농약과학회지 (Korean J. Pestic. Sci.)
Vol. 24, No. 2, pp. 196-217 (2020)
Open Access https://doi.org/10.7585/kjps.2020.24.2.196
ORIGINAL ARTICLES

Online ISSN 2287-2051
Print ISSN 1226-6183
Check for updates

GC-MS/MS를 이용한 축산물 중 29종 농약의 동시다성분 분석법 검증

최원조 · 강혜순[1] · 장호원[2] · 이슬비 · 류대규 · 모은진 · 정용현* · 오재호

식품의약품안전처 식품의약품안전평가원 식품위해평가부 잔류물질과
[1]경인지방식품의약품안전청 유해물질분석과, [2]부산지방식품의약품안전청 유해물질분석과

Multiclass Pesticides Multiresidue Methods for Validation of 29 Pesticides in Livestock Products using GC-MS/MS

Won Jo Choe, Hye Soon Kang[1], Ho-Won Chang[2], Seol-Bee Lee, Dae-Gyu Ryu, EunJin Mo, Yong Hyun Jung*, Jae-Ho Oh

Pesticide and Veterinary Drug Residues Division, National Institute of Food and Drug Safety Evaluation, Ministry of Food and Drug Safety, Cheongju 28159, Korea
[1]Hazardous Substances Analysis Division, Center for Food and Drug Analysis, Gyeongin Regional Food and Drug Administration, Incheon 22133, Korea
[2]Hazardous Substances Analysis Division, Center for Food and Drug Analysis, Busan Regional Food and Drug Administration, Busan 48562, Korea

(Received on March 17, 2020. Revised on June 12, 2020. Accepted on June 15, 2020)

Abstract With the implementation of a Positive List System (PLS), interest in the analysis of pesticides multiresidue analysis of agricultural products as well as livestock products were increasing. In this study, 29 kind of pesticides were selected and analyzed using GC-MS/MS for 5 livestock products (beef, pork, chicken, milk and egg) with high intake. The pesticide multiresidue analysis method in livestock products were verified for Limit of Detection (LOD), Limit of Quantification (LOQ), linearity, recovery and reproducibility of each component. The LOQ of the pesticides to be analyzed was set to 0.005 mg/kg, and the linearity correlation coefficient (R^2) was above 0.98 in all samples. Intra- Laboratory overall recovery range (n=5) was 62.5-120.0% which satisfies the appropriate recovery rate of CODEX guidelines and the coefficient of variation (RSD) also satisfied with 0.1-27.1%. However as a result of Inter-Laboratory test, 9 kind of components including Chinomethionate did not satisfy the recovery rate and these components would be used for qualitative analysis. This study is expected to help to investigate and getting the current status of pesticide residues from livestock products imported and distributed in Korea. And It would be helped for safety evaluation such as scientific basis for establishing food hygiene and safety policy, and future monitoring in livestock products.

Key words multiclass multiresidue method, GC-MS/MS, Livestock

서 론

축산물의 위해요소로는 농약, 중금속, 식품첨가물, 동물용의약품 등 화학적 요인과 식중독 유발세균, 항생제 내성균 등 생물학적 요인 등으로 나누어진다. 화학적 요인 중 농약은 사료, 음수, 토양, 대기 및 해충감염 방지 목적으로 살포 등 다양한 경로를 통해 가축체내에 유입되어 식육, 우유, 계란 지방 등의 축산물에 잔류하게 되며 먹이사슬을 통해 동물이나 사람의 체내에 축적되어 인체건강에 잠재적인 유해영향을 일으킨다. 농약의 잔류경로는 사료로 이용되는 농산물에 잔류하여 가축이 섭취하거나, 동물용의약품과 동일한 목적으로 가축에 직접적용 또는 해충방지를 위한 사육지역에 살포 등이 있다(OECD Guidance Document, 2007;

*Corresponding author
E-mail: jyh311@korea.kr

LeDoux, 2011).

현대 사회에서 지속적으로 발생하고 있는 잔류 농약 문제들로 인해 현대인들은 무엇보다 안전한 식품을 원하고 있다. 이런 이유로 소비자가 안전하게 축산물을 섭취할 수 있게 위해성 여부를 확인할 수 있는 축산물 안전관리가 중요하다. 따라서 축산물 중 잔류 농약에 대한 불안감 해소 및 안전성 확보를 위해서 검사 대상 농약성분의 확대와 상시 모니터링 시스템 구축을 위한 국제적으로 신뢰성 있는 표준화된 분석법이 요구된다(Chang and You, 2019).

우리나라 축산물 농약 잔류 허용기준 및 검사법은 식품의약품안전처(식약처)에서는 2004년 19종의 농약에 대하여 축산물 중 농약잔류허용기준을 신설한 이후 꾸준히 기준 확대 및 개정을 진행중이다. 농산물에 사용하는 농약은 잔류실험과 독성자료를 토대로 잔류허용기준(Meximium Residue Limites; MRLs)과 안전사용기준을 설정하여 관리하지만, 축산물에 잔류하는 농약은 가축의 사육과정에서 섭취하는 사료에서 이행되거나, DDT 검출된 달걀의 사례와 같이 축사 주변의 오염된 토양과 같은 환경으로부터 이행될 수 있어 가축 사육에서 직접적으로 사용하도록 허용하는 것이 아닌 오염물질의 형태로 관리되었다. 그러나 2017년 계란 중 피프로닐과 같은 살충제 농약이 검출되어 농산물에 사용 등록된 살충제를 산란계 농가에서 사육과정에서 직접 살포하는 사례를 발견할 수 있었다. 따라서 국내 축산물에 기준 설정된 살충제 농약 62종 중 피프로닐을 비롯한 33종 농약성분의 안전관리를 위한 시험법이 식약처에서 고시·운영하고 있으나(Nam et al., 2018; MFDS., 2018), LC-MSMS를 사용하는 동시분석법만이 운영되는 한계가 있다. 이에 시험법이 마련되지 않은 GC 분석가능 살충제 농약 29종에 대한 분석법을 확립함으로써 국내 기준 설정되어 안전관리가 필요한 축산물 중 살충제 농약 62종에 대한 안전관리 수단을 마련하고자 본 연구를 수행하였다. 또한 기존에 식약처에 고시된 축산물 중 농약 동시분석법이 최근의 잔류농약 분석법에서 활용하지 않는 추출장치와 정제과정을 거치며 GC의 경우 NPD, FPD와 같은 고전적인 검출기를 사용하는 한계가 있다(MFDS., 2019). 따라서 축산물에 적용가능한 최신 분석경향에 맞춘 잔류농약 분석법의 확립과 검증이 필수적이다(MFDS., 2019).

이에 본 연구에서는 국내 유통되는 축산물의 잔류농약 안전관리 확대를 위해 코덱스 가이드라인(CAC/GL 40, 2003)에서 요구하는 국제적 수준의 다종농약다성분 분석법 개발 및 확립을 하고자 본 연구를 수행하였다. 전처리 방법은 식품공전의 농산물 중 다종농약다성분 분석법 제2법(식품공전 시험법 중 일반시험법 7.1.2.2 방법) 중 아세토니트릴 추출법을 기본으로 하였으나 많은 추출용매를 사용하고 과량의 NaCl, Na_2SO_4 소비하는 단점이 있어 추출과정은 퀘쳐스 법을 참고하였고, 정제과정은 퀘쳐스의 d-SPE 방법이 아닌 Florisil 카트리지를 사용하는 방법을 택하였다(Anastassiades et al., 2003; MFDS., 2018). 유효성 검증에 사용한 대표 축산물 시료는 소고기(반추동물), 돼지고기(비반추동물), 닭고기(가금류), 계란(알류), 우유(유) 5가지를 선택하였고, 분석대상 농약은 축산물 중 잔류농약 분석법 목적에 맞게, 농약 원물질 뿐만 아니라 사료 작물에서 흡수되어 대사되거나 가축의 대사과정에서 생성되는 대사산물을 포함하여 동시분석법을 만들고자 하였다(MFDS., 2018; MRLs of CODEX, 2019). 즉, 기존에 고시 운영된 33종 살충제 외에 축산물 중 국내 잔류허용기준이 설정되어 있는 살충제 농약 29종에 대한 GC-MS/MS를 이용한 다종농약다성분 동시분석법을 개발하는 것을 목적으로 하며, 단순히 한 실험실에서 검증한 결과만이 아닌, 다른 독립된 실험실에서 다시 적용하는 실험실간 교차검증을 수행하여 표준작업지침서(Standard Operating Procedure, SOP)를 마련함으로써 공정시험법으로 활용하고자 한다.

재료 및 방법

시약 및 재료

실험에 사용한 농약 표준품(Aldrin 등 41성분)은 Accustandard (New Haven, USA), Dr. Ehrenstorfer (Augsburg, Germany), Chem Service (West Chester, USA), HPC standards (Cunnersdorf, Deutschland), Sigma-Aldrich (St. Louis, USA), Wako (Osaka, Japan) 사로부터 각각 구입하여 사용하였다. 시료 전처리 과정 중 추출 및 정제를 위해 사용한 아세토니트릴(acetonitrile), 헥산(*n*-hexane) 및 아세톤(acetone)은 잔류농약 분석용 특급시약(pesticide residue analysis grade)으로 Merck (Darmstadt, Germany)에서 구매하여 사용하였고, 기타 시약들은 모두 잔류농약 특급을 사용하였다. 시료의 정제를 위해 Florisil 카트리지(500 mg, 6 cc)는 applied separation (Hamilton, USA)에서 구매했고, 맴브레인 필터(PTFE 0.2 μm)는 Thermo (Waltham, USA)를 사용하였다.

실험 검체는 식품의약품안전처에서 고시한 잔류농약 시험법 개발 시 고려하는 대표 축산물 5종인 소고기, 돼지고기, 닭고기, 계란 및 우유를 시중에서 구입하였다. 구입한 검체는 균질화한 후 밀봉된 용기에 담아 -70°C에 보관하며 실험에 사용하였다.

표준원액 및 표준용액의 조제

GC-MS/MS 분석대상 농약 29종은 국내 축산물에 기준 설정된 살충제에서 식품공전 및 국제식품규격위원회(CODEX)의 잔류물의 정의에 따라 대사체와 이성질체를 포함 41화합물의 표준품을 순도에 맞추어 각각 칭량하여 아세톤 20 mL에 녹여 1,000 mg/L 농도의 표준원액을 조제하였고, Stock

Table 1. GC-MS/MS operating parameters for the analysis of 29 kinds of pesticides in livestock products

Instrument	GC body: 7890B, MS/MS: 7010 GC/MS Triple Quad (Agilent, USA)			
GC parameters				
Column	HP-5ms (30 m × 0.25 mm, 0.25 μm, Agilent, USA)			
Oven temperature	Rate (°C/min)	Temp. (°C)	Hold (min)	Time (min)
	Initial	70	2	2
	20	300	8	21.5
Inject temperature	300°C			
Injection volume	2 μL, splitless			
Carrier gas	He			
Flow rate	1 mL/min			
MS parameters				
Ionization	EI, -70 eV			
Source Temperature	230°C			
MS Transfer Line Temperature	280°C			
Collision gas	N_2			

Solution 형태로 판매되는 표준품은 그대로 표준원액으로 사용하였다. 각각의 표준원액을 일정한 농도가 되도록 아세톤으로 희석하여 혼합표준용액을 제조하였다. 표준원액과 표준용액은 모두 갈색병에 담아 4°C에 보관하였고, 분석 시 희석하여 사용하였다.

GC-MS/MS 분석 조건

축산물 잔류농약의 기기 분석에 사용한 GC-MS/MS는 7890B GC system과 7010 GC/MS Triple Quad (Agilent, Santa Clara, USA)를 사용하였다. 분석용 칼럼은 HP-5ms (30 m × 0.25 mm, 0.25 μm, Agilent, USA)을 사용하였으며, 운반 기체로는 헬륨 가스로 유속을 1 mL/min으로 콜리젼 가스는 질소를 사용하여 하였다. 또한, 주입부 온도는 300°C로 설정하여 splitless 하에 2 μL를 주입하였다. 오븐 온도는 70°C에서 2분간 유지 후, 300°C까지 20°C 상승 후 8분간 유지시키는 조건을 사용하였고, 자세한 GC-MS/MS의 분석조건은 Table 1과 같다.

