

Application News

No. SSK-LCMS-2202

Liquid Chromatograph Mass Spectrometer, LCMS™-9030

UHPLC-Q-TOF 을 이용한 잔류농약 스크리닝 분석법

Screening and Quantitative Method for Multiresidue Analysis of Pesticides by UHPLC-Q-TOF with Data Independent Acquisition

◆ 서론

전세계적으로 식품의 맛과, 건강 뿐만 아니라 안전성에 대한 관심과 수요가 확대되고 있으며, 국내의 경우, 식품안전관리 인증기준(HACCP), 농산물우수관리(GAP), 친환경농산물 등 여러 기준이 생김에 강화되어 왔다. 현재 우리나라는 농산물 중 잔류농약 안전관리를 위해 식품의약품안전처^[1], 국립농산물품질관리원^[2]의 기준에 따라 기체크로마토그래프-질량분석기(GC-MS/MS), 액체크로마토그래프-질량분석기(LC-MS/MS)를 이용하여 검출 여부를 평가해오고 있다. 1995년도부터 WTO체제 출범으로 농산물 시장이 개방되었고, 안정성이 확보되지 않은 농산물은 수입을 제한하여 안전관리를 강화하고 있다. 농약 안전사용기준에 따라 재배한 농작물은 농약 잔류허용기준(MRL)에 의해 관리되지만, 등록되지 않은 농약의 경우에는 잔류허용 기준을 설정하기 어려운 실정이다. 이에 따라 국내 사용 등록 또는 잔류허용기준이 설정된 농약 이외에 등록되지 않은 농약은 원칙적으로 사용을 금지하는 제도인 농약 허용물질 목록 관리제도(Positive List System, PLS)을 시행하고 있으며, 이 제도는 일률 기준 (0.01 mg/kg)을 적용하고 있다.^[3]

현재 LCMS 시험법의 경우, 정해진 성분 목록에 따라 개별 성분의 최적화된 MRM 방법으로 분석을 하고 있기 때문에 등록되지 않은 농약 성분은 확인하기 어렵다. 이를 보완할 수 있는 방안으로 정확도 및 데이터 처리능력이 향상된 고분해능 질량분석기를 이용하는 방법이 있다. 이 뉴스레터는 시마즈의 Q-TOF 모델인 LCMS-9030 (그림 1)을 이용하여 스크리닝 및 라이브러리 기능들을 활용한 농약 분석법을 소개하고자 한다.

◆ 분석방법

이 방법은 식품 중 잔류농약 분석을 위해 최적화된 조건이며, 식품의약품안전처 및 국립농산물품질관리원의 농약 분석 항목에 적용할 수 있다.

Nexera LC 및 LCMS-9030 QTOF 시스템을 사용하였으며, Data Independent Acquisition (DIA)방법을 이용하였다. MS 질량범위는 140-925 Da, DIA-MS/MS 질량 범위는 65-925 Da으로 설정하였다. 선구이온(precursor ion)의 폭은 20 Da 차이를 두고, (m/z 550 이후부터는 35 Da 차이) 31개의 DIA-MS/MS 질량 스캔을 수행하여 총 주기 시간 (total cycle time) 0.875 초로 데이터를 수집하였다.

각 DIA-MS/MS 스캔 모드에서 선구이온(precursor ion)의 생성이온 (product ion)을 확인하기 위해 충돌 에너지 (collision energy)는 5-55V로 설정하였다. 분석 조건의 세부사항은 표 1에 나타내었다.

표 1. UHPLC-Q-TOF 분석 조건

Liquid Chromatography	
System	: Nexera™ X2
Column	: Restek Raptor Biphenyl (2.1x100 mm., 2.7 μm)
Mobile phase A	: 2 mM Ammonium formate, 0.004% Formic acid in water
Mobile phase B	: 2 mM Ammonium formate, 0.004% Formic acid in methanol
Flow rate	: 0.4 mL/min (0-11.5 min, 13.01-15 min) 0.6 mL/min (11.51-13 min)
Column temp.	: 35 °C
Injection volume	: 2 μL
Gradient (min)	: 3%B (0 min) - 10%B (1 min) - 55%B (3 min) 100%B (10.5-12.25 min) - 3%B (12.26-15 min)
Mass spectrometry	
System	: LCMS™-9030 (Q-TOF)
Interface	: Electrospray (ESI)
Interface voltage	: Positive 1.5 kV, Negative -1.5 kV
Data acquisition	: MS, DIA-MS/MS
Nebulizing gas	: 3 L/min
Drying gas	: 10 L/min
Heating gas	: 10 L/min
Interface temp.	: 300 °C
DL temp.	: 250 °C
Heat block temp.	: 400 °C
Collision energy	: 5-55 V (CE 30V, CE spread 25V)
CID gas	: 190 kPa



그림 1. LCMS™-9030 (Quadrupole Time-Of-Flight Mass Spectrometer)

◆ 결과

1) 크로마토그램

UHPLC-Q-TOF을 이용한 잔류농약 스크리닝 분석법은 2가지 시험법-식품의약품안전처 식품공전 기준 238종, 국립농산물 품질관리원 기준 226종에 적용하였으며, 0.01 mg/kg 농도 수준에서 전 성분 검출이 가능하였다. Q-TOF 스크리닝 분석법은 양/음의 이온화 방식에 따라 2개의 분석법으로 최적화하였으며, 각 크로마토그램을 그림 2에 나타내었다.

