

## HPLC를 이용한 Isoproturon, Phenmedipham, Pyridate 및 Nitenpyram 4종 성분의 잔류농약 분석법 개발

양성용<sup>1</sup> · 구윤창<sup>1</sup> · Zeng Wang<sup>1</sup> · 허 경<sup>2</sup> · 김형국<sup>2</sup> · 안은미<sup>3</sup> · 신한승<sup>3</sup> · 이진원<sup>4</sup> · 이광원<sup>1†</sup>

<sup>1</sup>고려대학교 생명과학대학 식품공학부, <sup>2</sup>농협 식품안전 연구원

<sup>3</sup>동국대학교 바이오시스템대학 식품생명공학과, <sup>4</sup>한경대학교 식품생물공학과

### Analysis of Four Pesticides, Isoproturon, Phenmedipham, Pyridate and Nitenpyram Residues by High-Performance Liquid Chromatography with Diode-Array Detector

Sung-Yong Yang<sup>1</sup>, Yun-Chang Koo<sup>1</sup>, Zeng Wang<sup>1</sup>, Kyeong Heo<sup>2</sup>, Hyeongkook Kim<sup>2</sup>,  
Eun-Mi An<sup>3</sup>, Han-Seung Shin<sup>3</sup>, Jin-Won Lee<sup>4</sup> and Kwang-Won Lee<sup>1†</sup>

<sup>1</sup>Division of Food Bioscience & Technology, College of Life Sciences & Biotechnology,  
Korea University, Seoul 136-701, Korea

<sup>2</sup>Nonghyup Food Safety Research Institute, Seoul 137-130, Korea

<sup>3</sup>Dept. of Food Science and Technology, Dongguk University, Seoul 100-715, Korea

<sup>4</sup>Dept. of Food Biotechnology, Hankyong National University, Gyeonggi 456-749, Korea

#### Abstract

A method for the determination of four pesticide compounds, urea (isoproturon), bis-carbamate (phenmedipham), thiocarbamate (pyridate) and vinylidenediamine (nitenpyram) were examined and analyzed by HPLC with C-18 column (250 mm×4.6 mm, 5 μm diameter particle size). Mobile phase consisted of deionized water, acetonitrile and 50 mM KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> (pH 2.5). Isoproturon and phenmedipham analytical condition was isocratic elution of the column with 50% solvent A (acetonitrile) and 50% solvent B (deionized water); pyridate was 85% solvent A (acetonitrile) and 15% solvent B (deionized water) at a flow rate of 1 mL/min; and nitenpyram analytical condition was 90% solvent A (50 mM KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>, pH 2.5) and 10% solvent B (acetonitrile) at a flow rate of 1 mL/min. In results, retention times were 6.12, 8.63, 9.40 and 12.76 min for isoproturon, phenmedipham, pyridate and nitenpyram, respectively. All injection volumes were 10 μL and the limit of quantitation was 0.05 mg/kg for four pesticide compounds, respectively. Recovery rate test was performed with three farm products, rice, apple and soybean. Four pesticide compounds were spiked at concentrations of 0.05, 0.1 and 0.5 mg/kg. The recovery rates were ranged from 70.18% to 118.08% and the standard deviations of all experiments were within 10%.

**Key words:** pesticide, residue, analysis, HPLC, isoproturon, phenmedipham, pyridate, nitenpyram

#### 서 론

우리나라에 농약이 소개된 이후 초기에는 사용량이 미미하였으나 효과가 입증이 되면서 소비가 증가하였고 최근 현대 농업에서는 농산물의 증산 및 품질향상을 위해 필수영양소재로 자리매김하였다. 농작물에 살포된 농약은 태양광, 미생물 등에 의해 분해되지만 미량이 식물체에 잔류하게 되어 농약에 대한 위해성이 대두되고 있으며 농약의 잔류 양상은 물리화학적 특징, 농약의 제형, 살포 방법 및 기상 조건 등 다양한 요인에 의해 결정된다(1,2). 따라서 농약을 효율적으로 사용함으로써 생산성향상을 이루며 안전한 농산물 생산

및 유통을 이뤄야 하는 과제를 안고 있다(3). 이에 따라 현재 각 국가는 농약 성분에 대해 농산물에 잔류할 수 있는 최대 잔류허용기준을 마련하여 법적으로 제한하는 등의 노력을 하고 있다.

