R <sup>2</sup> )	LOD (µg/kg)	LOQ (µg/kg)
p,p-DDT	64.7	3.2	49.2	6.7	0.9999	2.1	6.4
Deltamethrin(tralomethrin)	85.8	6.2	78.2	5.4	0.9993	5.5	16.7
Diclofop-methyl	90.8	4.7	85.3	3.9	0.9995	2.9	8.9
Dicloran(Bortran)	93.8	1.1	88.9	3.9	0.9996	3.2	9.8
Dicofol	71.7	3.2	68.1	5.3	0.9995	3.2	9.6
Dieldrin	73.0	9.2	70.8	5.0	0.9996	3.3	10.1
Difenoconazole	97.9	3.9	95.1	2.7	0.9996	3.8	11.5
Dimethoate	102.2	3.9	100.4	3.5	0.9999	3.9	11.7
Dimethylvinphos	103.2	2.5	98.7	1.8	0.9998	2.3	6.8
Diphenylamine	89.0	3.0	86.2	3.4	0.9996	4.6	14.0
Disulfoton	93.0	2.6	88.2	3.8	0.9997	4.2	12.7
Endosulfan(alpha)	63.5	10.0	64.7	3.5	0.9999	3.3	10.1
Endosulfan(beta)	82.0	4.7	72.1	6.0	0.9982	15.0	45.5
Endosulfan-sulfate	92.3	3.6	88.9	5.2	0.9999	2.3	7.0
Endrin	74.4	7.5	63.6	5.8	0.9999	4.4	13.3
EPN	97.9	2.1	84.7	3.7	0.9992	3.3	9.9
Epoxiconazole	102.8	2.7	99.2	3.9	0.9997	2.9	8.9
Ethalfuralin	91.5	3.7	84.8	5.3	0.9991	4.8	14.6
Ethion	94.4	3.2	86.4	4.5	0.9998	3.0	9.2
Etridiazole(Terrazole)	88.3	2.0	77.4	6.2	0.9996	4.1	12.5
Fenclorim	68.7	4.0	65.3	3.4	0.9995	3.6	10.9
Fenitrothion	105.5	1.1	97.7	1.5	0.9998	2.4	7.4
Fenothiocarb	98.5	3.5	94.6	3.2	0.9997	4.2	12.6
Fenoxanil	102.5	4.9	100.0	2.9	0.9997	2.9	8.9
Fenpropathrin	86.8	4.9	81.2	5.0	0.9998	4.1	12.3
Fenpropimorph	84.4	2.5	81.8	3.6	0.9997	4.0	12.2
Fenthion	96.7	2.1	90.0	1.9	0.9997	2.7	8.1
Fenvalerate	84.8	4.1	78.4	6.2	0.9997	3.6	11.0
Fipronil	105.5	2.8	102.9	2.8	0.9993	5.7	17.3
Flucythrinate	95.8	3.9	91.3	3.5	0.9997	4.1	12.6
Flumioxazine	111.9	4.8	104.8	3.8	0.9997	3.9	11.8
Fluopyram	103.1	3.0	102.2	3.2	0.9997	4.6	13.8
Flutriafol	102.0	4.3	99.2	3.7	0.9998	5.2	15.7
Fonofos	89.5	2.8	87.5	2.8	0.9998	3.6	10.8
Fthalide	88.2	3.0	87.5	3.5	0.9997	4.3	13.0
Halfenprox	67.1	8.0	59.9	9.0	0.9996	3.6	10.9
Heptachlor	63.6	3.4	56.7	5.2	0.9997	2.3	7.1
Heptachlor-epoxide	73.6	11.3	73.1	2.2	0.9995	3.0	9.1
Imibenconazole	95.5	3.5	87.9	3.4	0.9996	3.4	10.3
Indanofan	61.8	15.7	104.2	3.0	0.9983	15.6	47.3
Indoxacarb	106.0	3.4	98.5	2.8	0.9996	2.1	6.3
Iprodione	108.3	6.2	101.5	4.0	0.9995	2.8	8.4
Isazophos	103.1	3.5	102.1	3.4	0.9996	3.1	9.5
Isofenphos	98.4	3.1	95.2	3.5	0.9995	4.1	12.3
Lindane(gamma-BHC)	85.1	3.1	82.9	4.6	0.9998	3.3	10.1
Mecarbam	105.0	2.1	105.1	2.1	0.9989	30.0	90.9
Methidathion	105.5	3.0	99.2	3.2	0.9999	3.4	10.2
Methoprene	71.1	1.4	65.0	6.3	0.9975	5.9	18.0
Metolachlor	100.1	2.0	95.9	2.8	0.9995	3.9	11.7
Metribuzin	104.5	3.9	102.1	3.4	0.9994	2.7	8.3

