

## HPLC-PDA를 이용한 국내 유통 농산물 중 ametoctradin 잔류량 분석법 개발 및 검증

도정아 · 권지은 · 이은미<sup>1</sup> · 김미라<sup>1</sup> · 국주희<sup>2</sup> · 조윤제 · 강일현 · 김형수 · 권기성 · 오재호\*

식품의약품안전처 식품의약품안전평가원 잔류물질과,

<sup>1</sup>대전지방식품의약품안전청 유해물질분석팀, <sup>2</sup>광주지방식품의약품안전청 유해물질분석팀

### Development and Validation of an Analytical Method for Ametoctradin Residue Determination in Domestic Agricultural Commodities by HPLC-PDA

Jung-Ah Do, Ji-Eun Kwon, Eun-Mi Lee<sup>1</sup>, Mi-Ra Kim<sup>1</sup>, Ju-Hee Kuk<sup>2</sup>, Yoon-Jae Cho,  
Il-hyun Kang, Hyung-Su Kim, Kisung Kwon, and Jae-Ho Oh\*

Pesticide & Veterinary Drug Residues Division, National Institute of Food and Drug Safety Evaluation, MFDS

<sup>1</sup>Daejeon Regional FDA

<sup>2</sup>Gwangju Regional FDA

**Abstract** This study was carried out to validate the safety of ametoctradin residues in agricultural commodities by developing an official analysis method. An analytical method was developed and validated using HPLC-PDA detectors. The samples were extracted with methanol, subsequently partitioned with dichloromethane and purified with florisil column chromatograph using acetone/hexane (30/70, v/v) as solvent. The method was validated by using grape, hulled rice, mandarin, and potato spiked with ametoctradin at 0.05 and 5.0 mg/kg, and pepper at 0.05 and 2.0 mg/kg. Average recoveries were 76-114.8% with relative standard deviation less than 10%, and the limit of detection and limit of quantification were 0.0125 and 0.05 mg/kg, respectively. The result of recoveries and overall coefficient of variation of the laboratory results from Gwangju regional Food and Drug Administration (FDA) and Daejeon regional FDA was accorded with Codex Alimentarius Commission Guideline (CAC/GL 40). Based on these results, this method was found to be appropriate for ametoctradin residue determination and can be used as the official method of analysis.

**Keywords:** ametoctradin, agricultural commodities, official method of analysis, HPLC-PDA, fungicide

## 서 론

Ametoctradin은 독일 BASF사에서 최초로 개발한 triazolopyrimidine계에 속하는 살균제이며 역병, 노균병을 예방하는 약제로 병원균의 미토콘드리아 콤플렉스 III (mitochondria complex III)에 작용하여 에너지 생산을 저해하고, 호흡을 억제하며 유전자 형성 방지와 포자낭 발아에 직접적인 영향을 주어 살균 활성을 떨휘 한다(1). 특히 역병탄저병에 취약한 고추 작물은 다소비 조미채 소로써 매년 생산량을 확보하는 것이 중요하며 이에 효과적인 약제인 ametoctradin 등의 농약은 작물의 살균 등을 위한 목적으로 사용이 불가피하다. 또한 농약은 농산물의 생산성 증진과 농작물 재배의 편리성 등으로 인해 없어서는 안 될 중요한 농자재로 사용되고 있지만 이러한 유익성과 함께 농약이 남용 또는 오용될 경우 농산물에 잔류하여 인체에 해를 끼칠 우려가 있다(2). 따라

서 농약을 사용할 때는 그에 따른 사용 기준을 준수하고, 수확한 작물에 잔류하는 양을 미리 설정된 잔류허용기준과 비교하여 해당 농산물의 유통을 고려하는 것이 필요하다. 최근 식품안전과 관련된 사건사고의 증가는 이러한 안전성을 확보하기 위한 노력을 더욱 촉진하고 있으며(3-5), 세계 각국은 농산물 및 식품에 대한 잔류 농약의 안전성을 평가하기 위하여 잔류허용기준(maximum residue limit, MRL)을 설정하여 규제할 뿐만 아니라 자국 및 수입 농산물 중 잔류농약을 분석하고 그 실태를 조사하고 있다(6). Ametoctradin은 국내에서는 2012년에 신규 등록되어, 식품의약품 안전청에서 포도, 고추 작물에 대해 각각 5.0, 2.0 mg/kg로 국내 잔류허용기준을 신설고시하였으며(제2012-1호), 국제식품규격위원회(Codex Alimentarius Commission, Codex) 기준은 아직 설정되지 않았다. 국외의 경우 EU(유럽연합)는 고추에 대해 2.0 mg/kg, 미국은 1.5 mg/kg의 잔류허용기준이 설정되어 있다. 따라서 본 연구에서는 국내 생산 및 향후 수입되는 농산물 중 잔류할 수 있는 ametoctradin에 대한 안전을 확보하기 위해 잔류량을 신속, 정확하게 측정할 수 있는 공정 분석법을 개발하게 되었다. Ametoctradin의 분자식은  $C_{15}H_{25}N_5$ , 분자구조는 Fig. 1과 같으며, 분자량은 275.4, 증기압은  $2.1 \times 10^{-10}$  Pa ( $20^\circ\text{C}$ )이고, n-octanol/water 분배 계수( $\log P_{ow}$ ,  $25^\circ\text{C}$ )는 4.40 ( $\text{pH } 7$ ,  $20^\circ\text{C}$ )의 물리·화학적 특징을 가진다. Ametoctradin 분석법 개발은 이러한 물리·화학적 특성을 고려하여 개발되었으므로, 빠르고 정확한 잔류량 검사법을 제

\*Corresponding author: Jae-Ho Oh, Pesticide and Veterinary Drug Residues Division, National Institute of Food and Drug Safety Evaluation, MFDS, Cheongwon, Chungbuk 363-700, Korea

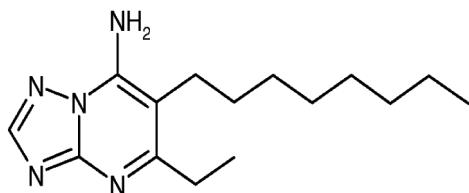
Tel: 82-43-719-4207

Fax: 82-43-719-4200

E-mail: jado@korea.kr

Received February 19, 2013; revised March 28, 2013;

accepted March 29, 2013

**Fig. 1. Structure of ametoctradin.**

공하여 국내 유통 농산물의 안전성을 확보하는데 기여할 것이다.