Bis-carbamate계 농약은 제초제, 살충제, 곰팡이 살균제로 사용되고 있으며, 제초제는 인체에 독성이 적고 토양에 잔류할 경우 반감기가 짧은 것이 특징이다. 또한 살충제의 경우 종 특이성이 높아 우리나라에서는 멸구류, 매미 총류의 방제에 사용되고 있다(4,5).

Urea계 제초제는 1951년 Du Pont사에서 개발한 이래 다양한 제초제가 사용되고 있으며 인체에 대한 독성 및 토양

†Corresponding author. E-mail: kwangwon@korea.ac.kr  
Phone: 82-2-3290-3027, Fax: 82-2-925-1970

잔류성이 낮다. 식물세포에만 주로 작용하며 환경에 미치는 영향이 적어 안전한 농약으로 분류되고 있다(6,7).

Thiocarbamate계 제초제는 carbamate와 thiol의 ester 결합 화합물로 일반적으로 벼 속에 대한 살초활성이 약하므로 벼농사용으로 널리 사용되고 있다. 이는 생분해되는 능력이 뛰어나기 때문에 식물의 성장에서 유기 염소의 대체물로 널리 사용되고 있다(8).

Vinylidenediamine계 농약은 주로 살충제로 사용되고 있으며, 특히 nitenpyram의 경우 일본 살충제 시장의 패턴을 바꾸어 농을 정도로 높은 시장 점유율을 보였으며 잔류허용기준도 설정되어있다(9,10). 최근 중국도 허가되었으나 우리나라는 허용되지 않았기 때문에 잔류허용기준 설정의 필요성이 대두되고 있다.

우리나라는 대표적인 농산물 수입국으로 WTO 체제 이후 빠르게 농산물 수입이 증가하고 있다. 특히 최근 중국산 농산물의 수입이 급증하여 현재 수입농산물 중 최대 점유율을 차지하고 있는 실정이다. 농산물의 효율적인 안전 관리가 이루어지는 유럽의 경우 총 502종의 농약 성분에 대한 최대 잔류허용기준(Maximum Residue Limit; MRL)을 설정하고 있으며, 특히 주요 대표 농산물을 10개 군으로 분류하고 39개 세부 군으로 나누어 각 군별 최대잔류허용기준을 설정하여 농산물 관리를 하고 있다. 하지만 현재 우리나라는 농산물에 대해 총 419종의 농약성분에 대한 최대잔류허용기준을 설정하고 있고 주요 농산물별 잔류허용기준 설정도 미흡한 실정이다. 특히 우리나라에서 사용 등록되지 않은 22종의 농약이 중국에서 사용되고 있기 때문에 이에 대한 분석법 및 잔류농약 기준 설정이 시급한 실정이다(11).

본 연구에서는 이들 22종의 농약 성분들 중에서 bis-carbamate계(phenmedipham), urea계(isoproturon), thiocarbamate계(pyridate) 및 vinylidenediamine계(nitenpyram) 4종에 대하여 HPLC를 이용한 분석조건을 확립하고자 한다(12).

## 재료 및 방법

### 재료 및 시약

4종류의 농약 표준품은 Dr. Ehrenstorfer(Augsbug, Germany)의 제품을 사용하였다. 표준품은 acetonitrile에 각각 100 mg/kg으로 용해하여 냉동보관하며 사용하였다. HPLC

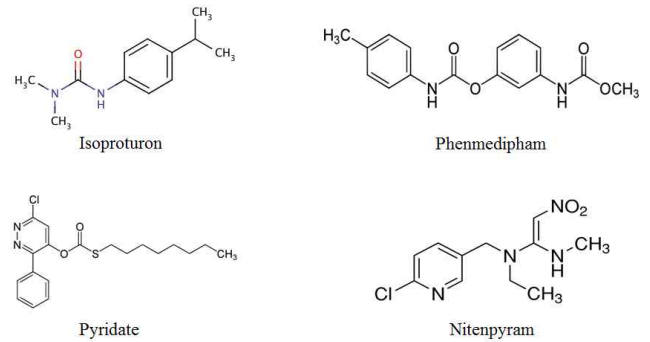


Fig. 1. Structure of isoproturon, phenmedipham, pyridate, nitenpyram pesticide.