Name	100 ppb 회수율 평균%	100 ppb 회수율 RSD%	500 ppb 회수율 평균%	500 ppb 회수율 RSD%	직선성(R <sup>2</sup> )	LOD (µg/kg)	LOQ (µg/kg)
Oxyfluorfen	95.2	5.2	87.8	5.9	0.9994	5.1	15.5
Parathion-ethyl	98.6	2.2	93.7	3.2	0.9968	9.8	29.7
Parathion-methyl	95.8	2.4	91.1	1.7	0.9996	3.0	9.1
Pendimethalin	81.0	3.4	75.6	4.5	0.9995	4.3	13.0
Penthiopyrad	101.8	4.3	100.6	3.9	0.9995	3.6	10.8
Permethrin	71.6	7.4	64.7	7.1	0.9995	1.9	5.7
Phenothrin	68.5	18.5	64.1	9.5	0.9978	19.8	60.1
Phorate	90.7	2.0	86.9	3.3	0.9991	8.1	24.5
Phosalone	98.6	2.7	90.9	2.5	0.9996	2.8	8.4
Picoxystrobin	102.7	3.8	101.6	2.8	0.9997	3.1	9.5
Piperonyl butoxide	91.8	3.8	87.1	3.7	0.9996	3.7	11.2
Pirimiphos-ethyl	88.5	3.2	83.8	3.6	0.9996	4.1	12.5
Pretilachlor	96.3	1.2	90.5	1.9	0.9997	4.4	13.3
Prochloraz	97.7	6.1	92.9	3.6	0.9999	2.8	8.4
Procymidone	98.5	4.6	95.6	3.5	0.9995	8.3	25.2
Promecarb	104.1	2.7	98.6	3.2	0.9997	3.9	11.9
Prometryn	88.7	2.8	86.6	3.8	0.9997	4.5	13.6
Propachlor	103.3	4.2	99.2	5.1	0.9997	3.6	11.0
Propargite	91.3	4.0	85.0	6.8	0.9983	17.1	51.8
Propazine	92.6	2.6	91.4	3.6	0.9996	3.8	11.5
Propiconazole	108.8	3.6	108.1	3.0	0.9991	10.3	31.1
Propisochlor	99.1	2.9	96.6	2.1	0.9999	3.1	9.5
Propyzamide	97.6	2.8	96.2	3.9	0.9993	4.0	12.1
Prothiofos	67.9	7.3	62.7	6.2	0.9997	3.3	10.1
Pyridalyl	57.1	9.0	51.3	8.3	0.9996	3.8	11.5
Quintozene	66.8	5.3	62.2	3.7	0.9997	4.6	13.8
Silafluofen	59.8	10.7	56.5	9.6	0.9996	3.4	10.3
Simazine	98.9	3.4	97.9	3.0	0.9992	4.9	14.9
Simeconazole	103.3	2.2	102.4	3.5	0.9995	4.2	12.7
Simetryn	97.3	4.3	95.1	2.9	0.9995	4.2	12.8
Spiromesifen	92.5	4.1	83.7	3.8	0.9996	1.9	5.9
Tebupirimfos	86.4	1.7	82.7	2.7	0.9998	5.0	15.0
Tefluthrin	83.1	4.7	78.7	5.8	0.9997	3.6	10.8
Terbufos	88.0	3.8	83.3	3.2	0.9995	3.5	10.7
Terbutryn	88.5	2.9	83.8	3.2	0.9998	3.8	11.6
Tetradifon	77.3	3.8	73.0	4.3	0.9989	10.7	32.4
Thifluzamide	103.7	5.3	99.7	3.4	0.9998	3.5	10.7
Tolclofos-methyl	91.1	3.0	87.8	2.8	0.9997	3.6	11.0
Triadimenol	104.8	5.9	103.0	5.7	0.9997	4.0	12.3
Tri-allate	72.9	4.1	68.1	3.4	0.9996	4.1	12.4
Trifluralin	87.8	1.5	81.8	4.6	0.9994	4.0	12.0
Vinclozolin	97.0	3.6	93.7	2.3	0.9996	3.5	10.6
Zoxamide	102.0	7.3	89.6	6.9	0.9998	3.7	11.1