추출 및 정제

균질화한 검체 10 g (소고기, 돼지고기, 닭고기는 100 g, 우유 500 mL, 달걀 10개 이상을 혼합, 분쇄 후)을 정밀히 달아 250 mL 용량의 원심분리관에 넣고 0.1% formic acid가 함유된 아세토니트릴 50 mL를 넣은 후 30분간 진탕추출한다. 이후 황산마그네슘 4 g 및 염화나트륨 1 g을 첨가하여 진탕 후 3,000 g에서 5분간 원심 분리한 후 상층액 25 mL를 둥근바닥 플라스크에 옮긴 뒤 아세톤에 녹아있는 2% 디에틸렌글리콜 0.2 mL 첨가 후 40°C 이하의 수욕 중에서 감압농축하여 건고된 잔류물을 아세톤/핵산(20/80, v/v) 혼합액 4 mL로 녹인다. SPE-Florisil 카트리지(500 mg, 6 cc)에 핵산 5 mL 및 아세톤/핵산(20/80, v/v) 혼합액 5 mL을 차례로 가하여 활성화 시킨 뒤 앞서 녹인 추출액 4 mL을 초당 2~3 방울 정도 속도로 용출하여 받은 후 아세톤/핵산(20/80, v/v) 혼합액 5 mL을 용출하여 동일한 시험관에 받는다. 이후 아세톤에 녹아있는 2% 디에틸렌글리콜 0.2 mL 첨가 후 40°C 이하의 질소기류 하에서 농축 후 잔류물을 아세톤/핵산(20/80, v/v) 1 mL에 녹인 후 멤브레인 필터(PTFE, 0.2 μm)로 여과하여 이를 시험용액으로 하였다(MFDS., 2018). (Fig. 1).

시험법의 검증

축산물 동시다성분 시험법은 'CODEX 가이드라인(CAC/GL 40)'과 식품의약품안전처 식품의약품안전평가원의 '식품 등 시험법 마련표준절차에 관한 가이드라인(2016)'을 적용하여 시험법의 직선성(linearity), 검출한계(limit of detection, LOD), 정량한계(limit of quantification, LOQ), 회수율(recovery) 및 재현성(reproducibility)에 대한 유효성을 검증하였다(CAC., 2003; NIFDS., 2016). 매질 효과를 고려한 직선성의 확인을 위하여 각각의 분석 성분은 농약 성분이 있지 않는 무처리 시료를 본 연구에서 개발한 전처리방법과 동일하게 실험하여 만든 추출용액을 90% 이상 함유하도록 표준용액을 희석하는 matrix-matched 방법으로 분석하여 0.005-0.5 μg/mL의 농도범위에 대한 각각의 peak 면적을 이용하여 검량선을 작성하였고, 검량선의 결정계수(coefficient of correlation, R^2)를 구하였다. 또 검출한계(Limit of Detection, LOD)와 정량한계(Limit of Quantification, LOQ)는 크로마토그램상에서 신호 대 잡음비(S/N ratio)가 각각 3 및 10 이상으로 하였다. 시험법의 정확성 및 재현성을 평가하기 위하여 각 시료의 무처리 시료에 분석대상 농약의 표준용액을 첨가하고 균질화하여 30분 이상 정치 후 분석하여 회수율을

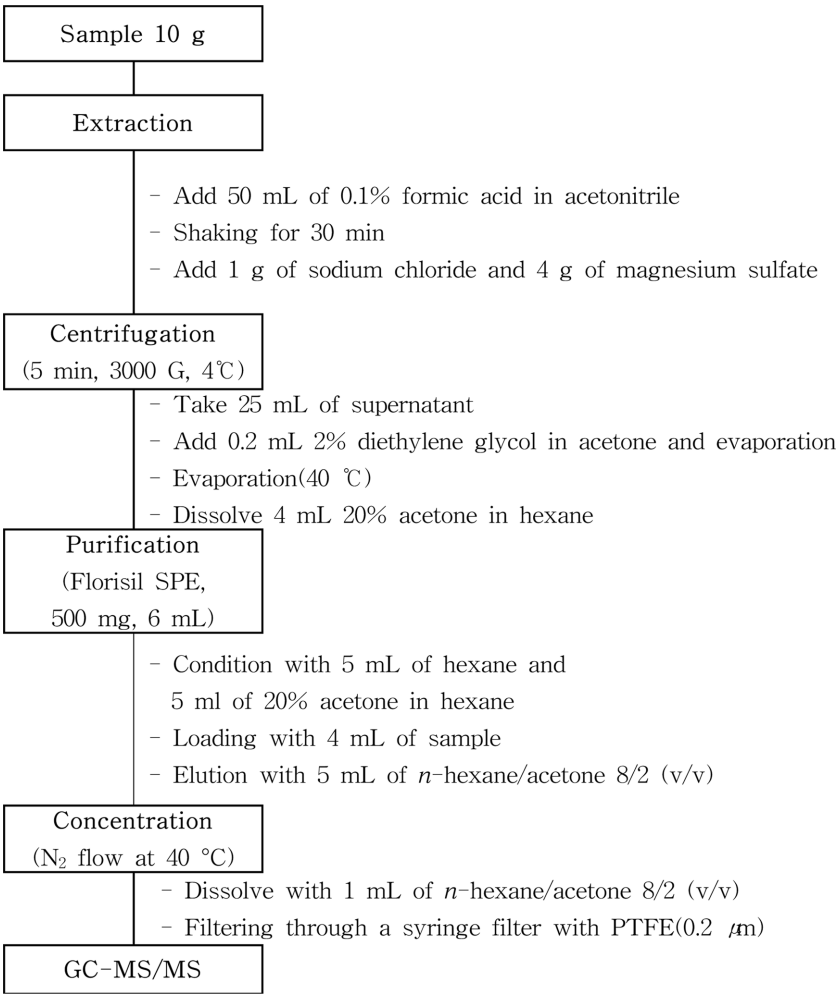


Fig. 1. Schematic diagram of samples preparation method.

구하였다. 처리농도는 대표축산물 5종에 대하여 정량한계, 정량한계의 2배, 정량한계의 20배에 해당하는 농도로 각 시료에 5반복으로 수행하였으며, 평균과 상대표준편차(RSD, relative standard deviation)를 계산하여 시험법의 정확성과 정밀성 및 재현성을 평가하였다. 또한 부산 및 경인지방식품의약품안전청과 실험실간 검증을 실시하여 시험법의 유효성을 확인하였다.

$$\text{정량한계 (mg/kg)} = \frac{\text{최소검출량 (ng)}}{\text{시료 주입량 (μL)}} \times \frac{\text{최종희석부피 (mL)}}{\text{분석검체량 (g)}} \times \frac{\text{추출용매 (mL)}}{\text{분획량 (mL)}}$$

$$= \frac{\text{최소검출량 (ng)}}{2\ (\mu L)} \times \frac{1\ (mL)}{10\ (g)} \times \frac{50\ (mL)}{25\ (mL)}$$

잔류물의 정의에 따른 잔류량 산출

검체 중 대상성분과 분석성분이 동일하다면 분석성분량으로부터 직접 잔류량을 산출하고, 분석성분이 대상성분의 변환체나 ion과 같은 일정 부분이라면 화학식량 차이에 따른 환산계수를 적용하여 잔류물을 산출한다. 분석 대상 살충제 농약 29종 중에서 잔류물의 정의에 대사산물이 포함되는 경우 다음과 같이 대사산물의 잔류량에 환산계수를 곱하여 정량하였다(NIFDS., 2017).

* 대사산물을 포함하는 농약의 잔류량 = 모화합물의 잔류량 + (환산계수 × 대사산물의 잔류량)
* 환산계수 = 모화합물의 분자량 / 대사산물의 분자량

결과 및 고찰

최적 분석기기 조건 확립

본 실험의 분석대상인 유기인계, 유기염소계, 카바메이트계 및 트리아졸계 피레스로이드계 등 여러계열의 농약 29종

Table 2. GC-MS/MS operating parameters for the analysis of 29 kinds of pesticides in livestock products

No.	Compound	RT* (min)	Molecular weigh	Exact mass	Precursor ion (*m/z*)	Product ion (*m/z*)	Collision energy (eV)
1	Aldrin	11.51	364.9	361.87	257	222	12
					261	191	30
					263	193	30
2	Dieldrin	12.54	380.9	377.87	261	191	30
					263	193	30
					277	241	8
3	Lindan (γ-BHC)	10.33	290.8	287.86	181	145	14
					183	147	12
					217	181	8
4	Bifenthrin	13.54	422.9	422.12	181	165	15
						166	30
					166	165	15
5	Chinomethionate	12.14	234.3	233.99	234	206	8
					206	148	12
					116	89	12
	Chlordane-cis	12.25	409.8	405.79	264	194	34
						229	22
					373	264	18
6	Chlordane-trans	12.12	409.8	405.79	375	266	18
					373	266	20
					371	264	20
	Oxychlordane	11.89	423.7	419.77	149	85	8
					115	51	22
						87	10
7	Chlorfenvinphos, E	11.68	359.6	357.96	267	203	15
					323	267	12
					267	159	8
	Chlorfenvinphos, Z	11.80	359.6	357.96	267	159	14
					323	267	12
					295	267	8
8	Chlorpyrifos	11.38	350.6	348.92	197	169	12
					286	258	8
					314	258	12
9	Chlorpyrifos methyl	10.91	322.5	320.89	125	79	6
					286	93	20
						271	12
	p,p'-DDT	13.18	354.5	351.91	237	165	25
					235	199	15
						165	25
10	o,p'-DDT	12.87	354.5	351.91	237	165	25
					235	199	15
						165	25
	p,p'-DDE	12.41	318.0	315.93	248	176	30
					246	246	15
						176	30

Table 2. continued

No.	Compound	RT (min)	Molecular weigh	Exact mass	Precursor ion (*m/z*)	Product ion (*m/z*)	Collision energy (eV)
	p,p'-DDD	12.82	320.0	317.95	237	165	25
					235	199	15
						165	25
11	Dimethoate	10.05	229.2	228.99	87	86	6
					93	63	8
					125	79	8
	α-Endosulfan	12.27	406.9	403.81	241	206	10
					195	159	6
					243	208	10
12	β-Endosulfan	12.84	406.9	403.81	241	206	12
					195	159	8
						125	22
	Endosulfan-sulfate	13.19	422.9	419.81	272	237	12
					274	239	12
					229	157	32
	Endrin	12.75	380.9	377.87	261	191	28
					245	173	24
13					263	193	28
	δ-Keto-endrin	13.68	380.9	377.87	243	173	24
					317	281	8
						245	14
	Ethion	12.77	384.5	383.98	125	97	6
14					153	97	10
					231	129	22
	Etrimfos	10.55	292.3	292.06	181	153	8
15					292	181	6
						153	18
	Fenpropathrin	13.66	349.4	349.16	181	152	22
16					265	210	8
					125	97	6
	Fenvalerate, Iso.1	16.08	419.9	419.12	167	125	8
					125	89	18
17					225	119	16
	Fenvalerate, Iso.2	16.29	419.9	419.12	167	125	8
					125	89	18
					225	119	16
	Heptachlor	11.13	373.3	369.82	272	237	12
					270	235	12
18					235	141	24
	Heptachlor epoxide	11.89	389.3	385.81	217	147	28
						182	18
					353	263	12
	Mecarbam	11.80	329.4	329.05	159	131	6
19					160	132	8
					131	86	12

Table 2. continued

No.	Compound	Retention Time (min)	Molecular weigh	Exact mass	Precursor ion (*m/z*)	Product ion (*m/z*)	Collision energy (eV)
20	Methacrifos	8.63	240.2	240.02	125	<u>79</u>	8
					208	93	14
					180	165	6
21	Permethrin-cis	14.61	391.3	390.07	183	<u>168</u>	10
						153	12
					163	91	12
	Permethrin-trans	14.69	391.3	390.07	183	<u>168</u>	10
						153	12
					163	91	12
22	Phenthoate	11.86	320.4	320.03	274	<u>121</u>	10
					246	121	6
					125	79	8
23	Phosalone	13.97	367.8	366.98	182	<u>111</u>	14
						75	28
					367	182	6
24	Phosmet	13.63	317.3	316.99	160	<u>77</u>	22
						133	10
					133	77	12
25	Pirimicarb	10.63	238.3	238.14	238	<u>166</u>	8
					166	96	14
						71	24
26	Profenofos	12.37	373.6	371.93	139	<u>97</u>	6
					337	267	12
					339	269	12
27	Propargite	13.27	350.5	350.15	135	<u>107</u>	12
					201	81	8
					173	107	22
28	Pyriproxyfen	14.02	321.4	321.13	136	<u>79</u>	20
						96	10
					226	186	12
29	Triazophos	12.91	313.3	313.06	161	<u>134</u>	8
						106	12
					257	162	6

* RT: Retention Time
※ Quantitative ions are underlined.

(41 화합물)을 선정하고 MRM 조건을 확립하기 위해 full scan과 product ion scan을 진행하였다. Mass range를 50-550 m/z로 설정하고 1 mg/kg, 5 mg/kg의 standard solution을 사용하여 Full scan을 진행했다. Full scan에서 나온 결과를 바탕으로 감도가 높고 선택성이 우수한 것을 우선순위로 하여 precursor ion을 선정하였고 mass 값은 가능한 200 m/z 이상 되는 것을 선정하였다. 그리고 선택된 precursor ion으로 product ion scan을 진행했다. 다양한 CID energy (3-42 eV)를 사용하여 product ion scan을 진행, 가장 높은 감도를 보이는 product ion을 정량이온(quantification ion)으로, 다음으로 크게 검출되는 product ion을 정성이온(qualification ion)으로 선정하였다. 최적 기기분석 조건은 Table 1에 나타내었고, 분석조건에서 선정된 특성 이온과 머무름 시간은 Table 2에 나타내었다.