분석 및 잔류농약 추출에 사용한 용매인 acetonitrile, hexane, methanol 등은 Honeywell(New Jersey, USA)의 제품을 사용하였고, monopotassium phosphate는 Sigma(Missouri, USA), phosphoric acid는 Showa Chemical(Tokyo, Japan), formic acid는 Junsei chemical(Tokyo, Japan)의 제품을 사용하였으며, 표준품은 Fig. 1에 나타내었다. 물과 유기용매의 극성차를 높여 분리가 용이하게 하기 위한 NaCl은 Kanto chemicals(Tokyo, Japan) 제품을 사용하였다. Solid phase extraction 중 aminopropyl 카트리지는 Varian(California, USA) 제품을, C-18 카트리지는 Phenomenex(California, USA) 제품을, florisil 카트리지는 Waters(Massachusetts, USA) 제품을 사용하였다. 회수율 실험을 위한 쌀, 사과 및 대두는 농협 하나로 마트에서 무농약 제품을 구매하였다.

### 분석 기기와 조건

Diode-array detector와 autosampler가 장착된 Varian HPLC system(California, USA)을 사용하였다. 분석용 칼럼은 Shiseido사의 Capcellpak UG120(C<sub>18</sub>, 4.6 mm×250 mm, 5 μm)을 사용하였다. 분석에 사용한 용매는 isoproturon, phenmedipham은 acetonitrile과 탈염정제수를 50:50으로 섞어서 사용하였으며, pyridate는 acetonitrile과 탈염정제수를 85:15로, nitenpyram은 phosphoric acid를 이용하여 pH 2.5로 맞춘 50 mM KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>와 acetonitrile을 90:10으로 섞어 유속 1 mL/min의 isocratic 조건이며, Table 1에 정리하였다.

Table 1. The analytical conditions of HPLC

Detector	Diode-array detector	
Column	Shiseido Capcellpak UG120, C <sub>18</sub> , 4.6 mm×250 mm, 5 μm	
Mobile phase	Isoproturon, Phenmedipham	Isocratic, acetonitrile/D.W (55/45, v/v)
	Pyridate	Isocratic, acetonitrile/D.W (85/15, v/v)
	Nitenpyram	Isocratic, 50 mM KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> buffer, pH 2.5 (adjusted with phosphoric acid) / acetonitrile (90/10, v/v)
Flow rate	1.0 mL/min	
Wavelength	240 nm (Isoproturon, Phenmedipham), 210 nm (Pyridate, Nitenpyram)	
Injection volume	10 μL	

**Table 2. The analytical conditions of LC-MS (isoproturon, phenmedipham)**

LC conditions			
Column	Agilent Eclipse XDB-C <sub>18</sub> , 2.1 mm×100 mm, 3.5 μm		
Column oven temp.	30°C		
Mobile phase	Solvent A: 0.1% formic acid in H <sub>2</sub> O Solvent B: acetonitrile		
	Time (min)	% of solvent A	% of solvent B
	0	95	5
	0.5	95	5
	7.0	5	95
	9.0	5	95
Flow rate	0.3 mL/min		
Injection volume	0.5 μL		
MS conditions			
Mode	ESI (positive)		
Gas temp.	350°C		
Gas flow	8 L/min		
Nebulizer	45 psi		
Capillary	4000 V		
Fragmentor voltage	70 V, 100 V		

#### 정량한계 결정시험

100 mg/kg으로 만든 stock solution을 각각 0.05, 0.1, 0.5 및 1 mg/kg 농도로 희석한 후 HPLC를 이용하여 분석하여 표준곡선을 얻었다. 각 농도별 peak의 S/N비를 구하여 그 비율이 10이 될 때 정량한계(limits of quantitation; LOQ, S/N=10)를 계산하였다(13).

#### 확인시험(LC/MS)

본 연구를 통해 확립된 분석법의 신뢰성을 확보하기 위해 LC-MS를 통한 재확인을 수행하였다. Agilent G6410A Triple Quadrupole mass spectrometer(California, USA)가 장착된 Agilent 1200 Series LC system을 사용하였다. 분석에 사용한 칼럼은 Agilent Eclipse XDB-C<sub>18</sub>(2.1 mm×100 mm, 3.5 μm)이며, 분석에 사용한 용매 조건과 MS 조건은 Table 2~4에 요약하였다.