Table 8. LC-MS/MS 대상 성분(222성분)의 유효성 검증 시험 결과

Name	100 ppb 회수율 평균%	100 ppb 회수율 RSD%	500 ppb 회수율 평균%	500 ppb 회수율 RSD%	직선성(R <sup>2</sup> )	LOD (µg/kg)	LOQ (µg/kg)
2,4_D	69.2	<b>15.7</b>	72.5	6.7	0.9996	5.8	17.4



Name	100 ppb 회수율 평균%	100 ppb 회수율 RSD%	500 ppb 회수율 평균%	500 ppb 회수율 RSD%	직선성(R <sup>2</sup> )	LOD (µg/kg)	LOQ (µg/kg)
3-Hydroxycarbofuran	100.4	3.3	94.8	1.2	1.0000	0.7	2.1
Abamectin B1	83.3	21.7	92.1	5.0	0.9999	5.8	17.6
Acephate	96.8	8.7	79.8	8.9	0.9999	3.0	9.1
Acetamiprid	98.3	3.8	94.4	2.4	0.9999	0.5	1.4
Aldicarb-NH4	98.4	5.2	94.3	1.5	1.0000	0.6	1.9
Aminopyralid	58.3	24.3	27.2	23.1	0.9963	6.0	18.1
Amisulbrom	74.8	28.9	97.3	22.4	0.9987	4.6	14.1
Azimsulfuron	104.5	8.7	90.5	1.7	0.9999	10.1	30.5
Azinphos_methyl	102.2	6.3	92.1	2.2	0.9992	4.0	12.2
Azoxystrobin	104.9	2.8	98.9	2.4	0.9999	0.7	2.1
Bendiocarb	102.0	4.1	97.9	1.8	0.9998	1.5	4.7
Bensulfuron_methyl	113.1	4.8	94.2	3.4	0.9997	4.5	13.6
Benthiavalicarb_isopropyl	99.4	8.8	98.9	5.3	0.9993	1.8	5.5
Benzobicyclon	104.1	8.6	102.0	5.2	0.9997	2.9	8.9
Benzoximate	90.6	5.5	92.4	3.1	0.9998	1.6	5.0
Bitertanol	103.3	17.0	93.5	4.1	0.9996	9.3	28.3
Boscalid	95.1	7.9	88.6	3.4	0.9998	4.6	13.8
Bromacil	91.8	2.2	92.6	1.9	0.9998	1.1	3.4
Buprofezin	83.3	2.8	80.3	5.6	0.9992	1.9	5.7
Cadusafos	85.8	2.0	89.7	1.6	0.9996	1.3	3.9
Cafenstrole	100.7	9.4	97.8	4.4	0.9986	1.5	4.6
Carbaryl	98.8	2.7	93.3	1.9	0.9998	1.3	4.0