시험법의 검증

선택성 및 직선성

분석 대상 농약 29종의 선택성(Selectivity)은 표준용액,

무처리 시료, 표준용액을 첨가한 회수율 시료의 크로마토그램을 서로 비교하여 평가하였다. 무처리 시료와 표준용액을 첨가한 시료를 확립된 시험방법에 따라 분석한 결과, 무처리 시료 중 분석 농약 29종과 머무름 시간과 질량 대 전하비(m/z)가 같은 어떠한 간섭물질도 검출되지 않아 검체 분석을 위해 확립된 본 분석법의 높은 분리능과 선택성을 확인할 수 있었다. 또 분석 성분의 직선성(linearity)을 확인하고 매질 효과를 고려하기 위해 무처리 추출물을 이용하여 0.005, 0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.2 그리고 0.5 μg/mL 농도의 matrix-matched 표준용액을 각각 2 μL 씩 GC-MS/MS에 주

Table 3. Correlation coefficient (R^2) in Matrix-matched calibration curves of 29 kinds of pesticides in livestock products

No.	Compound	R^2				
		beef	pork	chicken	egg	milk
1	Aldrin	0.9997	0.9987	0.9991	0.9989	0.9986
2	Dieldrin	0.9997	0.9981	0.9990	0.9994	0.9989
3	Lindane (γ-BHC)	0.9994	0.9980	0.9992	0.9994	0.9984
4	Bifenthrin	0.9999	0.9977	0.9981	0.9955	0.9978
5	Chinomethionate	0.9945	0.9969	0.9902	0.9986	0.9974
6	Chlordane-cis	0.9981	0.9953	0.9850	0.9995	0.9988
	Chlordane-trans	0.9990	0.9984	0.9988	0.9997	0.9988
	Oxychlordane	0.9994	0.9980	0.9998	0.9972	0.9991
7	Chlorfenvinphos	0.9996	0.9979	0.9987	0.9989	0.9993
8	Chlorpyrifos	0.9995	0.9991	0.9991	0.9995	0.9985
9	Chlorpyrifos methyl	0.9992	0.9988	0.9993	0.9994	0.9984
10	p,p'-DDT	0.9992	0.9928	0.9990	0.9989	0.9990
	o,p'-DDT	0.9990	0.9970	0.9976	0.9992	0.9988
	p,p'-DDE	0.9995	0.9990	0.9983	0.9995	0.9978
	p,p'-DDD	0.9995	0.9982	0.9985	0.9993	0.9969
11	Dimethoate	0.9997	0.9984	0.9989	0.9996	0.9990
12	α-Endosulfan	0.9997	0.9987	0.9881	0.9960	0.9990
	β-Endosulfan	0.9994	0.9979	0.9987	0.9993	0.9989
	Endosulfan-sulfate	0.9999	0.9993	0.9994	0.9994	0.9990
13	Endrin	0.9997	0.9998	0.9983	0.9980	0.9990
	δ-Keto-endrin	0.9996	0.9970	0.9991	0.9994	0.9997
14	Ethion	0.9996	0.9995	0.9986	0.9992	0.9982
15	Etrimfos	0.9967	0.9990	0.9996	0.9990	0.9987
16	Fenpropathrin	0.9997	0.9981	0.9994	0.9988	0.9992
17	Fenvalerate	0.9997	0.9967	0.9980	0.9986	0.9991
18	Heptachlor	0.9978	0.9966	0.9986	0.9994	0.9998
	Heptachlor epoxide	0.9997	0.9982	0.9995	0.9992	0.9988
19	Mecarbam	0.9994	0.9989	0.9989	0.9992	0.9991
20	Methacrifos	0.9997	0.9982	0.9986	0.9986	0.9987
21	Permethrin	0.9997	0.9976	0.9987	0.9983	0.9941
22	Phenthoate	0.9996	0.9980	0.9993	0.9995	0.9996
23	Phosalone	0.9994	0.9951	0.9992	0.9992	0.9984
24	Phosmet	0.9984	0.9994	0.9995	0.9998	0.9994
25	Pirimicarb	0.9998	0.9977	0.9989	0.9986	0.9978
26	Profenofos	0.9996	0.9993	0.9964	0.9992	0.9993
27	Propargite	0.9987	0.9992	0.9963	0.9994	0.9990
28	Pyriproxyfen	0.9996	0.9975	0.9984	0.9986	0.9979
29	Triazophos	0.9988	0.9984	0.9942	0.9985	0.9988

Table 4. Recovery results of analytical method for the determination of 29 kinds of pesticides in livestock products

No.	Compound	Fortification (mg/kg)	Sample									
			Beef		Pork		Chicken		Egg		Milk	
			Ave[a] (%)	RSD[b] (%)	Ave (%)	RSD (%)	Ave (%)	RSD (%)	Ave (%)	RSD (%)	Ave (%)	RSD (%)
1	Aldrin	0.005	92.3	12.8	84.4	10.0	88.6	12.2	87.6	10.0	86.0	6.3
		0.01	84.6	9.8	71.8	17.8	100.4	11.1	89.5	7.0	88.0	9.7
		0.1	70.4	6.0	94.3	9.3	100.9	7.1	90.0	11.7	95.5	8.1
2	Dieldrin	0.005	109.5	3.7	76.2	16.8	86.5	17.7	98.2	2.5	83.7	1.0
		0.01	112.3	5.1	66.9	10.8	117.0	17.4	100.5	8.5	86.6	7.0
		0.1	103.9	5.3	77.6	2.4	118.0	6.4	85.8	3.0	88.1	3.7
3	Lindan (γ-BHC)	0.005	103.8	13.5	89.1	9.0	89.4	10.1	95.1	1.3	77.8	1.5
		0.01	100.1	5.9	85.2	15.4	110.9	5.9	90.2	5..2	92.2	8.7
		0.1	86.2	6.0	77.2	13.9	106.9	5.1	89.9	8.5	98.4	8.4
4	Bifenthrin	0.005	98.3	14.6	92.6	17.2	90.9	11.0	115.9	4.7	96.5	3.8
		0.01	94.2	7.7	106.8	19.3	109.8	10.0	110.7	13.1	90.6	5.7
		0.1	81.9	7.9	85.9	3.6	116.0	3.1	120.0	10.7	117.1	6.1
5	Chinomethionate	0.005	100.9	12.4	89.6	5.0	112.6	15.7	88.9	16.1	75.2	2.7
		0.01	100.8	6.2	70.9	18.8	105.4	6.9	91.0	6.0	95.1	9.4
		0.1	88.8	5.2	74.3	12.4	114.0	9.6	91.4	6.0	96.9	8.7
6	Chlordan-cis	0.005	102.0	9.1	82.9	10.5	91.4	10.8	109.8	12.8	91.6	7.0
		0.01	92.4	5..3	78.0	8.3	118.4	7.5	85.6	5.4	100.6	11.7
		0.1	71.4	6.2	75.6	11.5	112.1	6.0	85.0	4.6	97.4	3.4
	Chlordan-trans	0.005	119.2	22.3	90.1	7.0	85.8	14.2	86.0	21.6	94.3	1.1
		0.01	89.6	11.3	77.3	12.0	109.6	9.9	94.4	12.0	81.4	18.9
		0.1	70.5	16.0	83.2	7.1	116.2	8.8	89.1	2.6	93.4	9.7
7	Oxychlordane	0.005	68.9	6.1	73.8	8.8	93.5	9.6	101.7	6.9	89.1	7.7
		0.01	78.7	1.3	72.4	12.7	90.0	4.3	100.7	6.0	92.5	11.7
		0.1	71.3	3.4	75.5	5.0	102.0	10.4	104.8	10.5	93.9	4.3
8	Chlorfenvinfos	0.005	108.0	8.6	96.4	9.8	94.9	9.6	92.2	15.5	80.2	5.6
		0.01	103.6	3.5	74.2	6.7	116.0	7.6	94.5	7.0	85.8	4.0
		0.1	84.3	4.5	107.6	7.6	109.1	4.9	97.0	6.3	99.5	9.5
9	Chlorpyrifos	0.005	107.1	2.5	86.5	9.5	96.9	11.7	116.3	6.3	99.9	7.8
		0.01	76.2	2.5	74.4	3.0	110.9	15.1	103.9	14.9	95.2	9.8
		0.1	84.2	6.2	81.5	2.8	103.7	5.1	79.7	6.4	96.3	9.3
10	Chlorpyrifos -methyl	0.005	108.2	12.1	95.3	6.8	89.2	12.1	91.7	15.2	96.8	10.5
		0.01	107.1	4.2	98.1	15.3	83.6	4.2	93.0	3.8	88.3	8.5
		0.1	87.6	4.8	97.8	2.8	107.9	5.0	99.1	8.4	98.2	9.4
	p,p-DDT	0.005	70.7	14.7	75.7	5.2	103.4	11.2	102.3	19.2	76.1	7.5
		0.01	82.1	10.7	78.6	6.6	114.0	6.3	105.7	4.9	74.9	5.6
		0.1	72.2	13.2	108.0	8.6	116.6	5.4	88.6	12.2	106.7	8.3
	o,p-DDT	0.005	113.2	10.0	74.1	3.8	88.2	12.7	82.6	20.5	83.1	1.2
		0.01	110.6	4.2	88.0	16.4	105.2	9.5	83.9	7.3	84.2	16.2
		0.1	90.2	17.1	77.1	7.7	102.6	1.6	97.3	9.9	90.1	2.8
	p,p-DDE	0.005	99.6	7.4	66.9	24.1	88.9	6.9	108.3	0.5	89.0	4.3
		0.01	87.7	13.0	62.5	10.2	114.2	10.3	91.7	16.0	89.6	4.7
		0.1	71.6	13.5	85.4	9.5	118.5	3.8	94.9	13.0	89.1	11.8
	p,p-DDD	0.005	79.6	11.3	84.6	3.2	87.3	9.3	82.5	18.7	92.3	3.1
		0.01	76.6	1.2	84.5	17.4	113.8	8.4	113.7	13.4	93.5	6.0
		0.1	73.2	9.4	95.4	8.4	111.7	5.3	79.8	8.3	85.3	0.5

[a]Mean values of 5 times repetitions with relative standard deviation.
[b]Relative standard deviation