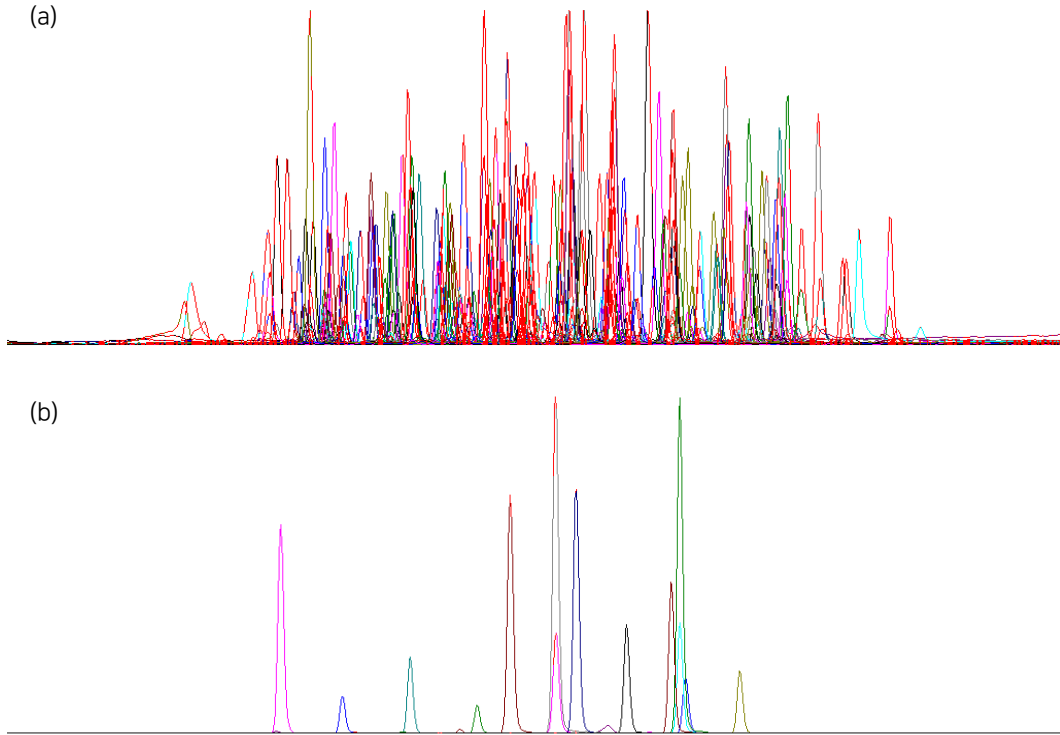


그림 2. DIA-MS/MS 분석법을 이용한 잔류농약 크로마토그램
식품의약품안전처 기준 성분, 농도: 0.01 mg/kg, (a) 양의 이온화 방식, (b) 음의 이온화 방식

2) 검정곡선

DIA-MS/MS 분석법은 정성분석 뿐만 아니라 정량분석도 가능하다. 검정곡선 작성을 위해 농약 표준혼합용액을 (0.002-0.2) mg/L 수준으로 조제하여 분석하였다. 그림 3에 일부 성분의 검정곡선을 나타내었다. 직선형 또는 2차 곡선 타입으로 적용하였으며, 결정계수 $r^2 > 0.99$ 이상으로 확인되었다.

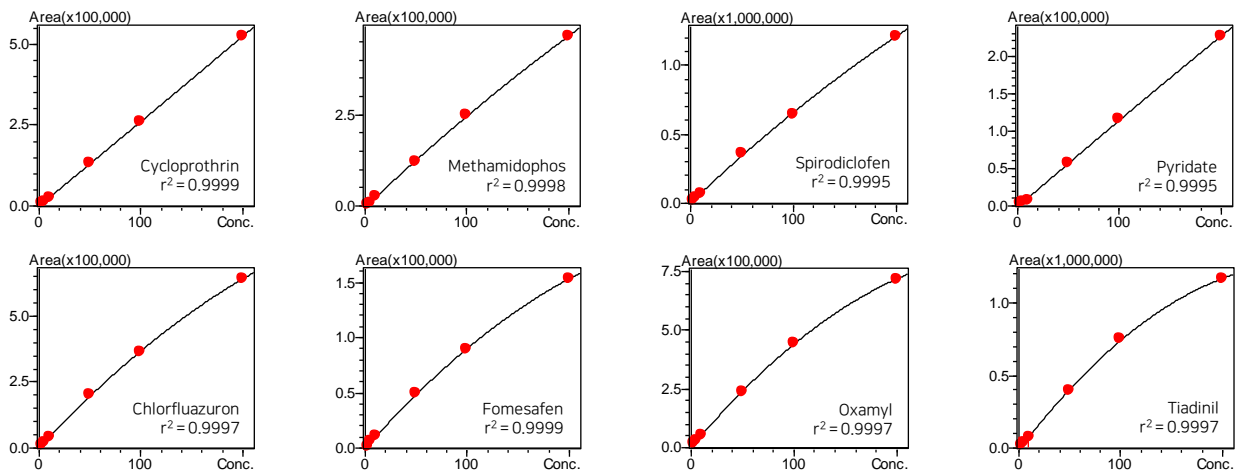


그림 3. DIA-MS/MS 분석법을 이용한 잔류농약의 검정곡선

3) 정확도

CODEX 가이드라인 CXG 90-2017 [4] 에 따라 잔류농약 분석 결과의 정확도를 평가하였다. 고분해능 Q-TOF 에서는 single stage precursor ion 한 개와 MS/MS product ion 한 개를 기준으로 하고 있으며, 정확도는 5 ppm 이하 ($m/z < 200$ 의 경우, 1 mDa 미만) 이어야 한다. 그림 4는 농약 성분 중 페림존(ferimzone)의 정확도를 나타내었다. 페림존의 Single stage precursor ion의 오차는 0.94 ppm (그림 4a), 주요 MS/MS product ion의 오차는 5 ppm 이하로 확인되었다 (그림 4b).