#### 회수율 측정

회수율 측정 실험은 식품공전 잔류농약 분석법 실무 해설서를 참조하였다(14). 지방성 농산물인 콩의 경우 검체(약 1 kg을 표준체 420 μm를 통과하도록 분쇄한 25 g)를 정밀히 달아 균질기 용기에 넣고 탈염정제수 25 mL를 가하여 10분간 정치한다. Acetonitrile 100 mL를 넣은 후 3분간 균질화한다. 이를 여지가 깔려있는 부호너깔때기로 감압여과하고, 여액을 40°C에서 감압농축 하여 acetonitrile을 날려 보낸다. 잔류 지방성분을 제거하기 위해 농축물을 acetonitrile이 포화된 n-hexane에 재용해하고 분배추출을 하여 n-hexane층과 함께 지방성분을 제거한다. 지방이 제거된 acetonitrile 추출물은 acetonitrile/phosphate buffer 혼합액(10/90, v/v) 2 mL에 녹인다. 비지방성 농산물인 쌀과 사과와 같은 경우는 감압

**Table 3. The analytical conditions of LC-MS (pyridate)**

LC conditions			
Column	Agilent Eclipse XDB-C <sub>18</sub> , 2.1 mm×100 mm, 3.5 μm		
Column oven temp.	30°C		
Mobile phase	Solvent A: 0.1% formic acid in H <sub>2</sub> O Solvent B: acetonitrile		
	Time (min)	% of solvent A	% of solvent B
	0	95	5
	0.5	95	5
	5.0	5	95
	9.0	5	95
	9.5	95	5
	15.0	95	5
Flow rate	0.3 mL/min		
Injection volume	0.5 μL		
MS conditions			
Mode	ESI (positive)		
Gas temp.	350°C		
Gas flow	10 L/min		
Nebulizer	45 psi		
Capillary	4000 V		
Fragmentor voltage	90 V		

**Table 4. The analytical conditions of LC-MS (nitenpyram)**

LC conditions			
Column	Agilent Eclipse XDB-C <sub>18</sub> , 2.1 mm×100 mm, 3.5 μm		
Column oven temp.	30°C		
Mobile phase	Solvent A: 0.1% formic acid in H <sub>2</sub> O Solvent B: acetonitrile		
	Time (min)	% of solvent A	% of solvent B
	0	95	5
	0.5	95	5
	6.0	5	95
	7.0	5	95
Flow rate	0.3 mL/min		
Injection volume	0.5 μL		
MS conditions			
Mode	ESI (positive)		
Gas temp.	350°C		
Gas flow	10 L/min		
Nebulizer	45 psi		
Capillary	4000 V		
Fragmentor voltage	90 V		

농축 후 잔류 지방성분을 제거하기 위한 과정을 생략하고 isoproturon, phenmedipham, pyridate의 경우 4% methanol/dichloromethane, nitenpyram의 경우 탈염정제수 2 mL에 녹인다. 단, 사과의 경우는 수분함량이 높기 때문에 탈염정제수 25 mL를 가하여 정치하는 과정을 생략한다.

Isoproturon, phenmedipham은 4% methanol/dichloromethane에 녹인 시료용액 2 mL를 aminopropyl 카트리지에 이용하여 정제한다. Aminopropyl 카트리지에 4% methanol/dichloromethane 5 mL로 용출시켜 활성화 한다. 여기에 위

의 시료추출액 2 mL를 가한 후 2 mL/min의 유속으로 용출시킨다. 카트리지의 상단이 노출되기 직전 4% methanol/dichloromethane 10 mL로 용출시켜 받는다.

Pyridate는 4% methanol/dichloromethane에 녹인 시료용액 2 mL를 florisol 카트리지를 이용하여 정제한다. Florisol 카트리지에 4% methanol/dichloromethane 5 mL로 용출시켜 활성화 한다. 여기에 위의 시료추출액 2 mL를 가한 후 2 mL/min의 유속으로 용출시킨다. 카트리지의 상단이 노출되기 직전 4% methanol/dichloromethane 10 mL로 용출시켜 받는다.

Nitenpyram은 탈염정제수에 녹인 시료용액 2 mL를 florisol 카트리지를 이용하여 정제한다. Florisol 카트리지에 methanol 5 mL로 용출시켜 활성화 한다. 여기에 위의 시료추출액 2 mL를 가한 후 2 mL/min의 유속으로 용출시킨다. 카트리지의 상단이 노출되기 직전 methanol 10 mL로 용출시켜 받는다. 용출액을 40°C 이하에서 질소 농축한다. 잔류물을 acetonitrile 2 mL에 잘 녹이고 0.45 µm syringe filter를 통해 불순물을 제거한 후 시험용액으로 한다.