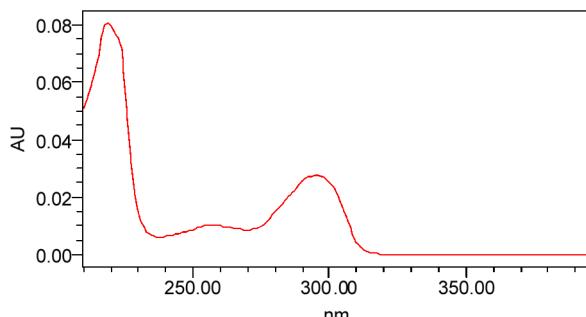
## 재료 및 방법

### 시약 및 재료

Ametoctradin 표준품(99.7%)은 (주)동부한농에서 제공받아 사용하였고, HPLC grade의 methanol, dichloromethane, acetone, hexane 등 용매는 Merck (Darmstadt, Germany)로부터 formic acid는 Sigma-Aldrich (St. Louis, MO, USA)에서 구입하여 사용하였다. Florisil은 Fluka (St. Louis, MO, USA)로부터, sodium sulfate anhydrous, sodium chloride는 Wako (Osaka, Japan)로부터 구입하여 사용하였다. 검체는 국내 유통 중인 고추, 포도, 감귤, 감자, 현미를 구입하여 균질화한 후 -50°C에 보관하여 사용하였다. 표준원액은 ametoctradin 10.03 mg을 methanol 20 mL에 용해하여, 500 µg/mL (500 ppm)으로 제조하여 갈색병에 담아 4°C에 보관하였고, 이를 methanol로 희석하여 0.1, 0.5, 1.0, 5.0, 10.0 µg/mL의 표준용액을 제조하여 실험에 사용하였다.

### 추출 및 정제과정

균질화한 검체 20 g을 정밀히 달아 methanol 100 mL를 가하여 추출(검체 중 현미의 경우 습윤화 시키기 위해 물 20 mL를 넣고 1시간 동안 정치시킨 후 methanol 100 mL를 가하여 추출하였다.) 하여 부흐너 깔때기로 흡인 여과하였으며, 잔류물을 methanol 40 mL로 씻어내려 앞의 여과와 합한 후 약 10 mL가 될 때까지 40°C 이하의 수욕 상에서 김압농축을 하였다(7). 이를 500 mL 분액깔때기에 옮기고 포화식염수 100 mL와 dichloromethane 100 mL를 차례로 가한 후 5분간 격렬하게 진탕한 후 층이 완전히 분리될 때까지 정치하고 dichloromethane 층을 sodium sulfate anhydrous 15 g에 통과시켰으며, 이 과정을 1회 반복하였다. 김압농축 플라스틱에 받은 용매를 40°C 이하 수욕 상에서 완전히 농축한 후 잔류물을 acetone/hexane (30/70, v/v) 용액 10 mL로 용해하였다. 정제과정은 지름 11 mm, 길이 400 mm의 유리컬럼관에 florisil 5 g을 채운 후 그 위에 2 cm 높이로 sodium sulfate anhydrous를 건식 충진하고 hexane 50 mL를 가하여 유출시켜 버렸다. 고정상 상단이 노출되기 직전에 추출과정에서 얻은 acetone/hexane 용액(30/70, v/v) 10 mL을 컬럼관에 통과하여 유출시키고, acetone/hexane 혼합액(10/90, v/v) 50 mL를 가하여 유출시켰다. 고추와 현미, 감귤과 같이 불순물이 많은 시료는 acetone/hexane 혼합액(10/90, v/v)을 가하기 전에 ethyl acetate 50 mL를 가해 유출시켜 버리는 과정을 추가하여 방해물질을 제거하였으며, 고정상 상단이 노출되기 전에 acetone/hexane (30/70, v/v) 혼합액 150 mL를 가하여 용출시켜 받은 후 다시 acetone/hexane (40/60, v/v) 혼합액 50 mL를 유출시켜 김압농축플라스틱에 받아 40°C 이하 수욕 상에서 김압농축한 후 잔류물에 acetonitrile을 가하여 최종 부피를 2 mL가 되게 하고 이를 0.2 µm 필터로 여과하여 시험용액으로 하였다.

**Fig. 2. HPLC-PDA spectrum of ametoctradin.****Table 1. HPLC-PDA operating conditions for the determination of ametoctradin residue**

Instrument	HPLC-PDA (Waters Alliance, MA, USA)
Column	Imtact C <sub>18</sub> (250 mm×4.6 mm i.d., 5 µm, Shiseido, Tokyo, Japan)
Mobile phase	Water/acetonitrile (30/70, v/v)
Column temperature	30°C
Wavelength	292 nm
Injection volume	20 µL
Flow rate	1 mL/min

**Table 2. LC-MS confirmative conditions for the determination of ametoctradin residue**

Instrument	LC-MS (Quattro Premier XE, Waters, MA, USA)
Column	Capcell Pak VG 120 C <sub>18</sub> (150 mm×2 mm, 3 µm)
Flow	0.3 mL/min
Mobile phase	0.1% formic acid-water/acetonitrile (90/10, v/v)
Column temperature	30°C
Ionization mode	ESI positive-ion mode
Injection volume	2 µL

### 기기분석

본 연구의 기기분석조건은 Table 1에 나타내었다. 분석법의 신뢰성을 확보를 위해 LC-MS (liquid chromatograph-mass spectrometer)를 이용하여 재확인 과정을 수행하였으며, 이를 위한 기기분석조건은 Table 2에 나타내었다.