Carbendazim	81.5	2.6	79.7	2.3	0.9996	0.8	2.4
Carbofuran	92.5	3.1	97.9	0.8	0.9996	0.9	2.8
Carboxin	93.3	1.2	89.6	0.6	0.9998	0.7	2.1
Carfentrazone_ethyl	96.0	6.8	97.2	5.2	0.9997	1.3	4.1
Carpropamide	99.4	4.7	86.3	2.9	0.9995	2.1	6.3
Cartap	101.4	25.1	97.7	10.9	0.9951	6.0	18.3
Chlormequat Chloride	70.3	2.4	45.9	5.8	0.9982	1.4	4.3
Chlorpyrifos	81.0	7.4	74.8	8.9	0.9996	2.3	7.1
Chlorsulfuron	96.5	7.9	83.1	3.9	0.9999	6.2	18.9
Chromafenozide	102.7	8.0	99.1	4.8	0.9996	1.3	4.0
Clethodim	130.0	16.9	104.0	12.9	0.9997	7.1	21.5
Clofentezine	78.5	8.5	80.1	5.6	0.9995	2.2	6.8
Clomazone	94.3	5.0	94.2	1.4	1.0000	0.8	2.5
Clothianidin	94.5	4.5	88.9	0.9	0.9999	0.5	1.5
Cyanazine	96.5	3.9	95.2	1.1	0.9999	1.9	5.9
Cyantraniliprole	100.3	4.8	95.1	3.9	0.9999	5.1	15.4
Cyazofamid	108.2	6.1	95.0	2.9	0.9998	2.4	7.2
Cyclosulfamuron	113.9	4.8	92.7	4.4	0.9984	2.1	6.5
Cycloxydime	72.7	8.7	83.0	4.1	0.9995	5.8	17.5
Cyflufenamid	101.1	12.3	95.2	4.4	0.9999	1.2	3.7
Cyhalofop-butyl	92.7	61.3	81.7	26.6	0.9965	8.6	26.1
Cymoxanil	98.2	3.5	95.4	1.5	0.9999	0.9	2.8
Cyproconazole	86.2	6.6	94.3	2.0	0.9997	2.4	7.2
Demeton_S_Methyl	119.1	10.5	100.6	10.2	0.9982	0.9	2.7
Diazinon	89.2	4.1	91.2	2.6	0.9992	3.9	11.8
Dichlorvos(DDVP)	103.2	2.7	91.4	4.2	0.9998	0.7	2.0
Diethofencarb	97.0	6.9	93.8	1.6	0.9999	1.2	3.8
Diflubenzuron	97.6	3.6	92.5	5.0	0.9998	1.4	4.3
Dimepiperate	71.3	2.4	79.3	3.1	0.9992	2.3	7.1