## 결과 및 고찰

### 정량한계 결정시험

4종류의 농약 표준품을 이용하여 0.03, 0.05, 0.1, 0.5 및 1 mg/kg의 5가지 농도로 희석한 후 HPLC분석을 통해 검량선을 그린 후 정량한계를 측정된 결과 모두 0.05 mg/kg이었으며 검량선의 R<sup>2</sup>값은 모두 0.999 이상의 직선상을 나타내었다. 각각의 retention time은 isoprotruron 6.12분, phenmedipham 8.63분, pyridate 9.40분, nitenpyram 12.76분이었다 (Fig. 2).

### LCMS를 이용한 확인 시험

확립된 잔류농약시험법을 이용하여 분석된 농약 성분의 신뢰성을 확보하기 위하여 LC/MS를 이용하여 각 성분별 분석 시험 결과, isoprotruron은 retention time 8.863분, 분자량 300.3, phenmedipham은 retention time 8.382분, 분자량 206.3, nitenpyram은 retention time 5.774분, 분자량 270.7,

**Table 5. Retention time and molecular weight of four pesticides in HPLC-MS analysis**

Compound	Retention time (min)	Molecular weight
Isoprotruron	8.863	300.3
Phenmedipham	8.382	206.3
Nitenpyram	5.774	270.7
Pyridate	10.280	378.9

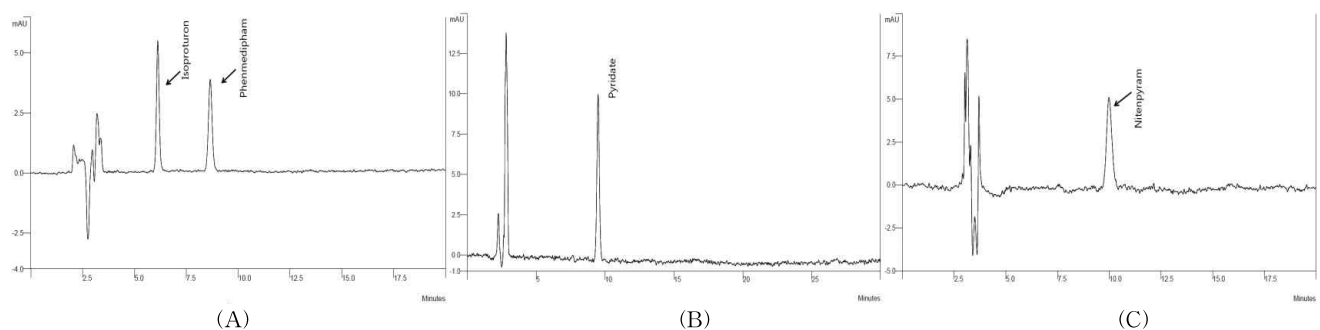
pyridate의 retention time은 10.280분과 분자량 378.9이었다 (Fig. 3, Table 5).

### 회수율 측정 시험

실제 식품에 적용하였을 때의 회수율을 얻기 위해 비지방성 식품(사과, 쌀), 지방성 식품(대두)을 선택하여 각 농약의 표준품을 spiking 하였다. 이때 spiking 농도는 0.05, 0.1 및 0.5 mg/kg이 되도록 하였다. 회수율은 3회 반복 처리하여 분석한 평균치로 나타내었다. 분석성분, 처리수준 및 농산물 시료 종류에 관계없이 회수율과 분석오차는 70.18~118.08 % 범위와 10% 이내를 만족하였다. 무처리 시료에서 성분별 분석에 간섭하는 방해 물질은 관찰되지 않았다(Fig. 4, Table 6).

Isoprotruron, phenmedipham, pyridate, nitenpyram의 경우 HPLC-MS/MS의 분석은 이미 알려진 바 있지만, 본 실험에서는 기본적인 UV detector가 장착된 HPLC를 이용하였으며, 비교적 쉽게 준비할 수 있는 이동상 용매와 칼럼을 이용하여 빠른 시간에 분석할 수 있는 점이 현재 알려진 분석 방법과의 차이점이고 쉽고 빠른 분석의 장점을 지닌다. 또한 LOQ, 회수율의 측면에서도 기존의 HPLC-MS/MS를 이용한 분석 방법과 비교하였을 때 큰 차이를 나타내지 않았고, 분석 시간은 더욱 단축시켰다(15-17).