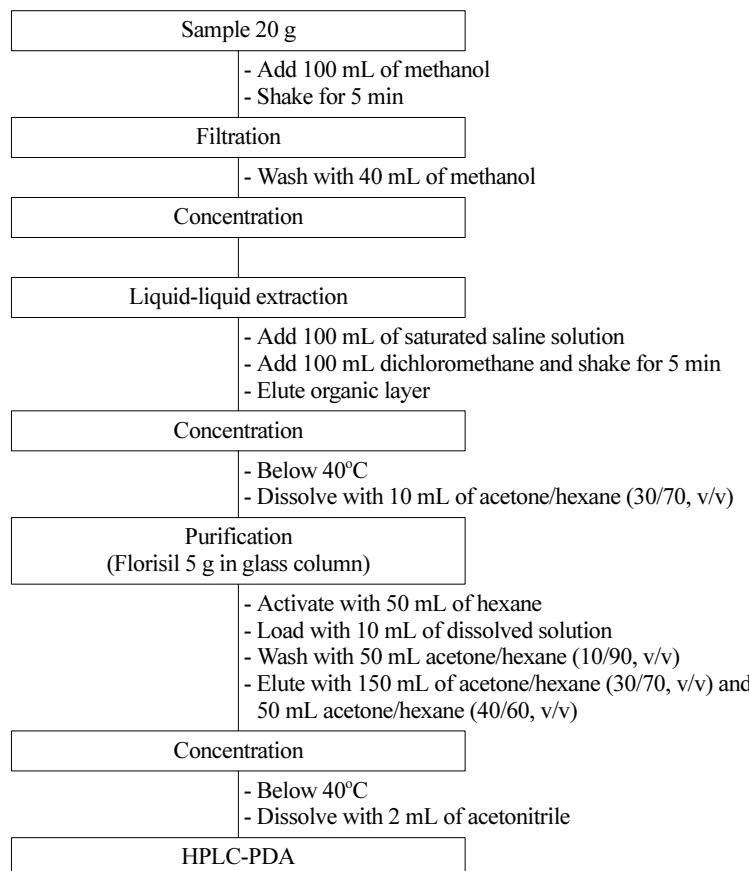
### 분석법 검증

본 연구에서 개발한 시험법에 대한 실험실간 검증을 하기위해 시험법 확립 후 작성한 SOP (standard operation procedure)를 광주지방식품의약품안전청과 대전지방식품의약품안전청에 각각 제공하고 동일한 조건과 과정으로 분석을 실시하였다.

## 결과 및 고찰

### HPLC 분석조건

Ametoctradin 분석을 위한 기기를 선정하기 위해 증기압, 분자량 등의 물리화학적 특성을 고려하였으며, 특히 증기압이  $2.1 \times 10^{-10}$  Pa로 낮아 HPLC가 적합할 것으로 판단하였다. 이에 HPLC-PDA를 이용하여 ametoctradin 표준용액 1 µg/mL를 210 nm에서 400 nm 범위에서 스캔한 결과, 292 nm을 최적흡수파장으로 확인



**Fig. 3. Sample preparation for analysis of ametoctradin.**

하였으며(Fig. 2) 이를 분석을 위한 파장으로 선택하였다. 이동상으로는 중류수와 acetonitrile을 사용하였으며 isocratic 조건에서 이동상 비율을 조절하여 측정한 결과, 30/70(v/v) 비율에서 가장 우수한 효율을 보였다.

#### 추출 및 정제과정의 확립

추출용매 선택을 위해서 고려해야 할 물리화학적 특성으로는 분석 대상 성분의 용매에 대한 용해도와 극성도 등이 있다. 또한 분석시료에 처리된 ametoctradin의 최적 추출효율을 확인하기 위해서는 matrix가 추출효율에 미치는 영향도 염두해 두어야 한다(8). 따라서 본 연구에서는 ametoctradin의 용매에 대한 용해도와 극성 정도( $\text{LogP}_{\text{ow}}$ ; 4.4, pH 7, 20°C)를 확인하고 추출효율을 비교한 결과 methanol을 분석을 위한 최적 추출용매로 선정하였다. 액-액 분배과정에서는 ametoctradin이 비극성인 특성을 가지기 때문에 dichloromethane을 첨가하여 분석 성분을 비극성 용매인 dichloromethane으로 이동시켜 극성의 간섭물질을 효과적으로 제거하였다. 정제는 액-액 단계에 이어 간섭물질을 제거하기 위한 과정이며, 이 과정에서의 용매의 선택에서는 분석 성분에 대한 더 높은 선택성을 요구한다. 본 분석법에서는 컬럼 충진제로 유지, 색소의 비용출성이 우수하고 극성의 물질을 넓은 범위에서 흡착하는 특성을 가지는 florisil을 선택하였으며, 이러한 특성을 통해 matrix에서 문제가 되는 간섭물질과 극성물질을 효과적으로 제거할 수 있었다. 이와 같이 각 단계별로 분석 성분에 대한 특성을 파악함으로써 추출 및 정제조건을 확립할 수 있었다(Fig. 3).

#### 표준곡선의 직선성과 상관계수

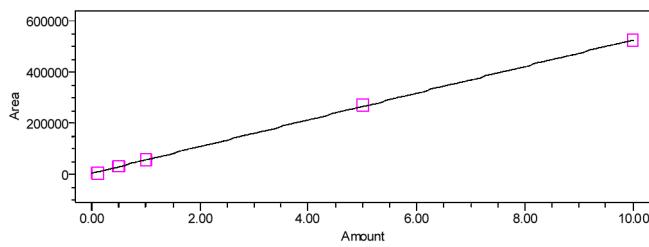
Methanol로 희석하여 제조한 0.1, 0.5, 1.0, 5.0 및 10.0  $\mu\text{g/mL}$ 의 표준용액을 위에서 제시한 HPLC 분석조건으로 측정한 결과, 표준곡선의 상관계수( $R^2$ )는 0.9999로 우수한 직선성을 보였다(Fig. 4, 5).