Table 4. continued

No.	Compound	Fortification (mg/kg)	Sample									
			Beef		Pork		Chicken		Egg		Milk	
			Ave[a] (%)	RSD[b] (%)	Ave (%)	RSD (%)	Ave (%)	RSD (%)	Ave (%)	RSD (%)	Ave (%)	RSD (%)
11	Dimethoate	0.005	90.4	24.6	92.4	19.8	90.3	7.2	99.8	11.8	86.8	21.3
		0.01	93.3	15.1	86.8	6.9	112.7	8.9	86.1	3.9	72.1	11.5
		0.1	88.2	10.5	112.9	4.4	110.7	8.6	96.8	8.1	95.5	11.7
12	α-Endosulfan	0.005	98.6	11.7	77.2	18.5	91.6	9.8	102.3	3.4	85.9	2.9
		0.01	90.4	21.2	77.1	4.2	117.1	9.5	98.0	12.3	80.1	5.7
		0.1	71.7	14.6	103.5	11.6	120.0	9.9	70.0	7.4	96.3	3.5
	β-Endosulfan	0.005	108.4	10.7	77.4	16.1	83.6	12.4	113.9	2.2	80.8	3.8
		0.01	102.9	5.2	80.5	8.9	116.3	12.2	96.3	2.8	95.9	12.7
		0.1	83.4	6.4	80.4	12.1	109.0	7.3	113.8	8..2	89.9	12.5
13	Endosulfan sulfate	0.005	110.4	13.6	85.3	15.8	95.4	9.1	94.6	17.0	82.6	2.2
		0.01	107.0	4.8	117.7	14.6	116.0	7.1	97.8	0.8	99.9	10.9
		0.1	89.4	3.5	93.8	10.9	114.3	6.4	97.2	5.8	93.0	9.6
	Endrin	0.005	98.8	18.2	75.9	11.3	84.3	15.1	93.8	15.7	82.8	2.7
		0.01	101.2	12.6	76.2	12.3	91.2	9.2	99.8	3.0	92.2	7.2
		0.1	88.0	6.8	78.4	4.1	115.5	5.0	87.2	6.7	92.3	11.4
	δ-Keto-endrin	0.005	97.6	17.0	76.2	5.5	78.6	11.6	107.0	5.1	91.2	24.7
		0.01	89.7	1.2	89.0	16.7	113.7	9.4	101.2	0.4	89.7	7.5
		0.1	78.4	6.4	88.6	11.6	111.4	5.7	97.2	11.3	107.4	8.8
14	Ethion	0.005	107.8	10.0	78.0	22.1	87.0	11.4	86.7	25.7	82.5	2.7
		0.01	109.2	4.5	84.7	9.6	119.0	8.3	89.0	7.4	92.9	11.5
		0.1	90.0	3.4	71.3	13.2	112.5	5.7	81.0	5.9	84.1	5.5
15	Etrimfos	0.005	110.6	10.1	72.1	11.1	87.3	9.3	97.5	0.2	80.8	7.2
		0.01	108.6	4.0	86.6	15.0	116.2	8.9	90.8	7.3	87.6	9.2
		0.1	89.4	5.0	77.2	1.9	113.5	5.5	88.0	6.4	93.5	9.6
16	Fenpropathrin	0.005	83.8	4.8	87.8	16.3	89.0	6.0	109.6	8.4	85.2	14.9
		0.01	105.1	12.2	92.7	19.0	115.9	14.7	86.8	3.9	90.3	4.0
		0.1	80.7	15.5	90.3	3.2	114.6	0.6	82.6	5.8	88.4	0.1
17	Fenvalerate	0.005	98.0	11.1	99.4	2.7	93.9	14.0	110.6	15.6	81.5	4.7
		0.01	99.3	3.6	102.1	19.9	87.6	5.1	106.8	14.5	98.4	5.3
		0.1	108.8	4.1	100.2	3.7	113.8	3.0	112.8	9.6	91.8	2.9
18	Heptachlor	0.005	95.8	13.6	74.5	7.0	87.4	11.1	92.6	2.6	81.3	2.1
		0.01	90.2	7.9	71.6	12.7	109.3	7.9	89.3	6.0	89.4	9.8
		0.1	78.0	6.5	71.8	14.6	106.5	6.3	81.8	9.5	98.4	10.0
	Heptachlor epoxide	0.005	106.1	14.1	80.0	20.1	93.3	14.0	90.3	19.8	88.9	15.5
		0.01	95.5	7.7	76.4	7.6	117.7	6.5	104.9	2.6	95.0	12.2
		0.1	78.7	5.3	79.3	3.7	107.1	7.5	100.7	7.5	95.6	3.8
19	Mecarbam	0.005	97.5	14.1	94.1	15.7	89.8	6.6	112.3	3.0	85.3	13.8
		0.01	90.2	10.5	94.6	16.6	116.6	9.9	110.3	2.9	101.9	12.6
		0.1	81.6	5.6	100.7	19.2	113.4	6.4	106.0	9.7	97.5	10.9
20	Methacrifos	0.005	110.3	12.0	66.4	21.5	85.8	11.0	90.3	16.8	67.5	12.7
		0.01	108.8	4.4	98.5	15.8	112.2	7.3	90.7	6.8	90.9	8.6
		0.1	90.7	4.7	98.7	11.0	108.2	4.8	84.7	5.9	90.2	10.1
21	Permethrine	0.005	108.8	14.3	72.6	22.9	94.4	4.6	116.7	7.9	91.0	13.2
		0.01	108.5	8.8	83.3	16.8	105.3	6.6	110.6	11.2	83.2	1.6
		0.1	91.3	5.6	94.2	4.1	109.8	6.6	116.2	10.1	87.7	2.1

Table 4. continued

No.	Compound	Fortification (mg/kg)	Sample									
			Beef		Pork		Chicken		Egg		Milk	
			Ave[a] (%)	RSD[b] (%)	Ave (%)	RSD (%)	Ave (%)	RSD (%)	Ave (%)	RSD (%)	Ave (%)	RSD (%)
		0.005	109.2	3.1	80.3	7.2	98.2	11.8	100.1	2.3	86.3	5.4
22	Phentoate	0.01	116.3	0.3	89.6	19.9	114.3	5.7	98.0	2.4	96.0	5.5
		0.1	88.3	2.5	85.2	9.3	110.5	6.9	94.6	10.8	100.0	8.7
		0.005	111.2	8.4	91.2	3.3	96.6	10.0	105.2	20.5	81.3	6.6
23	Phosalone	0.01	109.8	2.5	114.0	11.8	108.2	6.9	112.2	0.4	85.1	4.5
		0.1	91.2	3.9	92.4	3.1	116.2	4.7	101.1	10.7	101.2	9.5
		0.005	92.8	24.2	87.6	7.0	103.9	14.5	97.1	16.3	79.6	8.0
24	Phosmet	0.01	100.9	8.3	86.5	9.7	107.7	13.4	83.7	10.6	90.1	2.9
		0.1	96.1	2.7	107.3	8.1	86.8	7.0	93.0	8.7	85.2	3.2
		0.005	72.4	10.5	72.3	12.0	85.4	11.6	101.3	9.4	73.9	19.6
25	Pirimicarb	0.01	97.6	4.6	93.9	11.0	106.9	8.0	92.0	8.8	73.0	7.8
		0.1	81.5	6.9	85.8	9.1	101.5	5.7	95.6	7.8	89.8	12.2
		0.005	82.6	2.3	92.4	18.7	97.8	14.2	88.4	19.2	80.9	3.1
26	Profenofos	0.01	94.9	6.0	87.5	6.6	118.1	12.9	97.8	3.0	101.4	7.1
		0.1	81.5	5.6	101.8	7.0	116.0	9.4	103.7	7.1	98.5	8.8
		0.005	104.3	16.3	82.9	9.8	90.3	16.3	87.4	18.8	79.1	6.2
27	Propagite	0.01	98.6	5.2	80.7	9.6	75.1	4.4	95.4	2.5	92.9	9.3
		0.1	88.1	6.2	80.0	1.8	115.8	4.8	95.8	7.7	99.6	10.1
		0.005	102.7	14.2	86.7	5.2	88.1	12.9	77.6	27.1	83.0	4.6
28	Pyripenoxyfen	0.01	104.7	8.3	106.1	16.5	118.3	7.0	113.4	14.5	87.9	8.3
		0.1	88.5	3.7	88.0	3.6	113.6	4.9	119.1	10.0	93.3	9.8
		0.005	111.9	12.3	83.4	7.4	92.4	14.4	82.8	16.5	84.9	0.6
29	Triazophos	0.01	109.9	4.9	86.6	1.6	75.4	13.7	92.9	0.3	89.7	7.1
		0.1	91.9	9.1	88.5	11.1	117.6	4.8	92.6	3.8	92.8	9.6

입하여 분석한 결과, 결정계수(R^2)가 0.9850-0.9999의 범위로 나타났으며, Codex에서 요구하는 R^2의 범위(≥0.98)를 모두 만족하는 것으로 확인되었고 각 검체별 검량선에 대한 직선성은 Table 3에 나타내었다.

검출한계와 정량한계

분석 대상 농약 29종의 검출한계는 기기 크로마토그램 상에서 신호 대 잡음비(S/N ratio) 3 이상으로 결정하여 각각의 성분에 따른 LOD는 0.0005 (Phosalone 및 Fenvalerate), 0.001 (Fenpropathrin 및 Phenthoate) 및 0.002 mg/kg (Aldrin 등 24종)이었고, LOQ는 S/N ratio 10 이상으로 결정하여 0.001 (Phosalone 및 Fenvalerate), 0.003 (Fenpropathrin 및 Phenthoate) 및 0.005 mg/kg (Aldrin 등 24종) 이었다. 본 연구에서 모든 대상 농약의 정량한계는 국내 축산물중 농약 잔류허용기준 설정된 가장 낮은 수준인 0.005 mg/kg 이하로 잔류허용기준 준수여부를 판별하기에 문제가 없을 것으로 판단된다.

시험법의 회수율

본 시험법의 대상 농약 29종이 모든 종류의 축산물 시료에 대하여 기준이 설정되어 있지 않아 최소 0.01 mg/kg 수준 이하로 관리할 필요성이 있고 동시분석의 특성에 따라 모든 농약 물질의 정량한계를 0.005 mg/kg 이하의 수준으로 적용할 필요성이 있어 이에 따른 회수율 실험을 진행하였다. 또한 29종 농약 중 가장 낮은 잔류허용기준을 가지는 Lindane (γ-BHC)의 경우 유, 포유류부산물, 가금류부산물에서 0.005 mg/kg 로 기준 설정되어 있어 0.005 mg/kg 수준의 검증을 포함하여 회수율 실험을 진행하였다. 시험법의 정확성을 평가하기 위하여 5개의 대표축산물에 정량한계, 정량한계의 2배, 정량한계의 20배 수준인 0.005, 0.01 및 0.1 mg/kg의 농도로 처리하여 회수율 실험을 5회 반복하여 수행하였다.

그 결과 각 농도에서 평균 회수율은 62.5-120.0%이었고, 이 결과는 잔류물 분석에 관한 CODEX 가이드라인에서 요구하는 잔류농약 분석 기준에서 0.005 및 0.01 mg/kg은 회

수율 범위 60-120%, 반복 간 변동계수 ≤ 30%, 0.1 mg/kg은 회수율 범위 70-120%, 반복 간 변동계수 ≤ 20%을 만족하는 것으로 확인되었고 대부분의 분석 물질에 대한 높은 정확성, 재현성 및 효율성을 확인할 수 있었다(Table 4). 퀘쳐스법을 기반으로 하며 GC-MSMS를 이용한 축산물 중 농약 동시분석법은 기존에 연구된 내용이 있지만, 닭고기, 우유, 등 한두가지 축산물시료만을 대상으로 분석법을 검증한 내용이 대부분이었다(Frank et al., 2017; Manjusha et al., 2019; Song et al., 2019; Jianmei et al., 2020; Ping et al., 2020). 본 연구에서는 포유류 고기 중에서는 소고기(반추동물)와 돼지고기(비반추동물), 닭고기(가금류), 계란(알류), 우유(유) 5가지 대표적인 축산물 시료를 대상으로 분석법을 검증한 결과물로써 대부분의 축산물 시료에 대하여 29종 동시다성분 분석에 적용가능함을 확인할 수 있었고 GC-MS/MS를 이용하여 분석한 29종의 크로마토그램은 Fig. 2에 나타내었다.

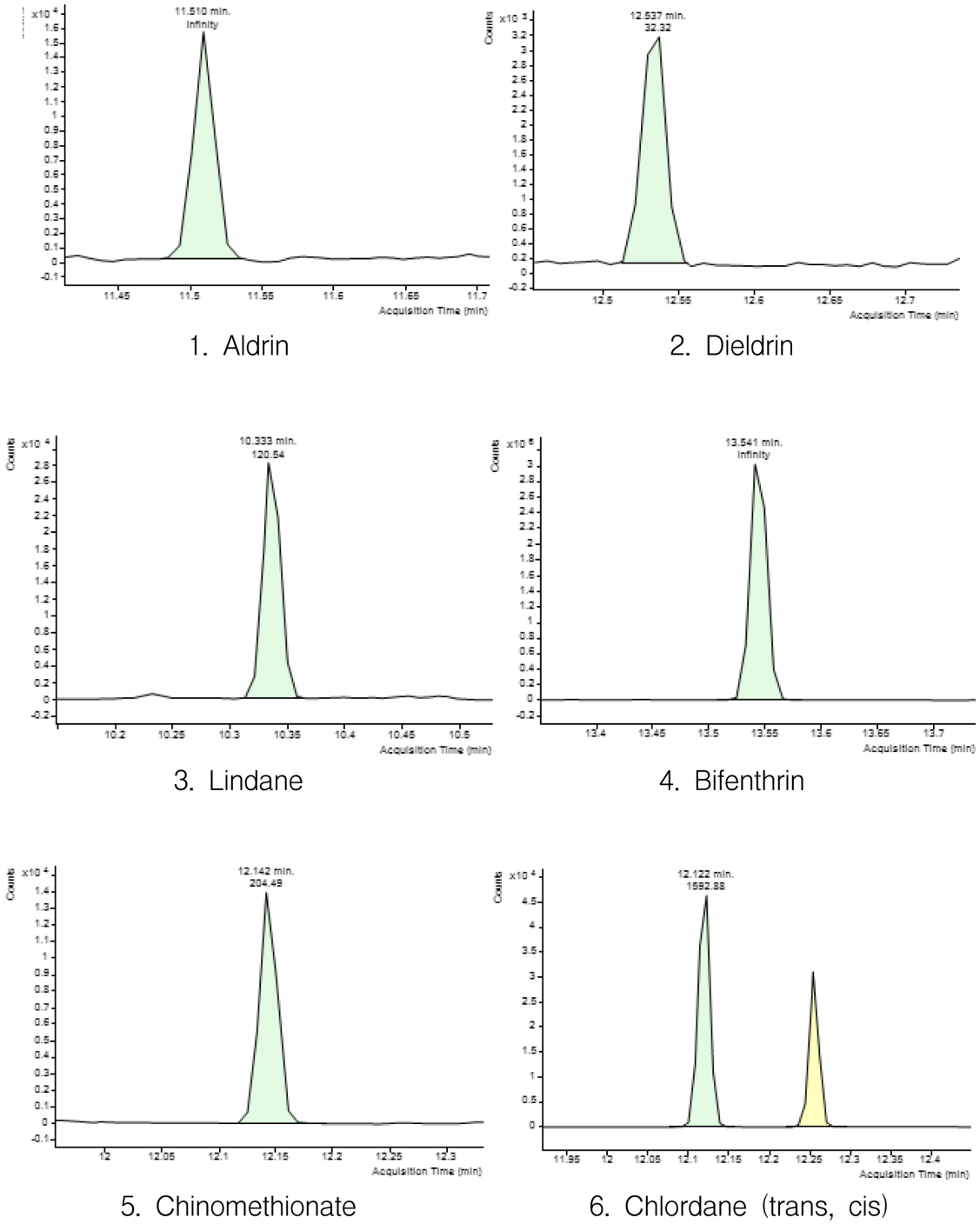
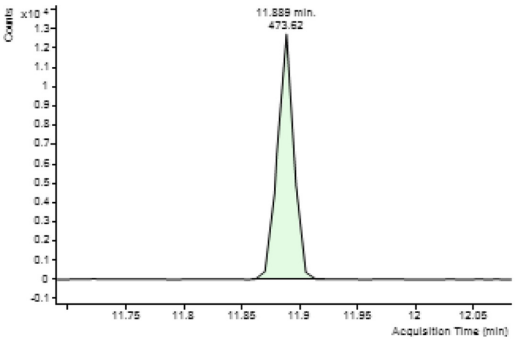
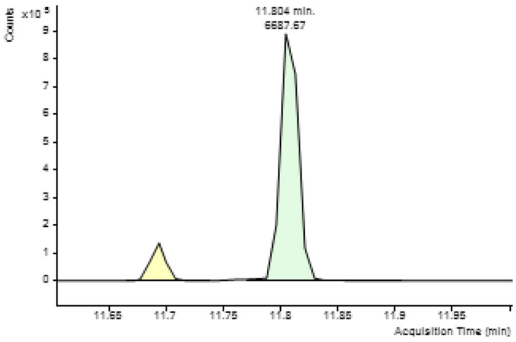