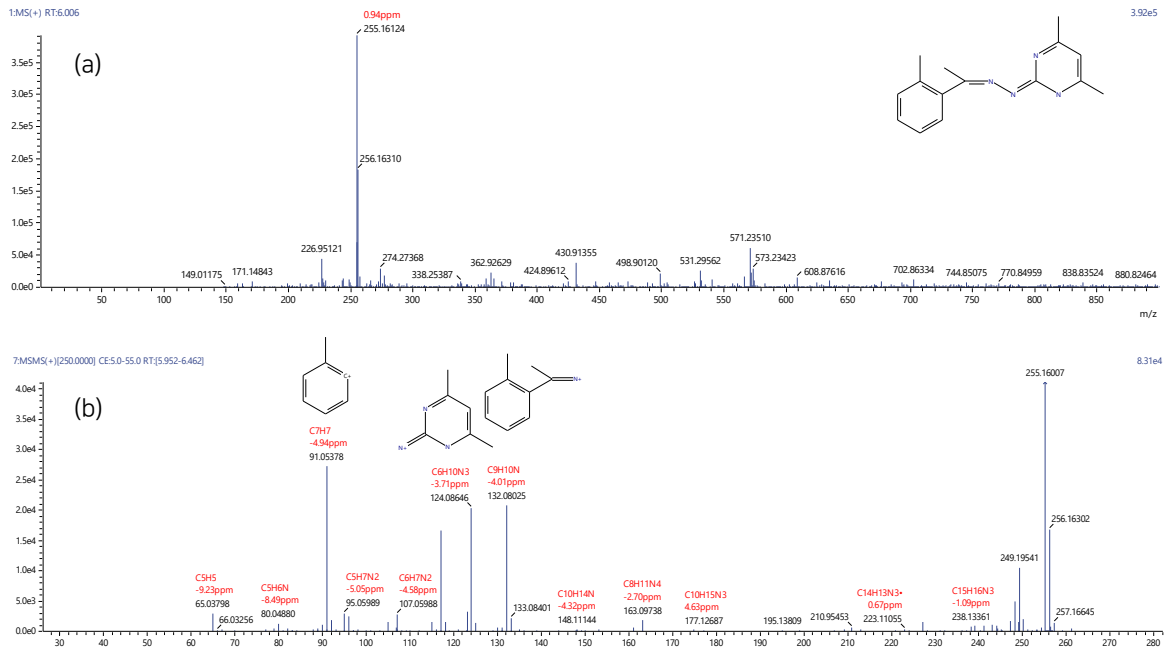


그림 4. 정확도 확인을 위한 MS & MS/MS Spectrum
(a) Single stage spectrum, (b) MS/MS Spectrum

4) 라이브러리 (Library)

미지 성분의 경우, 라이브러리 검색(library search) 기능을 활용하여 정성분석을 할 수 있다. 등록된 530여개의 농약 라이브러리와 미지 물질의 MS/MS 스펙트럼 패턴을 비교하여 유사도(Similarity Index)를 평가한다. 그림 5a 와 같이 유사도에 따른 후보 물질을 확인 할 수 있으며, 시료의 스펙트럼 (그림 5b)과 예상되는 물질의 스펙트럼 (그림 5c)을 비교할 수 있다. 식품의약품안전처 및 국립농산물품질관리원 기준에 따라 개발한 농약성분 리스트를 표 2에 정리하였다.

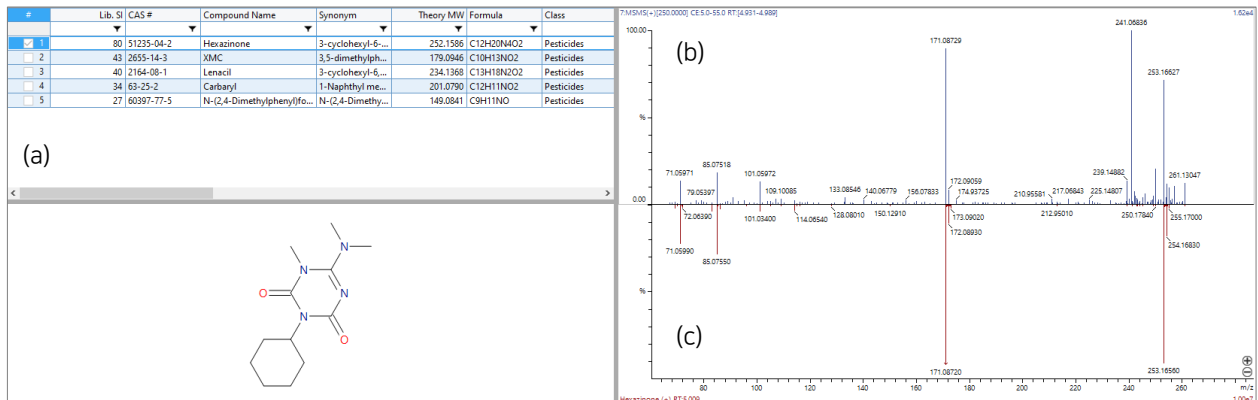


그림 5. 라이브러리 검색 기능을 이용한 정성분석
(a) 라이브러리 검색 결과, (b) 시료 스펙트럼, (c) 예상 물질의 스펙트럼

표 2. 라이브리리 목록 (식품의약품안전처 및 농산물품질관리원 기준 농약 성분)