#### 검출한계와 정량한계

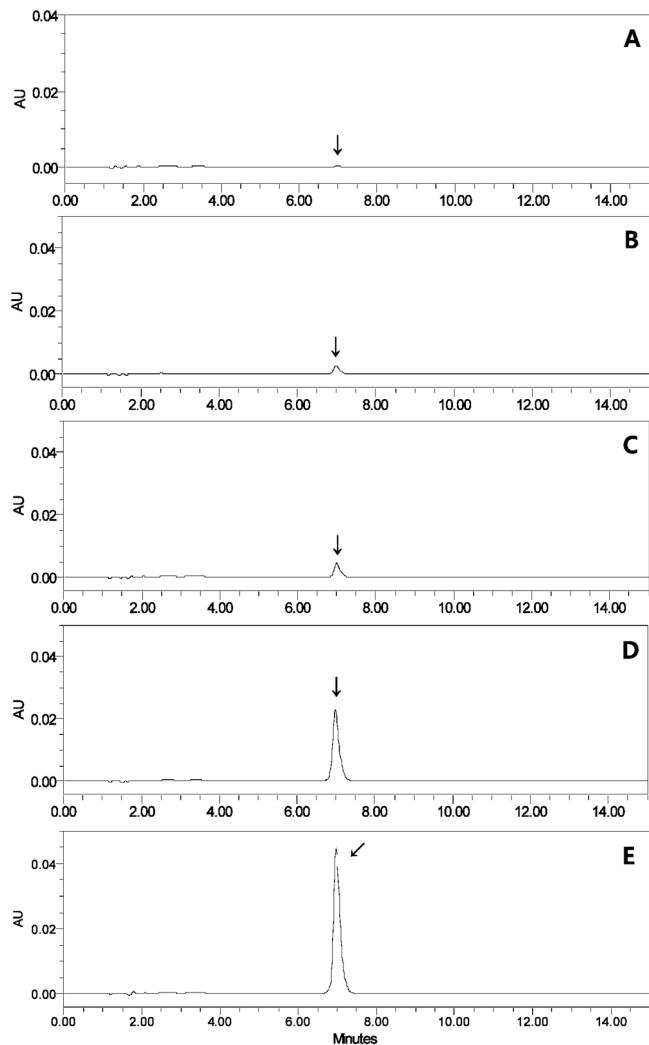
분석결과를 수치화할 수 있는 최저한계를 의미하는 정량한계는 각국 및 기관에 따라 보통 S/N가 6-10 범위의 화합물의 양을 나타내며 국내 정량한계 범위는 국제기준을 수용하고 있어(9) 일반적으로 10을 적용하는 것을 보편적으로 사용하고 있다. 본 연구에서 개발한 ametoctradin의 신규 시험법이 기준에 적합한지 확인하기 위해 검출한계(LOD, limit of detection)와 정량한계(LOQ, limit of quantitation)를 구하였다. 본 연구에서 확립한 분석조건에서 검출한계는 0.0125 mg/kg으로 나타났으며, 정량한계는 최소검출량이 0.05 mg/kg으로 나타났다. 현재 식품공전 중의 잔류농약 시험법은 해당 농약 MRL의 1/2 이하의 농도이거나 0.05 mg/kg 이하의 정량한계가 요구되고 있어 본 농약의 MRL이 포도 및 고추에서 각각 5.0, 2.0 mg/kg임을 고려할 때 본 연구에서 설정한 정량한계 0.05 mg/kg은 적합한 것으로 판단된다.

#### 분석법 확립을 위한 회수율 확인

회수율 측정은 분석법의 정확성, 재현성 및 효율성 등을 판단하기 위한 과정이다. 본 연구에서는 개발한 ametoctradin 분석법의 적합성을 평가하기 위해 국내 잔류허용기준이 각각 5.0, 2.0



**Fig. 4. Calibration curve of ametoctradin standard solution (correlation,  $R^2: 0.9999$ ).**



**Fig. 5. Chromatogram of ametoctradin standard at A; 0.1 mg/kg, B; 0.5 mg/kg, C; 1.0 mg/kg, D; 5.0 mg/kg, E; 10.0 mg/kg.**

mg/kg으로 신설 고시된 포도, 고추를 포함하여 농산물 대표 시료인 곡류 중 현미, 과일류 중 감귤, 서류 중 감자에 대해 각각 무처리군과 ametoctradin 표준용액 0.05, 0.5, 5.0 mg/kg(포도, 현미, 감귤, 감자), 0.05, 0.2, 2.0 m/kg(고추)로 처리하여 이에 대한 회수율 실험을 수행하였으며, 분석법의 정확성을 확인하기 위해 각 시료 및 농도에 대해 3반복하여 실시하였다. 무처리군에서 ametoctradin과 동일한 머무름 시간을 갖는 간접물질이 존재하지 않고 안정적인 peak를 보임으로써(Fig. 6) 개발한 시험법이 우수한 분리능과 선택성을 가지는 것으로 판단되며, 따라서 확립한 추출 및 정제조건의 높은 효율성과 적합성을 확인할 수 있었다. 측정

**Table 3. Recoveries for ametoctradin residue**

Sample	Spiked (mg/kg)	Recovery* (%)
Grape	0.05	89.2±3.2
	0.5	81.6±5.0
	5.0	79.6±7.1
Pepper	0.05	74.3±6.2
	0.2	71.9±1.6
	2.0	82.1±1.4
Hulled rice	0.05	78.4±8.1
	0.5	78.5±1.7
	5.0	77.3±1.0
Mandarin	0.05	95.7±1.8
	0.5	76.6±0.4
	5.0	74.8±3.4
Potato	0.05	112.6±9.8
	0.5	81.2±2.0
	5.0	82.5±7.6