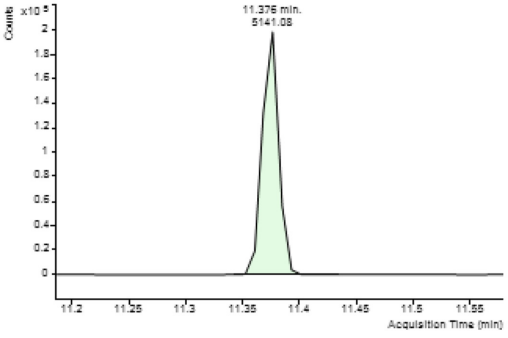
Fig. 2. Standard chromatogram of 29 kinds of pesticides (0.01 mg/L). Retention time (RT) and Peak Number are shown by Table 2.



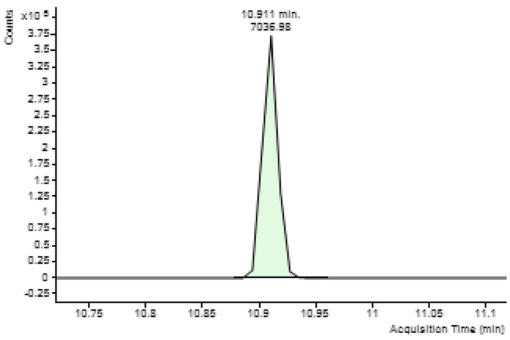
6. Oxychlordane



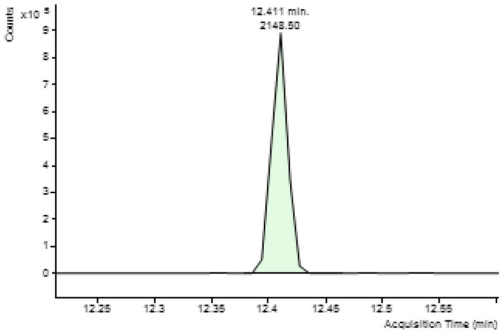
7. Chlorfenvinphos (E, Z)



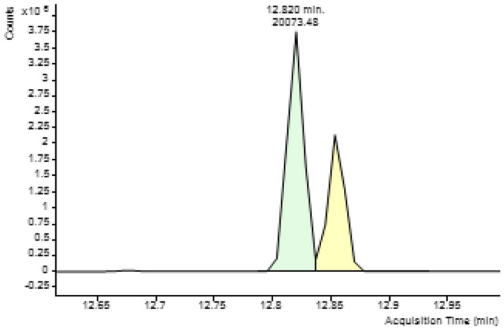
8. Chlorpyrifos



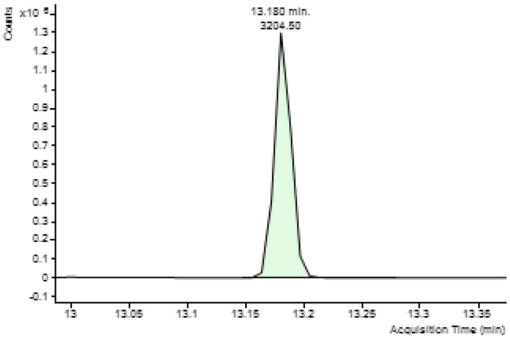
9. Chlorpyrifos methyl



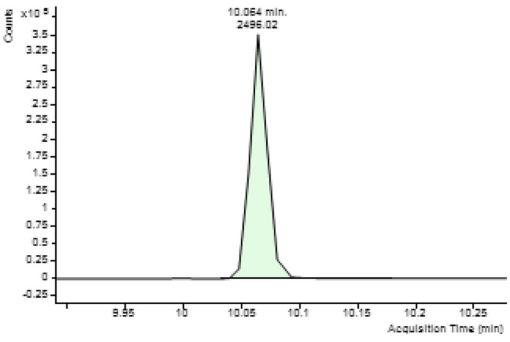
10. p,p'-DDE



10. p,p'-DDD, o,p'-DDT

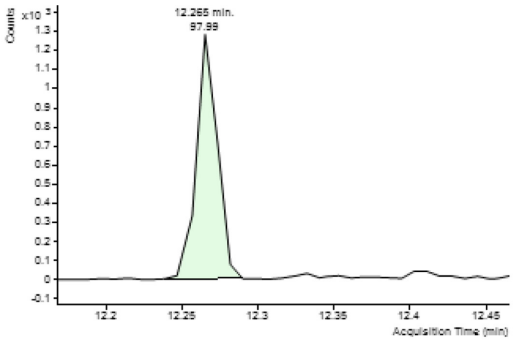


10. p,p'-DDT

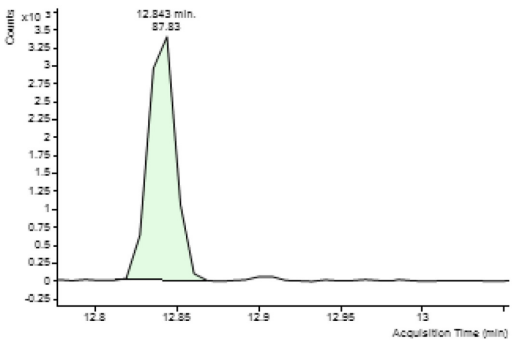


11. Dimethoate

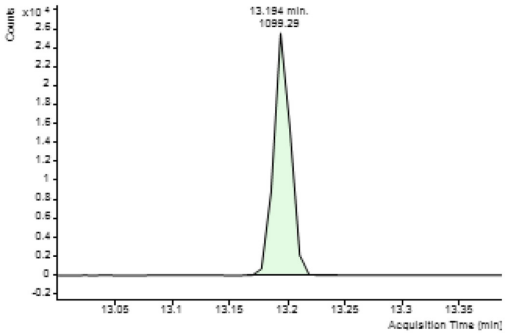
Fig. 2. continued



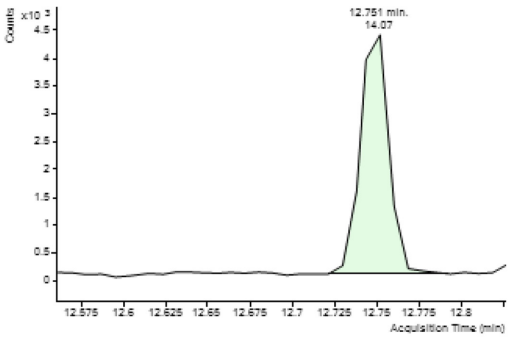
12. α-Endosulfan



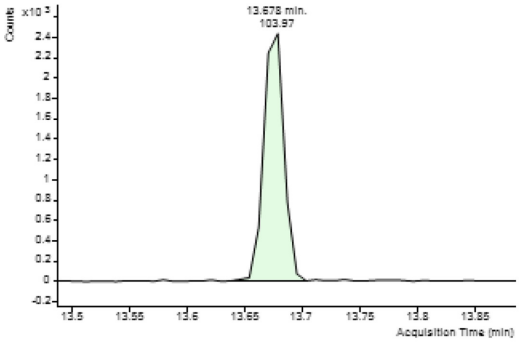
12. β-Endosulfan



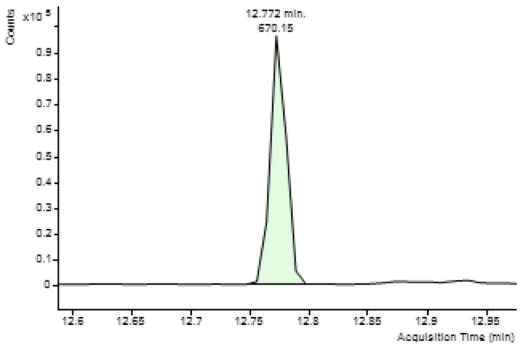
12. Endosulfan-sulfate



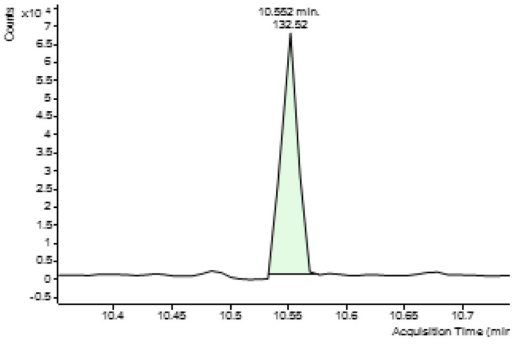
13. Endrin



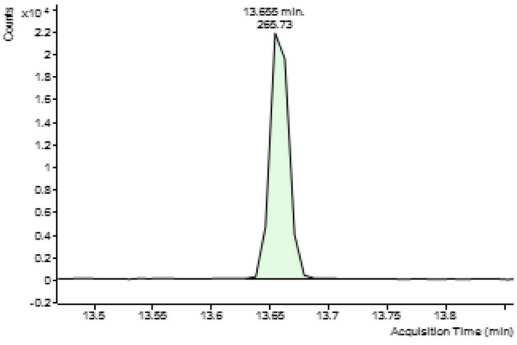
13. δ-Keto-endrin



14. Ethion

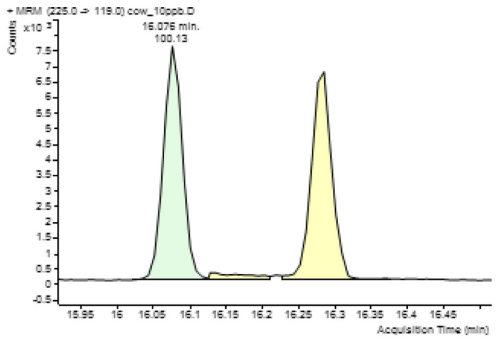


15. Etrimfos

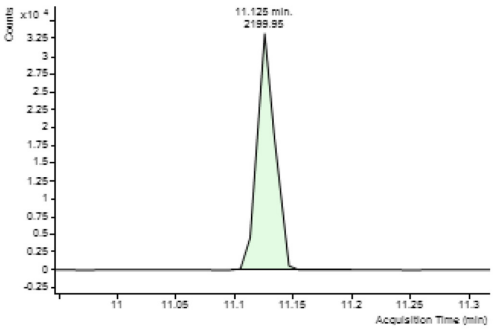


16. Fenpropathrin

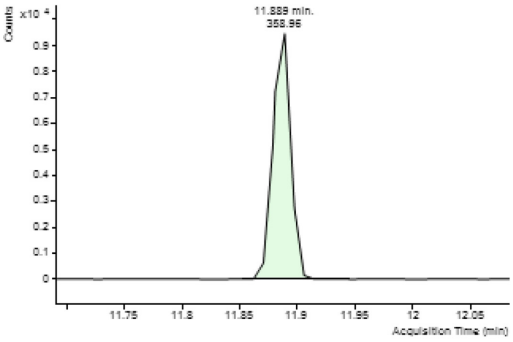
Fig. 2. continued



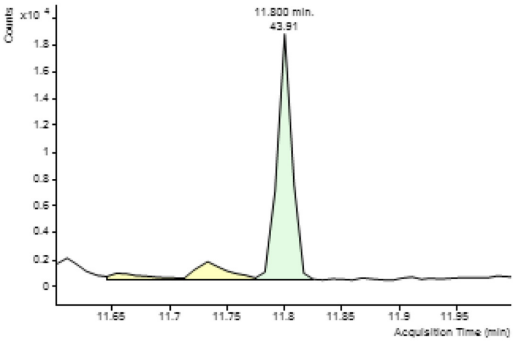
17. Fenvalerate (Iso.1, Iso.2)