NO.	Compound	Formula	Ionization	Precursor	MFDS	NAQS	NO.	Compound	Formula	Ionization	Precursor	MFDS	NAQS
1	Abamectin B1a	C48H72O14	M+NH4	890.5260	●	●	101	Flazasulfuron	C13H12F3N5O5S	M+H	408.0590	●	●
2	Acephate	C4H10NO3PS	M+H	184.0197	●	●	102	Flonicamid	C9H6F3NO	M+H	230.0541	●	●
3	Acequinocyl	C24H32O4	M+NH4	402.2639	●	●	103	Fluazinam	C13H4Cl2F6N4O4	M-H	462.9436	●	●
4	Acetamidprid	C10H11ClN4	M+H	223.0750	●	●	104	Flubendiamide	C23H22F7N2O4S	M-H	681.0155	●	●
5	Acibenzolar acid	C7H4N2O2S	M+H	178.9915	●	●	105	Fludioxonil	C12H6F2N2O2	M+NH4	266.0741	●	●
6	Acibenzolar-S-methyl	C8H6N2O2S2	M+H	211.0000	●	●	106	Flufenacet	C14H13F4N3O2S	M+H	364.0743	●	●
7	Aldicarb	C7H14N2O2S	M+NH4	208.1120	●	●	107	Flufenoxuron	C21H11ClF6N2O3	M-H	487.0284	●	●
8	Allethrin	C19H26O3	M+H	303.1960	●	●	108	Fluometuron	C10H11F3N2O	M+H	233.0902	●	●
9	Ametoctradin	C15H25N5	M+H	276.2188	●	●	109	Fluopicolide	C14H8Cl3F3N2O	M+H	382.9733	●	●
10	Amisulbrom	C13H13BrFN5O4S2	M+H	465.9649	●	●	110	Flupoxam	C19H14ClF5N4O2	M+H	461.0804	●	●
11	Amitraz	C19H23N3	M+H	294.1970	●	●	111	Flupyradifurone	C12H11ClF2N2O2	M+H	289.0555	●	●
12	Asulam	C8H10N2O4S	M+H	231.0440	●	●	112	Fluridone	C19H14F3NO	M+H	330.1106	●	●
13	Azamectin	C9H10ClN2O5PS	M+H	324.9815	●	●	113	Flusulfamide	C13H7Cl2F3N2O4S	M+H	412.9377	●	●
14	Azinphos-methyl	C10H11N3O3PS2	M+H	318.0136	●	●	114	Fluthiacet-methyl	C15H15ClFN3O3S2	M+H	404.0306	●	●
15	Azoxystrobin	C22H17N3O5	M+H	404.1246	●	●	115	Flutolanil	C17H16F3NO2	M+H	324.1211	●	●
16	Benalaxyl	C20H23NO3	M+H	326.1756	●	●	116	Flutriafol	C16H13F2N3O	M+H	302.1105	●	●
17	Bendiocarb	C11H13NO4	M+H	224.0923	●	●	117	Fluxametamide	C20H16Cl2F3N3O3	M+H	474.0599	●	●
18	Bensulide	C14H24NO4PS3	M+H	398.0683	●	●	118	Fomesafen	C15H10ClF3N2O6S	M+H	436.9822	●	●
19	Bentazone	C10H12N2O3S	M-H	239.0490	●	●	119	Foramsulfuron	C17H20N6O7S	M+H	453.1192	●	●
20	Benthiavalicarb-isopropyl	C18H24FN3O3S	M+H	382.1601	●	●	120	Forchlorfenuron	C12H10ClN3O	M+H	248.0591	●	●
21	Benzobicyclon	C22H19ClO4S2	M+H	447.0492	●	●	121	Fosthiazate	C9H18NO3PS2	M+H	284.0544	●	●
22	Benzoximate	C18H18ClNO5	M+H	364.0952	●	●	122	Furathiocarb	C18H26N2O5S	M+H	383.1641	●	●
23	Benzyladenine	C12H11N5	M-H	224.0936	●	●	123	Gibberellic acid	C19H22O6	M-H	345.1338	●	●
24	Bioresmethrin	C22H26O3	M+H	339.1960	●	●	124	Halosulfuron-methyl	C13H15ClN6O7S	M+H	435.0490	●	●
25	Bispyribac-Sodium	C19H17N4NaO8	M+H	453.1022	●	●	125	Haloxyfop	C15H11ClF3NO4	M+H	362.0407	●	●
26	Bistrifluron	C16H7ClF8N2O2	M-H	444.9990	●	●	126	HEMA	C9H13NO	M+H	152.1075	●	●
27	Bitertanol	C20H23N3O2	M+H	338.1869	●	●	127	Hexaconazole	C14H17Cl2N3O	M+H	314.0827	●	●
28	Bixafen	C18H12Cl2F3N3O	M+H	414.0388	●	●	128	Hexaflumuron	C16H8Cl2F6N2O3	M-H	458.9738	●	●
29	Bromacil	C9H13BrN2O2	M+H	261.0239	●	●	129	Hexazinone	C12H20N4O2	M+H	253.1665	●	●
30	Butocarboxim	C7H11AN2O2S	M+Na	213.0674	●	●	130	Imazalil	C14H14Cl2N2O	M+H	297.0561	●	●