농산물은 수확 후 소비자에게 빠르게 유통되는 식품군이므로 잔류농약 검사 또한 신속하게 이루어져야 한다. 그리고 현재 개별 검사법이 아닌 다성분 동시 분석법을 이용하여 빠르고 효율적으로 검사하는 방법이 많이 사용되고 있다. 본 실험에서도 4가지 성분의 동시 분석법을 적용하기 위하여 분석해본 결과 각 농약의 구조적 형태와 그 물리화학적 성질의 차이에 의해 피크의 분리능이 낮은 것을 확인하였다.



**Fig. 2. HPLC-UVD chromatograms of four pesticides (isoprotruron, phenmedipham, pyridate, nitenpyram). A, isoprotruron, phenmedipham; B, pyridate; C, nitenpyram.**

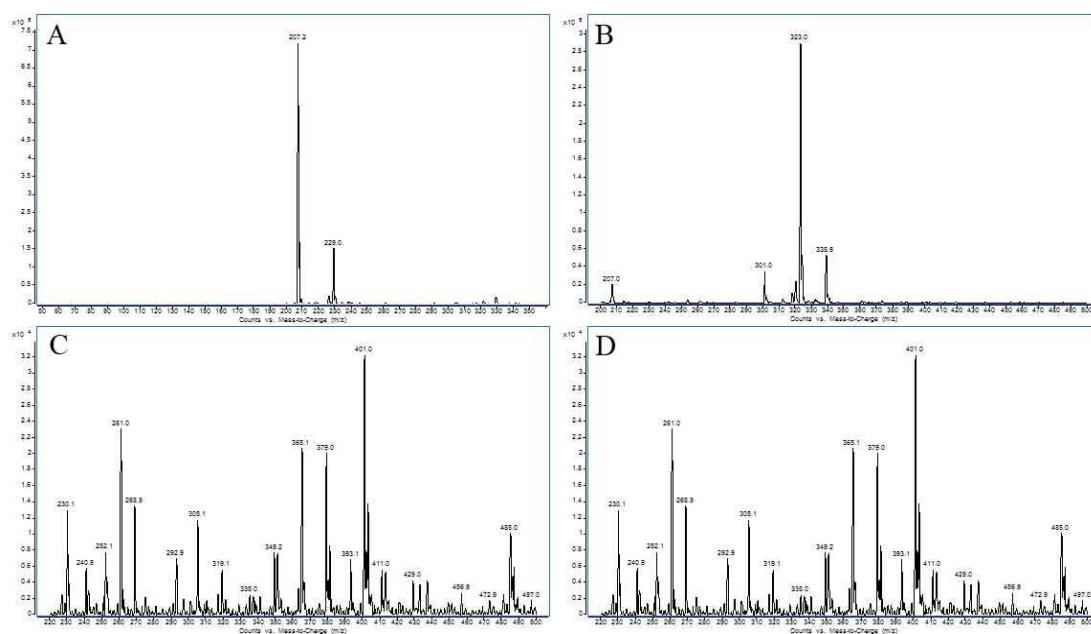


Fig. 3. HPLC-MS chromatograms of isoproturon, phenmedipham, pyridate, nitenpyram pesticide. A, isoproturon; B, phenmedipham; C, pyridate; D, nitenpyram.