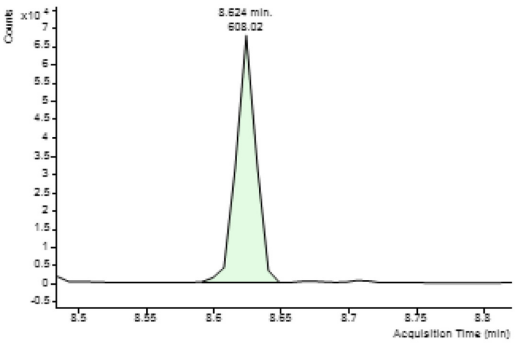
18. Heptachlor



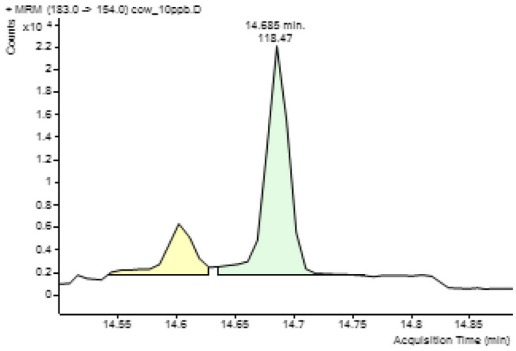
18. Heptachlor epoxide



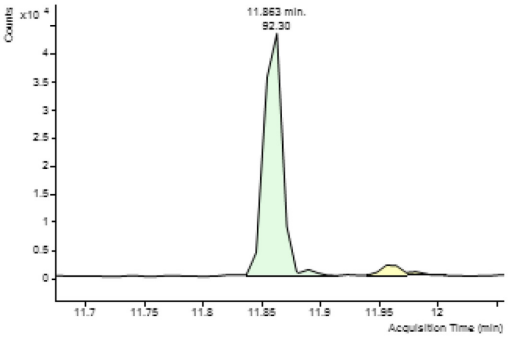
19. Mecarbam



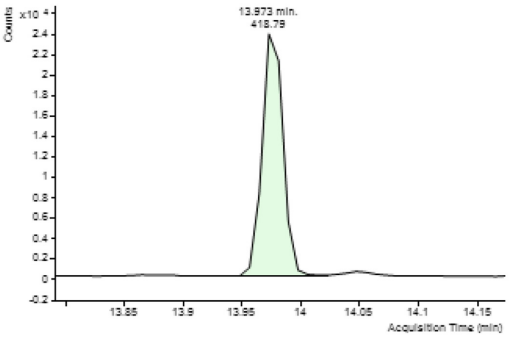
20. Methacrifos



21. Permethrin (cis, trans)



22. Phenthoate



23. Phosalone

Fig. 2. continued

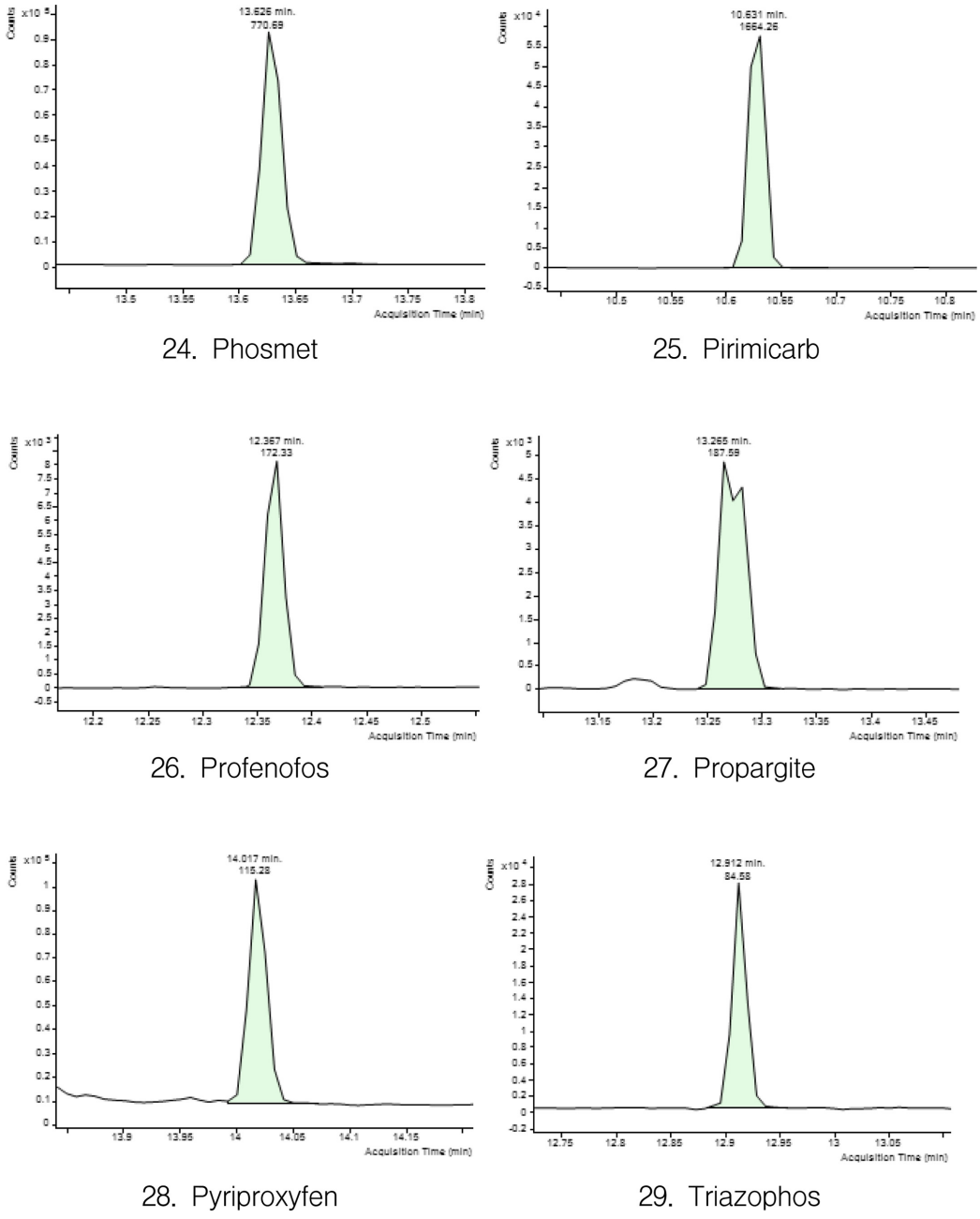


Fig. 2. continued

실험실간 교차검증

한 실험실내에서 검증이 완료된 실험법이라도 다른 환경의 실험실에 적용하였을 때 유효성이 있는지 입증하기 위해 실험실간 교차검증을 수행하였다. 독립된 실험실간 검증에 참여한 곳은 경인 및 부산지방식품의약품안전청이었다. 본 연구기관에서 개발하여 실험실내 검증 완료 한 방법을 지방식약청에 제공하고 동일한 방법으로 분석을 수행한 후 두 실험실간의 회수율 및 상대표준편차를 비교하였다. 검증 결과 대부분의 분석 성분의 평균 회수율 범위는 60-120%로 나타났고 상대표준편차는 30% 이하로 확인하였으나 일부 성분에 대하여 CODEX 가이드라인에 적합하지 않은 화합물이 있는 것으로 확인되었다. 분석 대상 29종 41화합물 농약 중 12화합물이 적정 회수율 또는 상대표준편차 범위를 만족하지 못하였으며, 이러한 성분은 Chinomethionate, Chlordan-cis, Oxychlordane, p,p-DDT, o,p-DDT, p,p-DDE, α-Endosulfan, δ-Keto-endrin, Fenvalerate, Heptachlor, Pirimicarb 및 Propagite이며 같은 농약성분이라도 두개의 실험실 중에서 한 곳에서는 회수율과 편차가 적정범위에 만족하더라도 독립된 다른 곳에서 적정 범위를 벗어나거나, 두 실험실 모두 적정범위(60~120%)의 회수율 값을 가지더

Table 5. Inter-laboratory validation results of analytical method for the determination of 29 kinds of pesticides in livestock products

No.	Compound	Fortification (mg/kg)	Beef			Pork			Chicken			Egg			Milk		
			Recovery (%)		RSD[c] (%)	Recovery (%)		RSD (%)	Recovery (%)		RSD (%)	Recovery (%)		RSD (%)	Recovery (%)		RSD (%)
			LAB1[a]	LAB2[b]		LAB1	LAB2		LAB1	LAB2		LAB1	LAB2		LAB1	LAB2	
1	Aldrin	0.005	92.3	71.6	12.6	84.4	68.8	10.2	88.6	77.3	6.8	87.6	87.4	0.1	86.0	77.0	5.5
		0.01	84.6	72.3	7.8	71.8	68.9	2.1	100.4	85.5	8.0	89.5	85.6	2.2	88.0	85.7	1.3
		0.1	70.4	70.2	0.1	94.3	70.1	14.7	100.9	90.2	5.6	90.0	76.5	8.1	95.5	91.7	2.0
2	Dieldrin	0.005	109.5	77.9	16.9	76.2	76.0	0.1	86.5	83.9	1.5	98.2	92.4	3.0	83.7	82.9	0.5
		0.01	112.3	79.5	17.1	66.9	75.9	6.3	117.0	87.6	14.4	100.5	98.6	1.0	86.6	86.4	0.1
		0.1	103.9	76.2	15.4	77.6	74.8	1.8	118.0	102.1	7.2	85.8	85.1	0.4	88.1	87.3	0.5
3	Lindan (γ-BHC)	0.005	103.8	83.9	10.6	89.1	71.3	11.1	89.4	79.6	5.8	95.1	90.3	2.6	77.8	74.9	1.9
		0.01	100.1	94.1	3.1	85.2	80.2	3.0	110.9	83.7	14.0	90.2	88.9	0.7	92.2	91.6	0.3
		0.1	86.2	74.1	7.5	77.2	74.4	1.8	106.9	78.9	15.1	89.9	86.1	2.2	98.4	88.7	5.2
4	Bifenthrin	0.005	98.3	77.7	11.7	92.6	82.3	5.9	90.9	89.4	0.8	115.9	87.2	14.1	96.5	83.7	7.1
		0.01	94.2	83.0	6.3	106.8	76.2	16.7	109.8	90.0	9.9	110.7	85.8	12.7	90.6	84.9	3.2
		0.1	81.9	73.3	5.5	85.9	77.2	5.3	116.0	101.6	6.6	120.0	73.3	24.2	117.1	90.9	12.6
5	Chinomethionate	0.005	100.9	53.5	30.7	89.6	68.0	13.7	112.6	103.4	4.3	88.9	66.6	14.3	75.2	71.6	2.5
		0.01	100.8	55.8	28.7	70.9	70.1	0.6	105.4	39.6	45.4	91.0	74.6	9.9	95.1	87.7	4.0
		0.1	88.8	80.6	4.8	74.3	66.1	5.8	114.0	127.2	5.5	91.4	70.4	13.0	96.9	95.3	0.8
	Chlordan-cis	0.005	102.0	68.5	19.6	82.9	80.0	1.8	91.4	81.1	6.0	109.8	88.9	10.5	91.6	88.2	1.9
		0.01	92.4	67.9	15.3	78.0	73.9	2.7	118.4	86.9	15.3	85.6	94.1	4.7	100.6	91.3	4.8
		0.1	71.4	67.7	2.7	75.6	74.3	0.9	112.1	105.1	3.2	85.0	77.1	4.9	97.4	92.3	2.7
6	Chlordan-trans	0.005	119.2	74.6	23.0	90.1	78.2	7.1	85.8	82.0	2.3	86.0	80.0	3.6	94.3	89.5	2.6
		0.01	89.6	72.5	10.5	77.3	71.6	3.8	109.6	89.2	10.3	94.4	84.6	5.5	81.4	79.0	1.5
		0.1	70.5	70.5	0.0	83.2	87.3	2.4	116.2	109.8	2.8	89.1	71.4	11.0	93.4	79.5	8.0
	Oxychlordane	0.005	68.9	52.3	13.7	73.8	66.8	5.0	93.5	81.2	7.0	101.7	79.9	12.0	89.1	80.8	4.9
		0.01	78.7	58.0	15.1	72.4	70.0	1.7	90.0	77.6	7.4	100.7	93.5	3.7	92.5	76.9	9.2
		0.1	71.3	68.7	1.9	75.5	69.1	4.4	102.0	92.4	4.9	104.8	88.6	8.4	93.9	92.8	0.6
7	Chlorfenvinfos	0.005	108.0	84.8	12.0	96.4	83.4	7.2	94.9	85.3	5.3	92.2	78.4	8.1	80.2	79.5	0.4
		0.01	103.6	92.8	5.5	74.2	87.0	7.9	116.0	85.9	14.9	94.5	91.7	1.5	85.8	92.9	4.0
		0.1	84.3	82.8	0.9	107.6	88.8	9.6	109.1	85.4	12.2	97.0	87.5	5.1	99.5	92.1	3.9