31	Cafenstrole	C16H22N4O3S	M+H	351.1491	●	●	131	Imibenconazole	C17H13Cl3N4S	M+H	411.0005	●	●
32	Carbaryl	C12H11NO2	M+H	202.0868	●	●	132	Imicyafos	C11H21N4O2PS	M+H	305.1201	●	●
33	Carbendazim	C9H9N3O2	M+H	192.0773	●	●	133	Imidacloprid	C9H10ClN3O	M+H	256.0601	●	●
34	Carbetamide	C12H16N2O3	M+H	237.1239	●	●	134	Inabenfide	C19H15ClN2O2	M+H	339.0900	●	●
35	Carbofuran	C12H15NO3	M+H	222.1130	●	●	135	Indaziflam	C16H20FN5	M+H	302.1781	●	●
36	Carbofuran-3-hydroxy	C12H15NO4	M+H	238.1079	●	●	136	Ipfencarbazone	C18H14Cl2F2N4O2	M+H	427.0540	●	●
37	Carpropamid	C15H18Cl3NO	M+H	334.0532	●	●	137	Iprovalicarb	C18H28N2O3	M+H	321.2178	●	●
38	Carpropamide	C15H18Cl3NO	M+H	334.0532	●	●	138	Isoproturon	C12H18N2O	M+H	207.1497	●	●
39	Chlorantraniliprole	C18H14BrCl2N5O2	M+H	481.9786	●	●	139	Isoxaben	C18H24N2O4	M+H	333.1814	●	●
40	Chlorfenvinphos	C12H14Cl3O4P	M+H	358.9774	●	●	140	Isoxathion	C13H16NO4PS	M+H	314.0616	●	●
41	Chlorfluazuron	C20H9Cl3F5N3O3	M+H	539.9708	●	●	141	KIE-9749	C18H20ClN3O3	M+H	362.1271	●	●
42	Chloridazone	C10H8ClN3O	M+H	222.0434	●	●	142	Lenacil	C13H18N2O2	M+H	235.1447	●	●
43	Chlorobenzuron	C14H10Cl2N2O2	M+H	309.0198	●	●	143	Lepimectin A3	C40H51NO10	M+Na	728.3411	●	●
44	Chlorotoluron	C10H13ClN2O	M+H	213.0795	●	●	144	Lepimectin A4	C41H53NO10	M+Na	742.3567	●	●
45	Chloroxuron	C15H15ClN2O2	M+H	291.0900	●	●	145	Linuron	C9H10Cl2N2O2	M+H	249.0198	●	●
46	Chromafenozide	C24H30N2O3	M+H	395.2335	●	●	146	Lufenuron	C17H8Cl2F8N2O3	M-H	508.9706	●	●
47	Clethodim	C17H26ClNO3S	M+H	360.1400	●	●	147	Malaoxon	C10H19O7PS	M+H	315.0667	●	●
48	Clethodim sulfone	C17H26ClNO5S	M+H	392.1298	●	●	148	Malathion	C10H19O6PS2	M+H	331.0439	●	●
49	Clethodim sulfoxide	C17H26ClNO4S	M+H	376.1349	●	●	149	Mandestrobin	C19H23NO3	M+H	314.1756	●	●
50	Clofentazine	C14H8Cl2N4	M+H	303.0204	●	●	150	Mandipropamid	C23H22ClN4O	M+H	412.1316	●	●
51	Clomeprop	C16H15Cl2N2O2	M+H	324.0558	●	●	151	Mecarbam	C10H20NO5PS2	M+H	330.0599	●	●
52	Clothianidin	C6H8ClN5O2S	M+H	250.0166	●	●	152	Mecoprop-P	C10H11ClO3	M-H	213.0318	●	●
53	Crotoxyphos	C14H19O6P	M+NH4	332.1257	●	●	153	Mefenacet	C16H14N2O2S	M+H	299.0854	●	●
54	Cruformate	C12H19ClNO3P	M+H	292.0869	●	●	154	Mefentriflumconazole	C18H15ClF3N3O2	M+H	398.0883	●	●
55	Cyanazine	C9H13ClN6	M+H	241.0968	●	●	155	Mephofofolan	C8H16NO3PS2	M+H	270.0388	●	●
56	Cyantraniliprole	C19H14BrClN6O2	M+H	473.0128	●	●	156	Mesotrione	C14H13NO7S	M+H	340.0491	●	●
57	Cyazofamid	C13H13ClN4O2S	M+H	325.0526	●	●	157	Metaflumizone	C24H16F6N4O2	M+H	507.1256	●	●
58	Cyclaniliprole	C21H17Br2Cl2N5O2	M+H	599.9204	●	●	158	Metamifop	C23H18ClFN2O4	M+H	441.1017	●	●
59	Cycloate	C11H12NOS	M+H	216.1422	●	●	159	Metamitron	C10H10NO4	M+H	203.0933	●	●
60	Cycloprothrin	C26H21Cl2NO4	M+NH4	499.1191	●	●	160	Metconazole	C17H22ClN3O	M+H	320.1530	●	●
61	Cyclosulfamuron	C17H19N5O6S	M+H	422.1134	●	●	161	Methabenzthiazuron	C10H11N3O5	M+H	222.0701	●	●