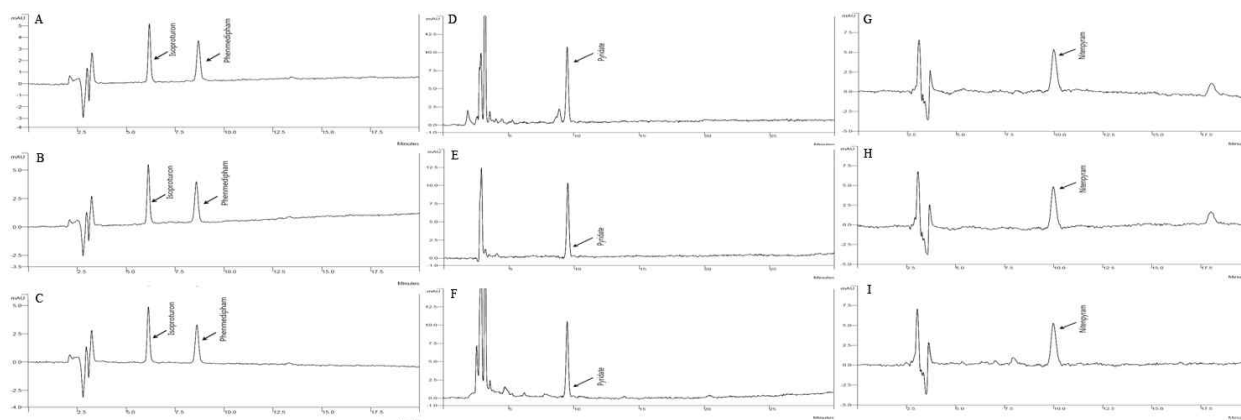


Fig. 4. HPLC-UV-D chromatograms of four pesticides and its recovery test. Recovery tests of four pesticides were performed with apple (A, D, G), rice (B, E, H), soybean (C, F, I). Representative chromatograms of 0.5 mg/kg isoproturon and phenmedipham (A, B, C), 0.5 mg/kg pyridate (D, E, F) and 0.5 mg/kg nitenpyram (G, H, I).

Table 6. Recoveries, precision, and LOQ of four pesticide

Compound	Spiked conc. (mg/kg)	Recovery (%) and SD			LOQ (mg/kg)
		Rice	Apple	Soybean	
Isoproturon	0.05	109.21 ± 4.15	87.57 ± 2.99	105.52 ± 8.79	0.05
	0.1	92.57 ± 0.91	87.08 ± 0.67	116.95 ± 3.81	
	0.5	92.42 ± 5.44	95.26 ± 0.95	88.11 ± 7.89	
Phenmedipham	0.05	103.40 ± 5.29	105.78 ± 0.51	86.40 ± 3.14	0.05
	0.1	116.58 ± 6.75	103.96 ± 1.71	93.17 ± 7.46	
	0.5	92.53 ± 0.29	108.22 ± 1.39	111.18 ± 5.01	
Nitenpyram	0.05	118.08 ± 1.19	80.10 ± 2.89	105.33 ± 4.70	0.05
	0.1	104.58 ± 2.52	110.03 ± 5.65	103.86 ± 7.22	
	0.5	117.64 ± 2.24	101.28 ± 5.36	106.39 ± 5.75	
Pyridate	0.05	70.18 ± 2.75	76.61 ± 6.64	85.23 ± 3.72	0.05
	0.1	83.33 ± 4.45	104.63 ± 7.85	70.16 ± 1.17	
	0.5	110.34 ± 5.36	104.27 ± 6.93	99.54 ± 2.63	

따라서 isoproturon과 phenmedipham은 동시분석법으로 진행하였으며, nitenpyram과 pyridate는 동시분석조건 설정이 쉽지 않아 신속하면서도 분리능을 높일 수 있는 방법을 시도하여 단성분 분석조건을 설정하였다.

본 연구 결과를 향후 중국산 수입농산물의 잔류농약 검사에 적용함으로써 우리 국민에게 안전성이 확보된 먹을거리를 제공할 수 있고, 잔류농약 관리수준을 향상시킬 수 있을 것이다. 나아가 전처리 과정의 최적화를 통하여 분리능을 높이면서 분석시간을 단축시킬 수 있는 다성분 동시분석법에 대한 추가 연구가 필요하다고 본다.

## 요 약

Bis-carbamate계(phenmedipham), urea계(isoproturon), thiocarbamate계(pyridate) 및 vinylidenediamine계(nitenpyram) 4종의 농약을 HPLC를 이용하여 분석하는 방법을 개발하였다. 사용된 칼럼은 C-18(250 mm×4.6 mm, 5 µm diameter particle size)이며 isoproturon, phenmedipham은 acetonitrile과 물을 50:50으로 섞어서 사용하였으며, pyridate는 acetonitrile과 물을 85:15로, nitenpyram은 phosphoric acid를 이용하여 pH 2.5로 맞춘 50 mM KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>와 acetonitrile을 90:10으로 섞어 유속 1 mL/min의 isocratic 조건으로 분석하였다. 시료 주입량은 10 µL이며 retention time은 isoproturon 6.12분, phenmedipham 8.63분, pyridate 9.40분, nitenpyram 12.76분, 정량한계는 모두 0.05 mg/kg이었다. 회수율 실험은 쌀, 사과 및 대두에 4종의 농약 표준품을 각각 0.05, 0.1 및 0.5 mg/kg이 되도록 세 가지 농도로 spiking 하였으며, 회수율 및 분석오차는 70.18~118.08% 범위와 10% 이내를 만족하였다.