[a]Ministry of Food and Drug Safety
[b]Seoul Regional Food and Drug Administration
[c]Coefficient of variation of inter-laboratory laboratory

Table 5. continued

No.	Compound	Fortification (mg/kg)	Sample													
			Beef			Pork			Chicken			Egg			Milk		
			Recovery (%)		RSD (%)	Recovery (%)		RSD (%)	Recovery (%)		RSD (%)	Recovery (%)		RSD (%)	Recovery (%)		RSD (%)
			LAB1	LAB2		LAB1	LAB2		LAB1	LAB2		LAB1	LAB2		LAB1	LAB2	
8	Chlorpyrifos	0.005	107.1	73.4	18.7	86.5	84.6	1.1	96.9	86.7	5.6	116.3	96.0	9.6	99.9	79.0	11.7
		0.01	76.2	78.9	1.7	74.4	72.2	1.5	110.9	91.8	9.4	103.9	99.2	2.3	95.2	84.2	6.1
		0.1	84.2	74.7	6.0	81.5	75.2	4.0	103.7	102.6	0.5	79.7	86.5	4.1	96.3	95.4	0.5
9	Chlorpyrifos -methyl	0.005	108.2	81.4	14.1	95.3	90.7	2.5	89.2	81.9	4.3	91.7	90.7	0.5	96.8	78.9	10.2
		0.01	107.1	92.6	7.3	98.1	80.0	10.2	83.6	85.7	1.2	93.0	92.8	0.1	88.3	81.9	3.8
		0.1	87.6	75.0	7.7	97.8	81.6	9.0	107.9	86.7	10.9	99.1	85.5	7.4	98.2	87.9	5.5
10	p,p-DDT	0.005	70.7	77.8	4.8	75.7	59.5	12.0	103.4	73.8	16.7	102.3	70.3	18.5	76.1	67.9	5.7
		0.01	82.1	75.9	3.9	78.6	98.2	11.1	114.0	76.0	20.0	105.7	86.8	9.8	74.9	87.0	7.5
		0.1	72.2	70.1	1.5	108.0	81.0	14.3	116.6	89.4	13.2	88.6	81.2	4.4	106.7	92.8	7.0
	o,p-DDT	0.005	113.2	77.3	18.8	74.1	69.3	3.3	88.2	85.5	1.6	82.6	82.4	0.1	83.1	70.2	8.4
		0.01	110.6	71.5	21.5	88.0	75.7	7.5	105.2	83.8	11.3	83.9	83.8	0.1	84.2	82.8	0.8
		0.1	90.2	70.2	12.5	77.1	59.7	12.7	102.6	87.8	7.8	97.3	78.0	11.0	90.1	88.2	1.1
	p,p-DDE	0.005	99.6	78.2	12.0	66.9	63.8	2.4	88.9	86.7	1.3	108.3	84.3	12.5	89.0	74.3	9.0
		0.01	87.7	70.3	11.0	62.5	65.1	2.0	114.2	93.0	10.2	91.7	87.4	2.4	89.6	79.0	6.3
		0.1	71.6	70.2	1.0	85.4	67.3	11.9	118.5	100.9	8.0	94.9	79.1	9.1	89.1	85.4	2.1
	p,p-DDD	0.005	79.6	73.6	3.9	84.6	81.2	2.1	87.3	87.1	0.1	82.5	92.4	5.7	92.3	78.2	8.3
		0.01	76.6	72.6	2.7	84.5	74.7	6.2	113.8	89.2	12.1	113.7	96.4	8.2	93.5	89.2	2.4
		0.1	73.2	72.1	0.8	95.4	89.1	3.4	111.7	109.4	1.0	79.8	87.4	4.5	85.3	89.1	2.2
11	Dimethoate	0.005	90.4	79.5	6.4	92.4	87.4	2.8	90.3	65.1	16.2	99.8	91.5	4.3	86.8	71.7	9.5
		0.01	93.3	90.4	1.6	86.8	73.3	8.4	112.7	82.9	15.2	86.1	95.1	5.0	72.1	76.8	3.2
		0.1	88.2	81.7	3.8	112.9	104.0	4.1	110.7	115.7	2.2	96.8	93.3	1.8	95.5	74.1	12.6
12	α-Endosulfan	0.005	98.6	70.9	16.3	77.2	76.1	0.7	91.6	82.1	5.5	102.3	100.6	0.8	85.9	74.4	7.2
		0.01	90.4	72.8	10.8	77.1	76.8	0.2	117.1	97.7	9.0	98.0	97.9	0.1	80.1	84.1	2.4
		0.1	71.7	69.5	1.6	103.5	75.9	15.4	120.0	106.7	5.9	70.0	70.0	0.0	96.3	87.6	4.7
	β-Endosulfan	0.005	108.4	77.8	16.4	77.4	75.1	1.5	83.6	79.9	2.3	113.9	91.0	11.2	80.8	69.0	7.9
		0.01	102.9	81.4	11.7	80.5	70.6	6.6	116.3	90.4	12.5	96.3	95.2	0.6	95.9	80.9	8.5
		0.1	83.4	75.5	5.0	80.4	79.4	0.6	109.0	108.9	0.0	113.8	91.9	10.6	89.9	85.4	2.6
	Endosulfan sulfate	0.005	110.4	77.5	17.5	85.3	84.1	0.7	95.4	72.6	13.6	94.6	77.2	10.1	82.6	63.9	12.8
		0.01	107.0	94.4	6.3	117.7	86.9	15.1	116.0	80.4	18.1	97.8	92.2	2.9	99.9	95.9	2.0
		0.1	89.4	80.6	5.2	93.8	87.8	3.3	114.3	112.8	0.7	97.2	74.8	13.0	93.0	91.7	0.7

Table 5. continued

No.	Compound	Fortification (mg/kg)	Sample													
			Beef			Pork			Chicken			Egg			Milk		
			Recovery (%)		RSD (%)	Recovery (%)		RSD (%)	Recovery (%)		RSD (%)	Recovery (%)		RSD (%)	Recovery (%)		RSD (%)
			LAB1	LAB2		LAB1	LAB2		LAB1	LAB2		LAB1	LAB2		LAB1	LAB2	
13	Endrin	0.005	98.8	79.3	10.9	75.9	74.1	1.2	84.3	83.9	0.2	93.8	84.5	5.2	82.8	69.2	8.9
		0.01	101.2	86.4	7.9	76.2	71.0	3.5	91.2	86.7	2.5	99.8	86.5	7.1	92.2	85.1	4.0
		0.1	88.0	72.2	9.9	78.4	77.0	0.9	115.5	99.2	7.6	87.2	84.9	1.3	92.3	87.0	3.0
	δ-Keto-endrin	0.005	97.6	83.7	7.7	76.2	69.2	4.8	78.6	76.3	1.5	107.0	92.0	7.5	91.2	83.5	4.4
		0.01	89.7	86.0	2.1	89.0	87.1	1.1	113.7	80.8	16.9	101.2	91.3	5.1	89.7	80.1	5.7
		0.1	78.4	76.0	1.6	88.6	64.1	16.0	111.4	109.2	1.0	97.2	90.9	3.3	107.4	97.9	4.6
14	Ethion	0.005	107.8	98.6	4.5	78.0	77.9	0.1	87.0	76.7	6.3	86.7	87.0	0.2	82.5	77.2	3.3
		0.01	109.2	101.8	3.5	84.7	80.4	2.6	119.0	77.8	20.9	89.0	102.4	7.0	92.9	84.3	4.9
		0.1	90.0	79.6	6.1	71.3	84.4	8.4	112.5	99.3	6.2	81.0	88.4	4.4	84.1	84.7	0.4
15	Etrimfos	0.005	110.6	68.1	23.8	72.1	66.8	3.8	87.3	76.9	6.3	97.5	91.4	3.2	80.8	78.0	1.8
		0.01	108.6	73.2	19.5	86.6	75.0	7.2	116.2	81.2	17.7	90.8	83.5	4.2	87.6	76.7	6.6
		0.1	89.4	73.4	9.8	77.2	76.0	0.8	113.5	74.5	20.7	88.0	82.0	3.5	93.5	82.8	6.1
16	Fenpropathrin	0.005	83.8	79.0	2.9	87.8	82.3	3.2	89.0	88.0	0.6	109.6	88.7	10.5	85.2	85.0	0.1
		0.01	105.1	91.0	7.2	92.7	81.4	6.5	115.9	88.9	13.2	86.8	96.8	5.4	90.3	82.9	4.3
		0.1	80.7	76.7	2.5	90.3	81.4	5.2	114.6	81.2	17.1	82.6	89.0	3.7	88.4	88.9	0.3
17	Fenvalerate	0.005	98.0	96.6	0.7	99.4	80.8	10.3	93.9	88.1	3.2	110.6	83.1	14.2	81.5	42.0	32.0
		0.01	99.3	98.1	0.6	102.1	91.9	5.3	87.6	84.4	1.9	106.8	97.7	4.4	98.4	70.3	16.7
		0.1	108.8	76.3	17.6	100.2	78.5	12.1	113.8	108.7	2.3	112.8	91.9	10.2	91.8	81.6	5.9
18	Heptachlor	0.005	95.8	75.8	11.7	74.5	60.9	10.0	87.4	77.4	6.1	92.6	88.2	2.4	81.3	72.5	5.7
		0.01	90.2	84.4	3.3	71.6	78.5	4.6	109.3	83.8	13.2	89.3	80.7	5.1	89.4	83.5	3.4
		0.1	78.0	70.5	5.1	71.8	64.6	5.3	106.5	97.6	4.4	81.8	78.7	1.9	98.4	86.1	6.7
	Heptachlor epoxide	0.005	106.1	76.7	16.1	80.0	75.5	2.9	93.3	80.0	7.7	90.3	85.3	2.8	88.9	82.9	3.5
		0.01	95.5	82.8	7.1	76.4	67.9	5.9	117.7	95.8	10.3	104.9	88.9	8.3	95.0	84.1	6.1
		0.1	78.7	76.1	1.7	79.3	73.7	3.7	107.1	101.6	2.6	100.7	91.2	5.0	95.6	93.1	1.3
19	Mecarbam	0.005	97.5	81.0	9.2	94.1	78.1	9.3	89.8	79.7	6.0	112.3	92.4	9.7	85.3	84.4	0.5
		0.01	90.2	86.4	2.2	94.6	84.4	5.7	116.6	85.3	15.5	110.3	95.4	7.2	101.9	98.7	1.6
		0.1	81.6	73.3	5.4	100.7	85.2	8.3	113.4	92.4	10.2	106.0	92.2	7.0	97.5	93.0	2.4
20	Methacrifos	0.005	110.3	79.1	16.5	66.4	66.2	0.2	85.8	75.0	6.7	90.3	81.9	4.9	67.5	65.8	1.3
		0.01	108.8	89.5	9.7	98.5	71.7	15.7	112.2	79.5	17.1	90.7	85.7	2.8	90.9	67.6	14.7
		0.1	90.7	71.0	12.2	98.7	77.4	12.1	108.2	71.8	20.2	84.7	81.2	2.1	90.2	76.4	8.3