\*Mean values of triplicates with standard deviation

**Table 4. Selected ion of LC-MS for ametoctradin**

Retention time (min)	Exact mass	Fragment ion (m/z)
6.61	275	276

**Table 5. Recoveries for ametoctradin residue from Gwangju and Daejeon Regional FDA**

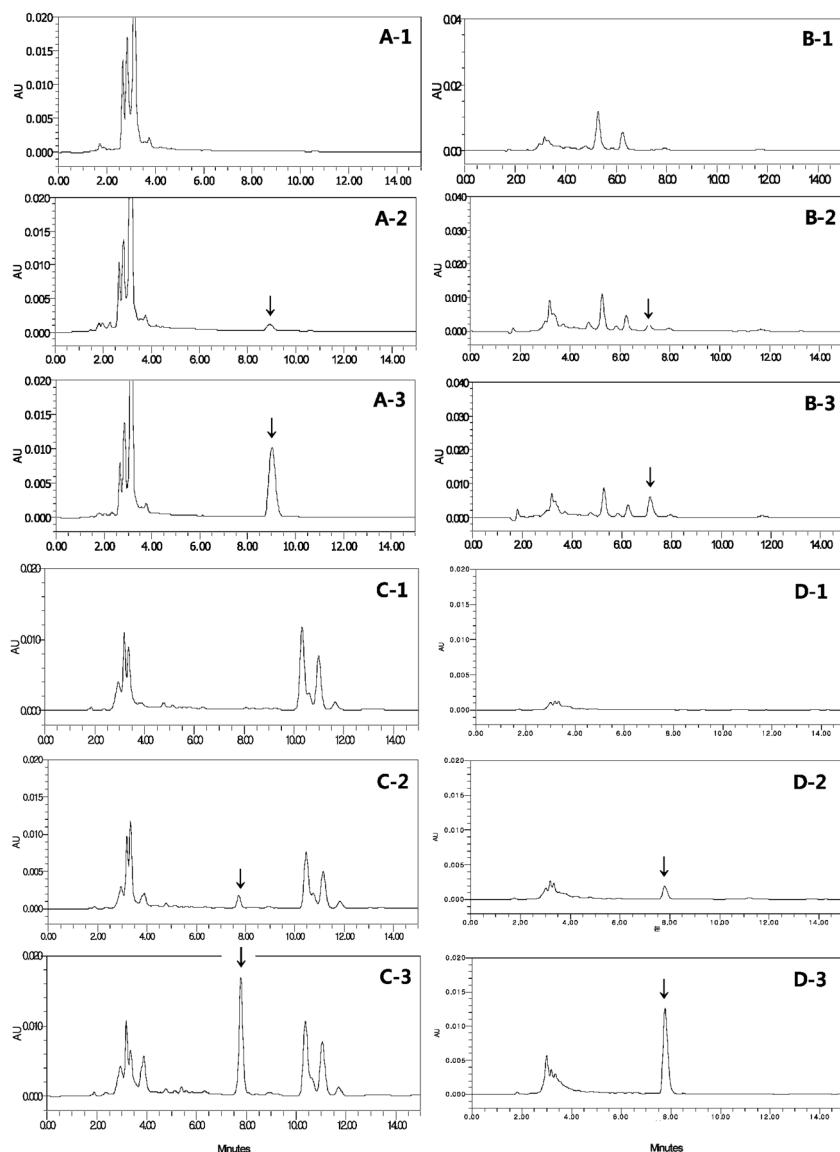
Sample	Spiked (mg/kg)	Recovery* (%)	
		Gwangju	Daejeon
Grape	0.05	83.3±4.8	70.3±3.5
	5.0	79.6±1.9	77.4±9.9
Pepper	0.05	81.6±4.7	71.6±2.6
	2.0	77.6±3.0	80.9±4.2
Hulled rice	0.05	74.3±4.4	80.2±8.2
	5.0	84.1±1.5	92.6±3.9
Mandarin	0.05	74.9±2.0	85.8±6.9
	5.0	87.3±2.5	74.2±6.9
Potato	0.05	92.6±5.4	84.1±7.9
	5.0	89.1±2.4	83.5±2.2

\*Mean values of triplicates with standard deviation

결과, 71.9-112.6% 범위의 회수율과 10% 미만의 분석오차를 나타냄으로써(Table 3) 코덱스 가이드라인(CAC/GL 40)인 회수율 70-120%, 분석오차 10 미만에 적합함을 보여주었으며(10-12), 이를 통해 ametoctradin에 대한 본 분석법의 적합성을 확인할 수 있었다.

#### LC-MS 분석조건 확립

LC 분석법을 통한 회수율은 머무름 시간대의 peak 면적으로 측정되기 때문에 분석대상 물질에 대한 선택성을 확보하기에 어려움이 있다. 따라서 ametoctradin 분석을 위해 개발된 시험법에 대한 신뢰성을 확보하고 물질에 대한 선택성과 정확성을 검증하기 위해 LC-MS를 이용한 분석법의 재확인이 필요하며 이러한 LC-MS 분석은 분석대상 성분의 문자구조로부터 유도되는 문자

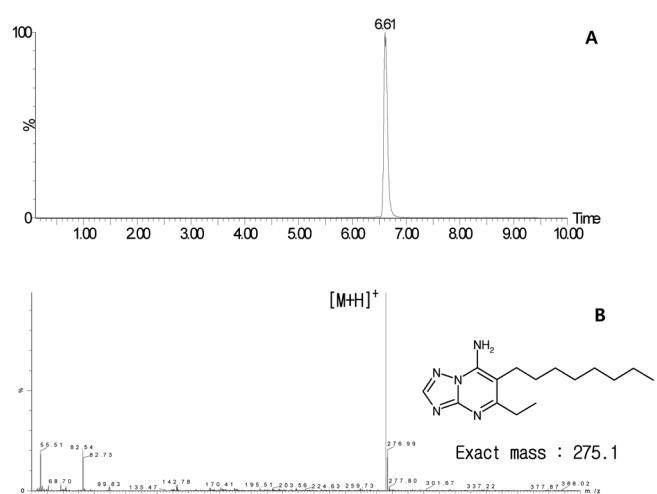


**Fig. 6. Chromatograms of grape A-1; control, A-2; at 0.05 mg/kg, A-3; 5.0 mg/kg, pepper B-1; control, B-2; at 0.05 mg/kg, B-3; 2.0 mg/kg, hulled rice C-1; control, C-2; at 0.05 mg/kg C-3; 5.0 mg/kg potato D-1; control, D-2; at 0.05 mg/kg D-3; 5.0 mg/kg.**