Name	100 ppb 회수율 평균%	100 ppb 회수율 RSD%	500 ppb 회수율 평균%	500 ppb 회수율 RSD%	직선성(R <sup>2</sup> )	LOD (µg/kg)	LOQ (µg/kg)
Dimethametryn	82.1	3.9	80.9	4.3	0.9998	0.9	2.7
Dimethenamid	90.1	4.4	94.0	2.7	0.9998	0.9	2.8
Dimethomorph	108.3	7.2	95.6	2.8	1.0000	1.9	5.6
Diniconazole	74.9	17.2	89.1	5.3	0.9976	1.1	3.4
Dinotefuran	92.0	16.9	85.9	6.8	0.9991	1.7	5.2
Diphenamid	92.6	3.6	96.3	1.8	0.9995	1.8	5.4
Dithiopyr	80.9	13.4	95.9	5.3	0.9995	0.9	2.7
Diuron	84.7	6.9	90.4	1.7	0.9999	2.7	8.2
Dymron(Daimuron)	88.1	8.7	99.1	1.9	0.9985	1.8	5.5
Edifenphos	86.3	10.2	92.0	2.4	0.9995	1.8	5.5
Esprocarb	77.0	4.6	80.4	5.8	0.9993	1.8	5.5
Ethaboxam	98.4	5.7	95.1	2.6	0.9994	9.2	28.0
Ethiofencarb	105.9	1.3	93.6	2.0	0.9999	1.4	4.2
Ethoprophos	85.9	3.0	91.4	4.7	0.9995	2.4	7.2
Ethoxysulfuron	80.2	14.6	82.8	7.3	0.9991	2.5	7.6
Etofenprox	68.3	3.8	65.6	6.1	0.9996	0.8	2.4
Etoxazole	84.0	4.2	79.2	3.6	0.9995	1.1	3.4
Etrinfos	91.3	5.1	87.4	2.7	0.9999	1.1	3.4
Famoxadone	109.7	10.4	92.7	4.5	0.9998	3.0	9.2
Fenamiphos	103.8	2.3	99.0	2.4	0.9997	1.0	3.0
Fenarimol	114.8	17.2	98.8	7.0	0.9909	1.7	5.2
Fenazaquin	72.4	1.8	67.0	4.0	0.9998	1.2	3.6
Fenbuconazole	116.7	19.7	97.8	4.1	0.9997	3.7	11.3
Fenhexamid	98.4	14.4	88.1	4.4	0.9954	3.6	10.8
Fenobucarb	97.8	1.7	93.3	2.5	0.9998	2.7	8.3
Fenoxaprop-ethyl	95.0	3.0	89.5	6.2	0.9992	1.2	3.5
Fenoxycarb	96.4	5.4	90.1	5.2	0.9998	2.0	6.1
Fenpyroximate	84.3	1.6	82.8	1.5	0.9999	3.3	9.9
Fensulfothion	99.7	3.4	99.9	1.3	0.9995	1.7	5.0
Fentrazamide	85.7	14.0	93.8	6.0	0.9993	4.4	13.3
Perimzone	104.6	3.5	90.3	2.6	0.9987	1.0	2.9
Flonicamid	98.9	8.3	92.1	1.9	1.0000	1.4	4.2
Fluacrypyrim	107.3	3.0	94.6	4.1	0.9996	1.8	5.4
Flubendiamide	109.3	11.9	103.9	3.7	0.9991	4.5	13.5
Flucetosulfuron	103.6	10.7	89.0	5.7	0.9999	3.7	11.2
Fludioxonil	88.5	36.8	100.9	15.9	0.9957	12.8	38.8
Flufenacet	99.1	7.5	98.8	2.7	0.9999	2.7	8.3
Flufenoxuron	100.3	4.4	85.7	4.0	0.9996	2.5	7.4
Fluopicolide	90.0	3.6	95.1	4.2	0.9993	3.2	9.6
Fluquinconazole	112.1	13.5	99.2	12.3	0.9994	4.7	14.3
Flusilazole	93.5	3.4	97.1	1.0	0.9996	1.9	5.7
Flutolanil	85.1	2.4	98.4	3.4	0.9977	1.4	4.3
Fluxapyroxad	92.9	5.5	103.6	2.3	0.9980	2.2	6.5
Forchlorfenuron	98.4	5.9	85.0	2.8	0.9999	2.0	6.1
Fosthiazate	97.7	3.2	95.6	1.2	0.9993	1.0	3.0
Furathiocarb	101.2	2.1	90.2	4.0	0.9997	1.4	4.2
Gibberellic acid	79.1	9.2	74.2	7.9	0.9999	3.0	9.1
Halosulfuron-methyl	92.6	18.5	92.4	5.1	0.9997	2.7	8.0
Haloxypop	91.5	7.8	88.5	8.4	0.9992	2.0	6.2
Hexaconazole	93.9	20.0	88.0	4.9	0.9994	1.8	5.4
Hexaflumuron	111.9	9.5	100.1	5.6	0.9981	6.5	19.6