62	Cyenoxyprafen	C24H31N3O2	M+H	394.2495	●	●	162	Methamidophos	C2H8NO2PS	M+H	142.0092	●	●
63	Cyflumetofen	C24H24F3NO4	M+NH4	465.1995	●	●	163	Methiocarb	C11H15NO2S	M+H	226.0902	●	●
64	Cymoxanil	C7H10N4O3	M+H	199.0831	●	●	164	Methomyl	C5H10N2O2S	M+H	163.0541	●	●
65	Cyproconazole	C15H18ClN3O	M+H	292.1217	●	●	165	Methoxyfenozide	C22H28N2O3	M+H	369.2178	●	●
66	Cyromazine	C6H10N6	M+H	167.1045	●	●	166	Metobromuron	C9H11BrN2O2	M+H	259.0082	●	●
67	Daimuron	C17H20N2O	M+H	269.1654	●	●	167	Metolcarb (MTMC)	C9H11NO2	M+H	166.0868	●	●
68	Demeton-S	C8H19O3PS2	M+H	259.0592	●	●	168	Metominostrobin	C16H16N2O3	M+H	285.1239	●	●
69	Demeton-S-Methyl	C6H15O3PS2	M+H	231.0279	●	●	169	Metrafenone	C19H21BrO5	M+H	409.0651	●	●
70	Demeton-S-methyl-sulfone	C6H15O5PS2	M+H	263.0177	●	●	170	Mevinphos	C7H13O6P	M+H	225.0528	●	●
71	Demeton-S-sulfoxide	C8H19O5PS2	M+H	291.0490	●	●	171	Milbectin A3	C31H44O7	M+H+H2O	511.3060	●	●
72	Demeton-S-sulfoxide	C8H19O4PS2	M+H	275.0541	●	●	172	Milbemectin A4	C32H46O7	M+H+H2O	525.3216	●	●
73	Dichlorvos	C4H7Cl2O4P	M+H	220.9537	●	●	173	Monocrotophos	C7H14NO5P	M+H	224.0688	●	●
74	Diclosulam	C13H10Cl2FN5O3S	M+H	405.9944	●	●	174	Napropamide	C17H21NO2	M+H	272.1651	●	●
75	Diflubenzuron	C14H9ClF2N2O2	M+H	311.0399	●	●	175	Neburon	C12H16Cl2N2O	M+H	275.0718	●	●
76	Dimethoate	C5H12NO3PS2	M+H	230.0075	●	●	176	Nicosulfuron	C15H18N6O6S	M+H	411.1087	●	●
77	Dinotefuran	C7H14N4O3	M+H	203.1144	●	●	177	Nitenpyram	C11H15ClN4O2	M+H	271.0962	●	●
78	Disulfoton	C8H19O2PS3	M+H	275.0363	●	●	178	Norea(Noruron)	C13H22N2O	M+H	223.1810	●	●
79	Disulfoton sulfone	C8H19O4PS3	M+H	307.0261	●	●	179	Norflurazon	C12H9ClF3N3O	M+H	304.0464	●	●
80	Disulfoton sulfoxide	C8H19O3PS3	M+H	291.0312	●	●	180	Novaluron	C17H9ClF8N2O4	M-H	491.0045	●	●
81	Diuron	C9H10Cl2N2O	M+H	233.0248	●	●	181	Oflurace	C14H16ClNO3	M+H	282.0897	●	●
82	Dodine	C15H33N3O2	M+H	228.2434	●	●	182	Omethoate	C5H12NO4PS	M+H	214.0303	●	●
83	Emamectin B1a	C49H75NO13	M+H	886.5317	●	●	183	Orthosulfamuron	C16H20N6O6S	M+H	425.1243	●	●
84	Esprocarb	C15H23NO5	M+H	266.1579	●	●	184	Oryzastrobil	C18H25N5O5	M+H	392.1934	●	●
85	Ethaboxam(EBX)	C14H16N4O5S2	M+H	321.0844	●	●	185	Oryzalin	C12H18N4O6S	M-H	345.0869	●	●
86	Ethiofencarb	C11H15NO2S	M+H	226.0902	●	●	186	Oxadiazyl	C15H14Cl2N2O3	M+H	341.0460	●	●
87	Etofenprox	C25H28O3	M+NH4	394.2382	●	●	187	Oxamyl	C7H13N3O3S	M+NH4	237.1021	●	●
88	Etrinfos	C10H11N2O4PS	M+H	293.0725	●	●	188	Oxamyl oxime	C5H10N2O2S	M+H	163.0541	●	●
89	Famoxadone	C22H18N2O4	M+NH4	392.1610	●	●	189	Oxathiapiprolin	C24H22F5N5O2S	M+H	540.1493	●	●
90	Fenamidphos	C13H22NO3PS	M+H	304.1136	●	●	190	Oxaziclonemefone	C20H19Cl2N2O2	M+H	376.0871	●	●
91	Fenamidphos-sulfone	C13H22NO5PS	M+H	336.1035	●	●	191	Oxycarboxin	C12H13NO4S	M+H	268.0644	●	●
92	Fenamidphos-sulfoxide	C13H22NO4PS	M+H	320.1085	●	●	192	Oxydemeton-methyl	C6H15O4PS2	M+H	247.0288	●	●
93	Fenazaquin	C20H22N2O	M+H	307.1810	●	●	193	Pebutate	C10H21NO5	M+H	204.1422		