## 감사의 글

본 연구는 2009년도 식품의약품안전청 용역연구개발과제의 연구개발비 지원(09072식품안049)에 의해 수행되었으며 이에 감사드립니다. 또한 고려대학교 CJ식품안전관의 장비 및 시설을 사용하였으며 이에 감사드립니다.

## 문 헌

1. Park HR, Kim SS, Park DS, Hur JH. 2006. Residual analysis and establishment of standard for safe use of myclobutanil in the pear. *Inst Agr Sci Kangwon Nat'l Univ J Agric Sci* 17: 95-100.
2. Paiga P, Morais S, Correia M, Alves A, Delerue-Matos C. 2008. A multiresidue method for the analysis of carbamate and urea pesticides from soils by microwave-assisted extraction and liquid chromatography with photodiode array detection. *Anal Lett* 41: 1751-1772.
3. Lee SH, Hong JW, Kim MH, Kim WG, Kim JG, Kim CH, Seo YT, Yang HS, Lee DH, Lee JG, Jeong TM, Cho SJ. 1997. *Pesticide Science*. Hyangmoonsa, Seoul, Korea. p 11-13.
4. Perret D, Gentili A, Marchese S, Marino A, Bruno F. 2001. Liquid chromatographic/mass spectrometric determination of desmedipham and phenmedipham and their metabolites in soil. *J AOAC Int* 84: 1407-1412.
5. Anderson JPE, Domsch KH. 1980. Influence of selected pesticides on the microbial-degradation of <sup>14</sup>C-triallate and <sup>14</sup>C-diallate in soil. *Arch Environ Contam Toxicol* 9: 115-123.
6. Berrada H, Font G, Molto JC. 2003. Determination of urea pesticide residues in vegetable, soil, and water samples. *Crit Rev Anal Chem* 33: 19-41.
7. Paiga P, Morais S, Correia M, Delerue-Matos C, Alves A. 2009. Determination of carbamate and urea pesticide residues in fresh vegetables using microwave-assisted extraction and liquid chromatography. *Int J Environ Anal Chem* 89: 199-210.
8. Vidal A, Dinya Z, Mogyorodi F, Mogyorodi F. 1999. Photocatalytic degradation of thiocarbamate herbicide active ingredients in water. *Appl Catal B* 21: 259-267.
9. Bai D, Lummis SCR, Leicht W, Breer H, Sattelle DB. 1991. Actions of imidacloprid and a related nitromethylene on cholinergic receptors of an identified insect motor neuron. *Pesticide Science* 33: 197-204.
10. Yamamoto I, Casida JE. 1999. *Nicotinoid Insecticides and the Nicotinic Acetylcholine Receptor*. Springer Verlag, Tokyo, Japan. p 127-128.
11. Korea Food & Drug Administration. 2008. *Food code*.
12. Tomlin C. 1997. *The Pesticide Manual Incorporating the Agrochemicals Handbook*. 11th ed. British Crop Protection Council. p 291-292.
13. Cao CF, Wang Z, Urruty L, Pommier JJ, Montury M. 2001. Focused microwave assistance for extracting some pesticide residues from strawberries into water before their determination by SPME/HPLC/DAD. *J Agric Food Chem* 49: 5092-5097.
14. National Institute of Food and Drug Safety Evaluation. 2009. *Practical handbook of pesticide residue analysis in food code*.
15. Ferrer I, Thurman EM. 2007. Multi-residue method for the analysis of 101 pesticides and their degradates in food and water samples by liquid chromatography/time-of-flight mass spectrometry. *J Chromatogr A* 1175: 24-37.
16. Frenich AG, Salvador IM, Martinez Vidal J, Lopez-Lopez T. 2005. Determination of multiclass pesticides in food commodities by pressurized liquid extraction using GC-MS/MS and LC-MS/MS. *Anal Bioanal Chem* 383: 1106-1118.
17. Hiemstra M, de Kok A. 2007. Comprehensive multi-residue method for the target analysis of pesticides in crops using liquid chromatography-tandem mass spectrometry. *J Chromatogr A* 1154: 3-25.

(2010년 4월 21일 접수; 2010년 5월 18일 채택)