Name	100 ppb 회수율 평균%	100 ppb 회수율 RSD%	500 ppb 회수율 평균%	500 ppb 회수율 RSD%	직선성(R <sup>2</sup> )	LOD (µg/kg)	LOQ (µg/kg)
Hexazinone	92.0	4.1	94.3	1.3	0.9994	0.4	1.3
Hexythiazox	83.1	7.0	75.6	7.5	0.9989	1.3	3.8
Imazalil	103.4	5.1	91.1	4.0	0.9993	0.7	2.0
Imazosulfuron	87.1	21.5	89.6	9.6	0.9987	7.1	21.5
Imicyafos	99.6	2.4	98.9	1.9	0.9998	0.8	2.5
Imidacloprid	96.6	1.1	91.9	1.0	0.9999	0.7	2.2
Inabenfide	88.0	3.2	87.1	6.4	0.9999	1.5	4.7
Iprobenfos	97.5	7.0	95.1	4.0	0.9998	1.0	3.0
Iprovalicarb	105.3	5.0	95.4	2.1	0.9998	1.1	3.2
Isoproc carb	104.3	5.7	94.1	2.8	0.9995	2.0	6.2
Isoprothiolane	91.4	4.8	94.3	2.6	0.9996	1.2	3.6
Isopyrazam	94.4	6.0	90.8	1.8	0.9996	0.7	2.2
Kresoxim_methyl	115.4	6.8	100.3	5.6	0.9997	2.9	8.8
Linuron	93.6	3.7	93.5	3.2	0.9999	0.8	2.3
Lufenuron	72.1	37.1	108.2	18.2	0.9779	7.0	21.3
Malathion	97.8	8.3	95.8	5.3	0.9988	32.1	97.4
Mandipropamid	86.7	4.4	94.1	2.0	0.9991	2.9	8.8
Mefenacet	99.2	4.7	94.0	1.1	0.9997	1.4	4.2
Mepanipyrim	84.2	12.7	82.1	3.9	1.0000	2.2	6.8
Mepronil	93.5	3.6	97.9	1.5	0.9979	2.0	6.1
Metalaxyl	98.5	3.0	97.9	1.4	0.9997	1.1	3.4
Metamifop	94.1	9.4	95.6	10.7	0.9981	1.8	5.4
Metazosulfuron	90.2	17.7	82.0	7.0	0.9993	1.2	3.7
Metconazole	100.5	7.5	90.6	5.7	0.9999	1.8	5.5
Methabenzthiazuron	93.0	2.4	91.0	0.9	0.9998	0.6	1.8

## 4. 기대성과 및 활용방안

### 가. 기대성과

- 1) 비용, 인력, 시간 등을 고려한 효율적인 분석법 개발
- 2) 사료 중 잔류농약 검사 신뢰성과 효율성 증대
- 3) 국내 유통되는 사료 안전성 확보 및 향후 정책 방안 제시
- 4) 안전한 사료의 생산관리 유도 및 불량 사료의 유통을 원천적으로 차단

### 나. 활용방안

- 1) 사료 중 잔류농약 분석법으로 활용하여 검정의 기초 자료로 활용

## 5. 참고문헌

- 국립농산물품질관리원, 질량분석법을 이용한 잔류농약 정량분석, 2018
- 농림축산식품부, 사료표준 분석방법, 2017, 제9장 잔류농약, 75-110
- 식품의약품안전처, 식품의 기준 및 규격, 2018, 제7.일반시험법, 7.식품 중 잔류농약 분석법, 314-913
- 식품의약품안전처, 농산물 등의 유해물질 분석법, 2016
- 국립농산물품질관리원, 잔류농약 320성분 동시분석법 유효성 검증연구, 2015
- 국립농산물품질관리원, 인삼류 잔류농약 분석법 현장적용 연구, 2016
- European Commission(EURL), SANTE/11813/2017, EURLs Pesticide Residues, 2017
- Codex alimentarius commision, CODEX guidelines, FAO, 2016, CX/PR 16/48/13