NO.	Compound	Formula	Ionization	Precursor	MFDS	NAQS
201	Phorate oxon sulfoxide	C7H17O4PS2	M+H	261.0384	●	●
202	Phorate-sulfone	C7H17O4PS3	M+H	293.0105	●	●
203	Phorate-sulfoxide	C7H17O3PS3	M+H	277.0156	●	●
204	Phosfolan	C7H14NO3PS2	M+H	256.0231	●	●
205	Phoxim	C12H15N2O3PS	M+H	299.0619	●	●
206	Picarbutrazox	C20H23N7O3	M+H	410.1941	●	●
207	Picolinafen	C19H12F4N2O2	M+H	377.0913	●	●
208	Piperophos	C14H28NO3PS2	M+H	354.1327	●	●
209	Probenazole	C10H9NO3S	M+H	224.0381	●	●
210	Prochloraz Metabolite BTS44595	C12H15Cl3N2O2	M+H	325.0277	●	●
211	Prochloraz Metabolite BTS44596	C13H15Cl3N2O3	M+H	353.0227	●	●
212	Promecarb	C12H17N02	M+H	208.1338	●	●
213	Propamocarb	C9H20N2O2	M+H	189.1603	●	●
214	Propaquizafop	C22H22ClN3O5	M+H	444.1326	●	●
215	Propargite	C19H26O4S	M+NH4	368.1896	●	●
216	Propoxur	C11H15NO3	M+H	210.1130	●	●
217	Propylsulfuron	C16H18ClN7O5S	M+H	456.0857	●	●
218	Proquinazid	C14H17N2O2	M+H	373.0413	●	●
219	Prosulfocarb	C14H21N0S	M+H	252.1422	●	●
220	Pydiflumetofen	C16H16Cl3F2N3O2	M+H	426.0354	●	●
221	Pyflubumide	C25H31F6N3O3	M+H	536.2348	●	●
222	Pyflubumide-NH	C21H25F6N3O2	M+H	466.1929	●	●
223	Pymetrozine	C10H11N5O	M+H	218.1042	●	●
224	Pyraclonil	C15H15ClN6	M+H	315.1125	●	●
225	Pyraclostrobin	C19H18ClN3O4	M+H	388.1064	●	●
226	Pyraziflumid	C18H10F5N3O	M+H	380.0822	●	●
227	Pyrazolate	C19H16Cl2N2O4S	M+H	439.0286	●	●
228	Pyrazolynate	C19H16Cl2N2O4S	M+H	439.0286	●	●
229	Pyrazosulfuron-ethyl	C14H18N6O7S	M+H	415.1036	●	●
230	Pyrazoxyfen	C20H16Cl2N2O3	M+H	403.0616	●	●
231	Pyribencarb	C18H20ClN3O3	M+H	362.1271	●	●
232	Pyribenzoxim	C32H27N5O8	M+H	610.1938	●	●
233	Pyributicarb	C18H22ClN2O2S	M+H	331.1480	●	●
234	Pyridaben	C19H25ClN2O5	M+H	365.1454	●	●
235	Pyridaphenthion	C14H17N2O4PS	M+H	341.0725	●	●
236	Pyridate	C19H23ClN2O2S	M+H	379.1247	●	●
237	Pyrifluquinazon	C19H15F7N4O2	M+H	465.1161	●	●
238	Pyrimidifen	C20H28ClN3O2	M+H	378.1948	●	●
239	Pyrimisulfan	C16H19F2ClN3O6S	M+H	420.1041	●	●
240	Pyriofenone	C18H20ClN5O	M+H	366.1108	●	●
241	Pyriproxyfen	C20H19NO3	M+H	322.1443	●	●
242	Pyroquilon	C11H11NO	M+H	174.0919	●	●
243	Quinoclamine	C10H6ClN2O	M+H	208.0165	●	●
244	Resmethrin	C22H26O3	M+H	339.1960	●	●
245	Saflufenacil	C17H17ClF4N4O5S	M+H	501.0623	●	●
246	Secbumeton	C10H19N5O	M+H	226.1668	●	●
247	Sedaxane	C18H19F2N3O	M+H	332.1574	●	●
248	Sethoxydim	C17H29NO3S	M+H	328.1946	●	●
249	Simazine	C7H12ClN5	M+H	202.0859	●	●
250	Spinetoram (J)	C42H69NO10	M+H	748.5000	●	●
251	Spinetoram (L)	C43H69NO10	M+H	760.5000	●	●
252	Spinosyn A	C41H65NO10	M+H	732.4687	●	●
253	Spinosyn D	C42H67NO10	M+H	746.4843	●	●
254	Spirodiclofen	C21H24Cl2O4	M+H	411.1130	●	●
255	Spirotetramat	C21H27NO5	M+H	374.1967	●	●
256	Spirotetramat-enol	C18H23NO3	M+H	302.1756	●	●
257	Sulfentrazone	C11H10Cl2F2N4O3S	M+H	386.9897	●	●
258	Sulfoxaflor	C10H10F3N3O5	M+H	278.0575	●	●
259	Sulprofos	C12H19O2PS3	M+H	323.0363	●	●
260	Tebufenozide	C22H28N2O2	M+H	353.2229	●	●
261	Tebufloquin	C17H20FN2O	M+H	290.1556	●	●
262	Tebufloquin M1	C15H18FN2O	M+H	248.1451	●	●
263	Tebuthiuron	C9H16N4O5	M+H	229.1123	●	●
264	Teflubenzuron	C14H6Cl2F4N2O2	M+H	378.9664	●	●
265	Tefuryltrione	C20H23ClO7S	M+NH4	460.1191	●	●
266	Tepaloxymid	C17H24ClNO4	M+H	342.1472	●	●
267	Terbufos	C9H21O2PS3	M+H	289.0520	●	●
268	Terbufos oxon	C9H21O3PS2	M+H	273.0748	●	●
269	Terbufos oxon sulfone	C9H21O5PS2	M+H	305.0646	●	●
270	Terbufos oxon sulfoxide	C9H21O4PS2	M+H	289.0697	●	●
271	Terbufos sulfone	C9H21O4PS3	M+H	321.0418	●	●
272	Terbufos sulfoxide	C9H21O3PS3	M+H	305.0469	●	●
273	Terbuthylazine	C9H16ClN5	M+H	230.1172	●	●
274	Tetraniliprole	C22H16ClF3N10O2	M+H	543.1020	●	●
275	Thenylchlor	C16H18ClNO2S	M+H	324.0825	●	●
276	Thiabendazole	C10H7N3S	M+H	202.0439	●	●
277	Thiacloprid	C10H9ClN4S	M+H	253.0315	●	●
278	Thiamethoxam	C8H10ClN5O3S	M+H	292.0271	●	●
279	Thiazopyr	C16H17F5N2O2S	M+H	397.1009	●	●
280	Thidiazuron	C9H8N4O5	M+H	221.0497	●	●
281	Thiobencarb	C12H16ClN5O	M+H	258.0719	●	●
282	Thiodicarb	C10H18N4O4S3	M+H	355.0568	●	●
283	Thiophanate-methyl	C12H14N4O4S2	M+H	343.0535	●	●
284	Tiadinil	C11H10ClN3O5	M+H	266.0155	●	●