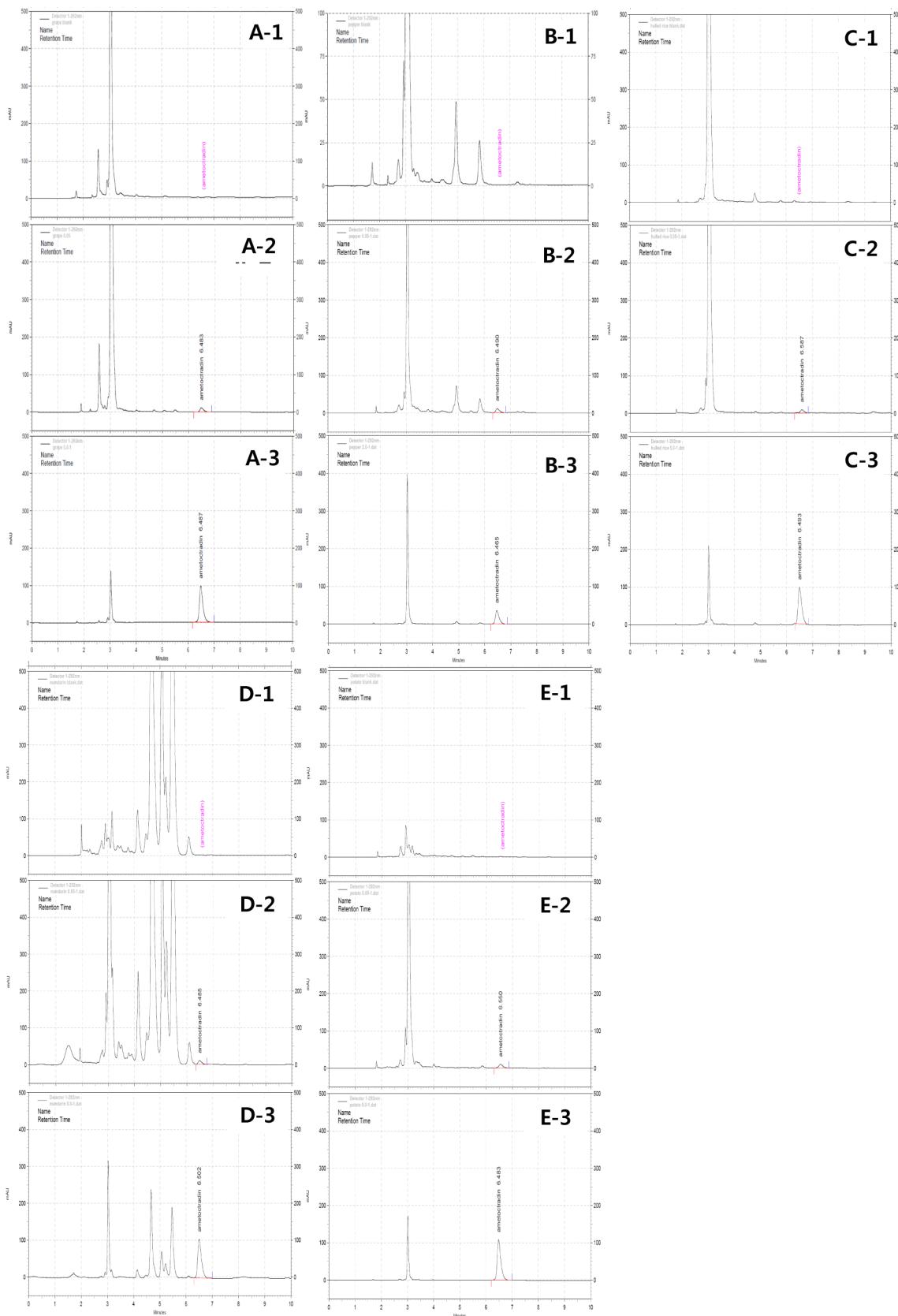
이온과 주요 fragment ion을 확인함으로써 보다 정확한 정성확인을 가능하게 한다(13,14). 분자량이 275.4인 ametoctradin을 50-500 m/z 분자량 범위에서 full scan mass spectrum 분석 결과(Fig. 7) 정량을 위한 ametoctradin의 특성이온은  $[M+H]^+$ 인 m/z 276을 선택하였다. 머무름 시간은 6.6분대였고 positive조건에서 측정되었으며, 특성이온의 m/z값은 Table 4에서 나타내었다. 분석법 검증 대상 품목인 포도, 고추, 현미, 감귤 및 감자의 모든 시료에 대해 LC-MS로 분석한 결과, 물질에 대한 우수한 선택성을 확인함으로써 본 연구에서 개발한 분석법에 대한 높은 신뢰성과 정확성을 확보할 수 있었다.