Table 5. continued

No.	Compound	Fortification (mg/kg)	Sample													
			Beef			Pork			Chicken			Egg			Milk		
			Recovery (%)		RSD (%)	Recovery (%)		RSD (%)	Recovery (%)		RSD (%)	Recovery (%)		RSD (%)	Recovery (%)		RSD (%)
			LAB1	LAB2		LAB1	LAB2		LAB1	LAB2		LAB1	LAB2		LAB1	LAB2	
		0.005	108.8	78.0	16.5	72.6	68.8	2.7	94.4	87.2	4.0	116.7	93.2	11.2	91.0	76.8	8.5
21	Permethrin	0.01	108.5	81.8	14.0	83.3	76.7	4.1	105.3	93.7	5.8	110.6	95.2	7.5	83.2	81.9	0.8
		0.1	91.3	75.4	9.5	94.2	74.3	11.8	109.8	95.6	6.9	116.2	80.7	18.0	87.7	76.1	7.1
		0.005	109.2	107.9	0.6	80.3	75.0	3.4	98.2	90.4	4.1	100.1	92.6	3.9	86.3	84.5	1.1
22	Phentoate	0.01	116.3	104.4	5.4	89.6	83.5	3.5	114.3	90.2	11.8	98.0	93.7	2.2	96.0	94.0	1.1
		0.1	88.3	80.4	4.7	85.2	83.3	1.1	110.5	88.4	11.1	94.6	92.9	0.9	100.0	93.0	3.6
		0.005	111.2	82.0	15.1	91.2	81.2	5.8	96.6	83.7	7.2	105.2	88.9	8.4	81.3	76.4	3.1
23	Phosalone	0.01	109.8	94.0	7.8	114.0	83.2	15.6	108.2	88.5	10.0	112.2	98.7	6.4	85.1	82.8	1.4
		0.1	91.2	80.0	6.5	92.4	86.4	3.4	116.2	107.5	3.9	101.1	99.8	0.6	101.2	90.7	5.5
		0.005	92.8	75.3	10.4	87.6	79.4	4.9	103.9	73.6	17.1	97.1	93.2	2.0	79.6	70.8	5.9
24	Phosmet	0.01	100.9	91.6	4.8	86.5	84.1	1.4	107.7	74.4	18.3	83.7	103.0	10.3	90.1	83.9	3.6
		0.1	96.1	88.8	3.9	107.3	99.4	3.8	86.8	99.9	7.0	93.0	87.2	3.2	85.2	91.8	3.7
		0.005	72.4	101.3	16.6	72.3	76.9	3.1	85.4	76.0	5.8	101.3	117.3	7.3	73.9	65.4	6.1
25	Pirimicarb	0.01	97.6	76.2	12.3	93.9	71.1	13.8	106.9	72.0	19.5	92.0	90.3	0.9	73.0	63.3	7.1
		0.1	81.5	65.7	10.7	85.8	79.6	3.7	101.5	86.0	8.3	95.6	85.9	5.3	89.8	53.6	25.2
		0.005	82.6	101.0	10.0	92.4	90.3	1.1	97.8	78.1	11.2	88.4	82.0	3.8	80.9	81.2	0.2
26	Profenofos	0.01	94.9	87.7	3.9	87.5	76.0	7.0	118.1	74.6	22.6	97.8	91.2	3.5	101.4	85.1	8.7
		0.1	81.5	78.6	1.8	101.8	90.8	5.7	116.0	109.5	2.9	103.7	85.3	9.7	98.5	95.4	1.6
		0.005	104.3	96.8	3.7	82.9	80.3	1.6	90.3	75.9	8.7	87.4	80.6	4.0	79.1	71.0	5.4
27	Propagite	0.01	98.6	114.3	7.4	80.7	80.6	0.1	75.1	130.0	26.8	95.4	86.0	5.2	92.9	81.4	6.6
		0.1	88.1	75.9	7.4	80.0	68.3	7.9	115.8	74.0	22.0	95.8	82.6	7.4	99.6	89.1	5.6
		0.005	102.7	84.9	9.5	86.7	68.3	11.9	88.1	77.6	6.3	77.6	85.0	4.6	83.0	75.3	4.9
28	Pyripenoxyfen	0.01	104.7	87.3	9.1	106.1	80.1	14.0	118.3	83.7	17.1	113.4	94.4	9.1	87.9	82.6	3.1
		0.1	88.5	74.0	8.9	88.0	77.3	6.5	113.6	105.0	3.9	119.1	82.5	18.2	93.3	91.6	0.9
		0.005	111.9	81.0	16.0	83.4	83.3	0.1	92.4	75.1	10.3	82.8	96.4	7.6	84.9	80.1	2.9
29	Triazophos	0.01	109.9	84.6	13.0	86.6	78.9	4.7	75.4	81.7	4.0	92.9	100.8	4.1	89.7	89.3	0.2
		0.1	91.9	80.9	6.4	88.5	88.1	0.2	117.6	100.7	7.7	92.6	94.2	0.9	92.8	90.3	1.4

라도 두 실험실간의 비교시 상대표준편차가 큰 경우였다. 비록 실험실간 검증 가이드라인에 만족하지 못하는 성분들이라도 정성분석으로 사용하여 스크리닝 시험에 적용이 가능할 것으로 판단된다. 그 외 29성분에 대해서는 CODEX 가이드라인에서 제시한 실험실간 교차검증에서의 상대표준편차 범위(처리농도 0.001 mg/kg 초과 0.01 mg/kg 이하에서 상대표준편차 45% 이하, 0.01 mg/kg 초과 0.1 mg/kg 이하에서 상대표준편차 32 % 이하)를 만족하는 것으로 확인되었다(Table 5).

본 연구내용은 국내 축산물에 기준 설정된 농약 100종 중에서 살충제만을 대상으로 분석법을 개발한 내용이지만, 식량자급률이 낮으며 수입축산물 양이 꾸준한 국내 현실에서 정부는 코덱스와 같은 국제적으로 기준 설정된 축산물 중 농약 잔류허용기준을 국내 기준으로 꾸준히 확대해나갈 예정이기에(MFDS., 2018) 기준 확대 또는 재개정에 따른 시험법 개발도 병행해야 할 것으로 판단된다. 또한 피프로닐 계란 검출 사례와 같이 농산물에 등록된 농약의 의도적인 사용에 대한 문제점이 발견되었기에 축산물에는 등록되지 않았더라도 농산물 중 사용 등록된 살충제 농약을 대상으로 축산물 시료에 대한 분석법 개발도 필요한 것으로 보이며 이에 대한 보다 많은 연구가 진행되어야할 것으로 판단된다.

감사의 글

본 연구는 식품의약품안전평가원“18161식품위014”의 연구개발비 지원에 의해 수행하였으며, 이에 감사드립니다.

Literature Cited

Anastassiades M, Lehotay SJ, Stajnbaher D, Schenck FJ, 2003. Fast and Easy Multiresidue Method Employing Acetonitrile Extraction/Partitioning and "Dispersive Solid-Phase Extraction" for the Determination of Pesticide Residues in Produce. Journal of AOAC International. 86(2):412-431.

CAC (Codex Alimentarius Commission), 2003. Guidelines on good laboratory practice in residue analysis. CAC/GL 40-1993, Rev.1-2003.

Chang HR, You JS, 2019. Development of pesticide (Insecticide) residue analytical methods in Livestock Products for Food Safety. Korean J. Pesti. Sci. 0:193-193.

CODEX, Pesticide Residue in Food and Feed. http://www.fao.org/fao-who –codexalimentarius/standards/pestres/pesticide/enAssessed 2014.

EPA (United states Environmental Protection Agency), office of prevention, pesticides and toxic substances. 2009. Pesticide fact sheet for spinetoram.

EFSA (European Food Safety Authority), Setting of an import tolerance for spinetoram in peaches (including nectarines) and apricots. 2009. EPSA Journal, 7(9):1312.

Frank D, Christophe D, Emmie D, Zhen Y, Pat S, et al., 2017. Determination of pesticides in fatty matrices using gel permeation clean-up followed by GC-MS/MS and LC-MS/MS analysis: A comparison of low- and high-pressure gel permeation columns. Talanta 165:201-210.

Jianmei W, Jie X, Xiaofeng J, Huizhen W, Hua Y, et al., 2020. Determination of veterinary drug/pesticide residues in livestock and poultry excrement using selective accelerated solvent extraction and magnetic material purification combined with ultra-high-performance liquid chromatography–tandem mass spectrometry. Journal of Chromatography A 1617:460808.

Ko AY, Kim HJ, Do JA, Jang J, Lee EH, et al., 2016. Development of analytical method for determination of spinetoram residues in livestock using LC-MS/MS. Anal. Sci. Technol. 29(2):94-103.

LeDoux M, 2011. Analytical methods applied to the determination of pesticide residues in foods of animal origin. A review of the past two decades. J Chromatogr A 1218(8):1021-1036.

Maximum Residue Limits (MRLs)of CODEX, 2020. http://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/codex-texts/maximum-residue-limits/en (Accessed Dec. 10. 2019).

Manjusha RJ, Anjali P, Prakash R, Sagar U, Ahammed S, et al., 2019. A unified approach for high-throughput quantitative analysis of the residues of multi-class veterinary drugs and pesticides in bovine milk using LC-MS/MS and GC.MS/MS. Food Chemistry 272:292-305.

Ministry of Food and Drug Safety (MFDS), 2017. Osong, Korea. MFDS Notification (No.2017-57, 2017.6.30.).

Ministry of Food and Drug Safety (MFDS), 2018. Osong, Korea. MFDS Notification (No.2018-33, 2018.5.1.). 33-59.

Ministry of Food and Drug Safety (MFDS), 2018. Revision of Analytical Method for Pesticide Residue in Livestock Products report. Osong, Korea.

Ministry of Food and Drug Safety (MFDS), 2018. Monitoring of Pesticide Residues in Agro-Livestock Products report. Osong, Korea.

Ministry of Food and Drug Safety (MFDS), 2019. MRLs for Pesticide in Foods. Osong, Korea.

Ministry of Food and Drug Safety (MFDS), 2019. Osong, Korea. MFDS Notification (No.2019-89, 2019.10.14.).

Ministry of Food and Drug Safety (MFDS), 2019. Food Code. Osong, Korea. 915-926.

Nam SH, Kwak JI, Kim DS, An YJ, 2018. A comparative study of management system of unregulated agricultural pesticides in Korea, the European Union, and the United States of America: a review. J Appl Biol Chem 61(2):195-204.

National Institute of Food and Drug Safety Evaluation (NIFDS), 2016. Guidelines on standard procedures for test methods such as food. Osong, Korea.

National Institute of Food and Drug Safety Evaluation (NIFDS), 2017. Practicical Manual for Pesticide Residue Analysis of Food Code, Osong, Korea.
OECD Guidance Document, OECD guidelines for the testing of chemicals, Residues in livestock. 2007.
Ping L, Xiaohong L, Fang K, Lin T, Oiang W, et al., 2020. Multi-residue determination of 325 pesticides in chicken eggs with EMR-Lipid clean-up by UHPLC-MS/MS and GC-MS/MS. Chromatographia 83(5):593-599.
Song NE, Lee JY, Ahmad RM, Jang HW, Lim MC, et al., 2019. Determination of 60 pesticides in hen eggs using the QuEChERS procedure followed by LC-MS/MS and GC-MS/MS. Food Chemistry 298:125050.

GC-MS/MS를 이용한 축산물 중 29종 농약의 동시다성분 분석법 검증

최원조 · 강혜순[1] · 장호원[2] · 이슬비 · 류대규 · 모은진 · 정용현* · 오재호

식품의약품안전처 식품의약품안전평가원 식품위해평가부 잔류물질과
[1]경인지방식품의약품안전청 유해물질분석과, [2]부산지방식품의약품안전청 유해물질분석과

요 약 농약 허용물질목록 관리제도(Positive List System, PLS)의 도입에 따라 농산물뿐 아니라 축산물의 다종농약 다성분 분석에 대한 관심이 점차 증가하고 있다. 본 연구는 축산물 중 국내 기준 설정된 살충제 29종을 선정하여 섭취량이 높은 5품목(소고기, 돼지고기, 닭고기, 우유, 달걀)을 대상으로 GC-MS/MS를 사용하여 분석하였다. 각 성분의 검출한계(Limit of Detection, LOD), 정량한계(Limit of Quantification, LOQ), 직선성(linearity), 회수율(recovery) 및 재현성(reproducibility)에 대한 시험법 검증을 진행하였다. 분석 대상 농약의 정량한계는 0.005 mg/kg로 설정하였고 직선성 결정계수(R^2)는 모든 검체에서 0.98 이상으로 나타났다. 실험실내 회수율 실험 결과(n=5) 전체 회수율 범위는 62.5-120.0%로 CODEX 가이드라인의 적정 회수율을 만족하였고 변동계수(RSD) 역시 0.1-27.1% 범위였다. 그러나 실험실간 교차 검증 결과 Chinomethionate 등 9종에서 적정 회수율을 만족하지 못해 대상성분은 정성분석으로 사용이 가능할 것으로 판단된다. 본 연구는 향후 국내 수입 및 유통되는 축산물의 잔류농약 실태를 조사 및 파악하고, 식품 위생·안전 정책 수립의 과학적 근거 마련 및 향후 모니터링 수행에 도움이 될 것으로 사료된다.

색인어 다종농약다성분 분석법, 기체크로마토그래피 질량분석기, 축산물