NO.	Compound	Formula	Ionization	Precursor	MFDS	NAQS
285	Tolfenpyrad	C21H22ClN3O2	M+H	384.1479	●	●
286	Triafamone	C14H13F3N4O5S	M+H	407.0637	●	●
287	Triazamate	C13H22N4O3S	M+H	315.1491	●	●
288	Tribufos	C12H27O2PS3	M+H	315.1040	●	●
289	Trichlorfon	C4H8Cl3O4P	M+H	256.9304	●	●
290	Triclopyr	C7H4Cl3N3O3	M+H	253.9179	●	●
291	Tricyclazole	C9H7N3S	M+H	190.0439	●	●
292	Trifloxysulfuron	C14H14F3N5O6S	M+H	438.0695	●	●
293	Triflumuron	C15H10ClF3N2O3	M+H	359.0410	●	●
294	Triflorine	C10H14Cl6N4O2	M+H	432.9321	●	●
295	Trimethacarb	C11H15NO2	M+H	194.1181	●	●
296	Trinexapac	C11H12O5	M+H	225.0763	●	●
297	Trinexapac-ethyl	C13H16O5	M+H	253.1076	●	●
298	Triticonazole	C17H20ClN3O	M+H	318.1373	●	●
299	TZ-1E	C20H23N7O3	M+H	410.1941	●	●
300	Uniconazole	C15H18ClN3O	M+H	292.1217	●	●
301	Valifenalate	C19H27ClN2O5	M+H	399.1687	●	●
302	Vamidothion	C8H18NO4PS2	M+H	288.0493	●	●
303	Vernolate	C10H21NO5	M+H	204.1422	●	●
304	XMC	C10H13NO2	M+H	180.1025	●	●

◆ 결론

시마즈 LCMS-9030 Q-TOF를 이용하여 잔류농약 다성분 스크리닝 분석법을 확립하였다. 현재, 우리나라에서 고시된 식품의약품안전처, 국립농산물품질관리원 기준에 해당하는 농약성분을 각각 적용하였으며, 농약 허용물질목록 관리제도(PLS)의 기준 (0.01 mg/kg)에서 분석이 가능하였다. CODEX 가이드라인 CXG 90-2017에 따라 LCMS-9030 Q-TOF의 정확도는 5 ppm 이하로 만족하였다. 또한, 보유하고 있는 530여종의 농약 라이브러리를 이용하여 라이브러리 검색기능을 활용한 정성분석이 가능하다.

◆ 참고문헌

- [1] 식품의약품안전처 고시 제 2021-97호
식품공전 7.1.2.2 다성분 시험법-제2법
- [2] 국립농산물품질관리원 공고 제2021-158호
농산물 잔류농약 다성분 분석방법 (464종)
- [3] 농림축산식품부, 농약허용기준강화제도(PLS)
<https://www.mafra.go.kr/PLS>
- [4] CODEX Guidelines CXG 90-2017