### 분석법 검증

단일 실험실에서 선택성, 정확성 및 효율성을 확보한 후 시험법에 대한 재현성을 확인하기 위해서는 분석법을 개발한 실험실 이외의 기관에서의 분석법 검증이 필요하다. 따라서 본 연구에서는 광주지방식품의약품안전청과 대전지방식품의약품안전청에 동일한 SOP(Standard Operation Procedure)를 제공하고 동일한 조건



**Fig. 7. A; Total ion chromatogram and B; ms spectrum of ametoctradin.**



**Fig. 8. Chromatograms of grape A-1; control, A-2; at 0.05 mg/kg, A-3; 5.0 mg/kg, pepper B-1; control, B-2; at 0.05 mg/kg, B-3; 2.0 mg/kg, hulled rice C-1; control, C-2; at 0.05 mg/kg C-3; 5.0 mg/kg mandarin D-1; control, D-2; at 0.05 mg/kg D-3; 5.0 mg/kg Potato E-1; control, E-2; at 0.05 mg/kg E-3; 5.0 mg/kg (Gwangju regional FDA).**

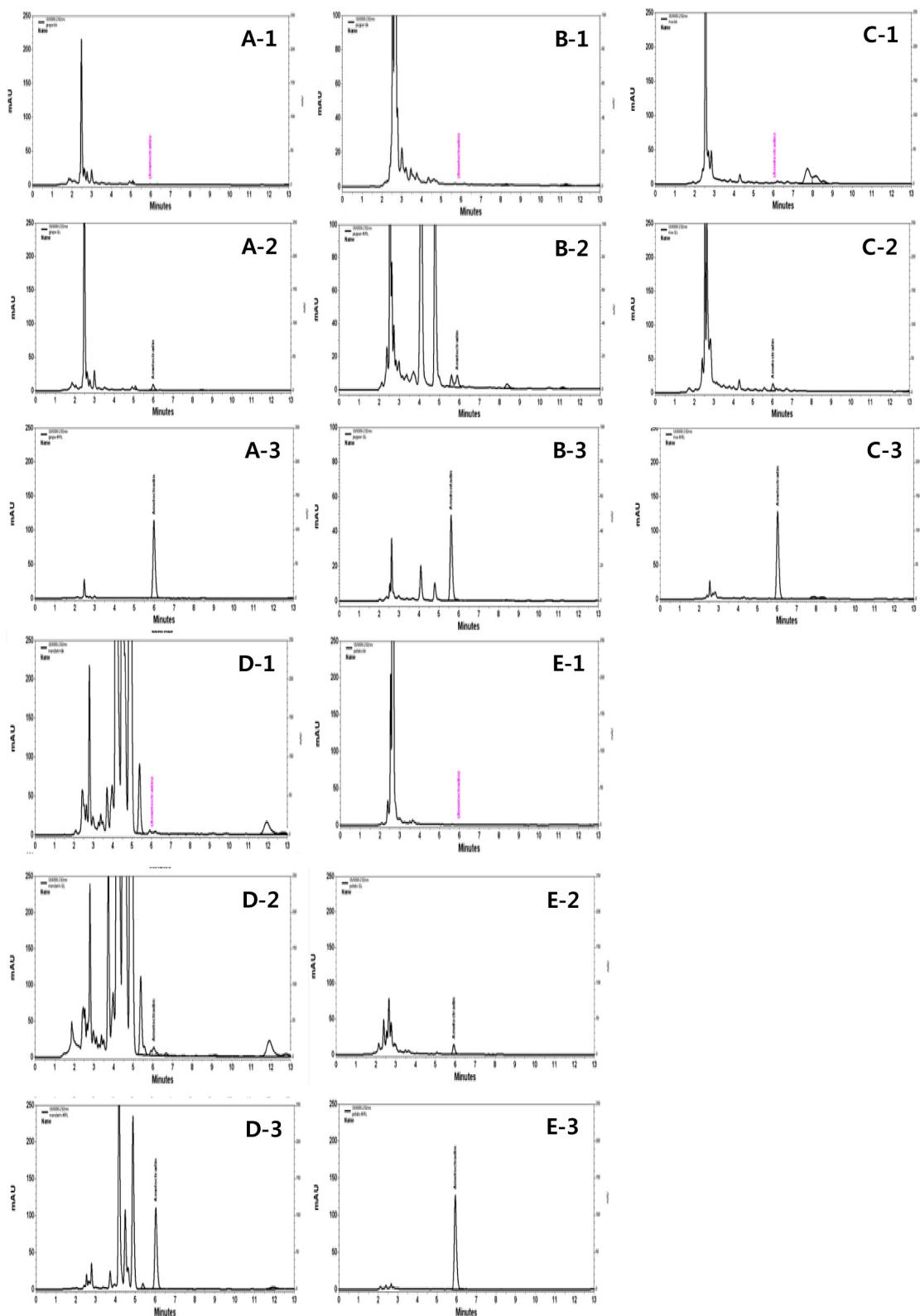


Fig. 9. Chromatograms of grape A-1; control, A-2; at 0.05 mg/kg, A-3; 5.0 mg/kg, pepper B-1; control, B-2; at 0.05 mg/kg, B-3; 2.0 mg/kg, hulled rice C-1; control, C-2; at 0.05 mg/kg C-3; 5.0 mg/kg mandarin D-1; control, D-2; at 0.05 mg/kg D-3; 5.0 mg/kg Potato E-1; control, E-2; at 0.05 mg/kg E-3; 5.0 mg/kg (Daejeon regional FDA).

에서 분석을 진행하여 실험실간 검증을 실시하였다. 코덱스 가이드라인(CAC/GL 40)에서 제공하는 실험실간 편차(RSD<sub>R</sub>; Relative Standard Deviation on Reproducibility)는 >0.01 mg/kg, ≤1 mg/kg 범위의 농도에서 32% 이하, >0.1 mg/kg 농도의 범위에서 23% 이하이며, 이에 해당하는 편차 범위에서는 분석법에 대한 재현성을 확보할 수 있다. 검증 결과(Fig.8,9), 74.3-92.6%(광주청), 70.3-92.6%(대전청)의 회수율과 10% 미만의 분석오차를 보였으며(Table 5), 본 연구에서의 회수율 결과와 광주청 및 대전청에서의 결과에 대한 RSD<sub>R</sub>(%)는 >0.01 mg/kg, ≤0.1 mg/kg 범위에서 3.02-14.63%, >0.1 mg/kg 범위에서 1.27-7.67%로 코덱스 가이드라인 기준에 적합한 것으로 나타나 ametoctradin 분석을 위해 개발한 시험법을 재현성을 확인하는 동시에 공정 분석법으로의 활용가능성도 보여주었다.

## 요 약

Ametoctradin은 triazolopyrimidine계에 속하는 살균제로 역병탄저병을 예방하는 약제이다. 증기압은  $2.1 \times 10^{-10}$  Pa ( $20^{\circ}\text{C}$ )으로 매우 낮아 분석을 위한 기기로 LC를 선택하였으며, HPLC-PDA기를 사용하여 210 nm에서 400 nm까지 스캔한 결과, 최대흡광파장을 292 nm으로 확인하고 이를 분석파장으로 선택하였다. 추출용매는 물질의 용해도를 고려하여 methanol로 선정하였으며, 액-액 분배 및 정제과정에서는 약제의 n-octanol/water 분배계수(logP<sub>ow</sub>,  $25^{\circ}\text{C}$ )가 4.40 (pH 7,  $20^{\circ}\text{C}$ )의 비극성의 물리화학적 특징을 가짐을 고려하여 액-액 분배 단계에서는 dichloromethane, 정제 단계에서는 acetone/hexane (30/70, v/v)을 분석을 위한 용매로 사용하였다. 특히, 컬럼 충진제로 유지, 색소의 비용출성이 우수하고 극성의 물질을 넓은 범위에서 흡착하는 특성을 가지는 florisil을 선택하여 약제에 대한 선택성을 높일 수 있었다. 본 분석법은 회수율 측정(71.9-112.6%)을 통해 코덱스 가이드라인(CAC/GL 40)의 회수율 70-120%, 분석오차 10 미만에 적합함을 보여주어 분석법의 정확성을 확인하였으며, LC-MS를 통한 재확인 과정을 수행함으로써 시험법의 신뢰성과 선택성을 확보할 수 있었다. 또한 재현성을 위해 실험실간 검증을 실시하였으며 그 결과, RSD<sub>R</sub>(%)는 >0.01 mg/kg, ≤0.1 mg/kg 범위에서 3.02-14.63%, >0.1 mg/kg 범위에서 1.27-7.67%로 코덱스 가이드라인 기준에 적합한 것으로 나타났다. 따라서 본 연구에서 개발한 시험법은 농산물에 잔류하는 ametoctradin을 분석하기 위한 공정 시험법으로 활용할 수 있을 것으로 판단된다.

## 감사의 글

본 연구는 2011년도 식품의약품안전청 연구개발과제의 연구개발비 지원(11161식품안034)에 의해 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

## References

- Health Canada. Canada approves BASF's fungicide ametoctradin. Available from: <http://news.agropages.com/News/Newsdetail---7806.htm>. Accessed Sep. 4, 2012.
- Kim MO, Hwang HS, Lim MS, Hong JE, Kim SS, Do JA, Choi DM, Cho DH. Monitoring of Residual Pesticides in Agricultural Products by LC/MS/MS. Korean J. Food Sci. Technol. 42: 664-675 (2010)
- Huh EJ, Kim JW. Consumer knowledge and attitude to spending on environment-friendly agricultural products. Korean J. Human Ecology 19: 883-896 (2010)
- Jin HJ, Keum SH. The effects of price on consumers' purchasing behavior for eco-friendly foods. J. Channel Retailing 16: 105-133 (2011)
- Ahn JW, Jeon YH, Hwang JI, Kim HY, Kim HJ, Chung DH, Kim JE. Monitoring of Pesticide Residues and Risk Assessment for Fruit Vegetables and Root Vegetables of Environment-friendly Certified and General Agricultural Products. Korean J. Environ Agric. 31: 164-169 (2012)
- Kim HY, Choi SH, Chung SY, Choi HJ, Kim YH, Cho MJ, Seo EC, Han KJ, Choi JC, Park HO, Ha SC, Shin IS, Eom JY. Development of analytical methods of spinosad in agricultural commodities by HPLC with UV detector and monitoring. Korean J. Food Sci. Technol. 43: 125-133 (2011)
- US FDA. Pesticide Analytical Manual, Vol 1: Multi residue Methods. third ed. US Food and Drug Administration, Silver Spring, MD, USA (1999)
- Kwon CH, Lee YD, Im MH. Simultaneous Determination of Orysastrobin and its Isomers in Rice Using HPLC-UV and LC-MS/MS. J. Agr. Food Chem. 59: 10826-10830 (2011)
- Lee YD. Practical book of Korea Food Code pesticide residue analysis method. 3<sup>rd</sup> ed. Korea Food and Drug Administration, Cheongwon, Korea. p. 79 (2012)
- Yang YS, Seo JM, Kim JP, Oh MS, Chung JK, Kim ES. A survey on pesticide residues of imported agricultural products circulated in Gwangju. Korean J. Food Sci. Technol. 21: 52-59 (2006)
- Kwon SM, Park EH, Kang JM, Jo HC, Jin SH, Yu PJ, Ryu BS, Jeong GH. Pesticide residues survey on agricultural products before auction at whole market in Busan area during 2006-2008. Korean J. Pest. Sci. 14: 86-94 (2010)
- Codex Alimentarius Commission. Guidelines on good laboratory practice in residue analysis, CAC/GL 40-1993, Codex Alimentarius Commission, Rome, Italy (2003)
- Lee SJ, Kim YH, Song LW, Hwang YS, Lim JD, Sohn EH, Im MH, Do JA, Oh JH, Kwon KS, Lee JK, Lee YD, Choung MG. Development of analytical method for Fenoxycarb, Pyriproxyfen and Methoprene residues in agricultural commodities using HPLC-UVD/MS. Korean J. Pest. Sci. 15: 254-268 (2011)
- Kwon CH, Chang MH, Im MH, Choi DI, Jung SC, Lee JY, Yu YD, Lee JO, Hong MK. Determination of mandipropamid residues in agricultural commodities using high-performance liquid chromatography with mass spectrometry. J. Anal. Sci. Technol. 21: 518-525 (2008)