

Research Article

Open Access

농산물 중 thidiazuron 잔류분석법 개선 및 잔류실태 조사

도정아, 이미영, 박혜진, 권지은, 조윤제, 장문익, 오재호,¹ 홍진환^{1*}

식품의약품안전처 식품의약품안전평가원 식품위해평가부 잔류물질과,
¹식품의약품안전처 식품의약품안전평가원 식품위해평가부 식품위해평가과

Enhancement of Analytical Method for Thidiazuron Residues and Monitoring of its Residues in Agricultural Commodities

Jung-Ah Do, Mi-Young Lee, Hyejin Park, Ji-Eun Kwon, Yoon-Jae Cho, Moon-Ik Chang, Jae-Ho Oh¹ and Jin-Hwan Hong^{1*} (Pesticide and Veterinary Drug Residues Division, Department of Food Safety Evaluation, National Institute of Food and Drug Safety Evaluation, Ministry of Food and Drug Safety, ¹Food Safety Risk Assessment Division, Department of Food Safety Evaluation, National Institute of Food and Drug Safety Evaluation, Ministry of Food and Drug Safety)

Received: 5 February 2013 / Revised: 31 May 2013 / Accepted: 2 August 2013

© 2013 The Korean Society of Environmental Agriculture

This is an Open-Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0>) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

Abstract

BACKGROUND: This study was conducted to develop analytical method with reproducibility, accuracy and applicability to agricultural products than the existing methods.

METHODS AND RESULTS: Mean recoveries of thidiazuron ranged from 89.2 to 91.2 in hulled rices, 87.2 to 92.1 in peppers, from 76.4 to 86.9 in potatoes, from 91.2 to 95.7 in watermelons, from 86.5 to 88.5 in kiwi fruits, and from 89.5 to 94.0 in grapes, with less than 10% of relative standard deviations. In addition, the limit of quantitation was set to be 0.05 mg/kg and there were no interfering peaks in integrating the thidiazuron peak.

CONCLUSION(S): These results represent that the enhanced analytical method has reliable accuracy, precision, selectivity, and sensitivity.

Key words: Agricultural commodity, Analytical method, Monitoring, Pesticide, Thidiazuron

서론

Thidiazuron은 phenylurea계 cytokinin 활성 물질로 1976년에 독일에서 목화(*Gossypium hirsutum*)의 고엽제로 사용하기 위하여 German Schering Coporation사에서 처음 개발한 물질이다(Fig. 1). Cytokinin의 작용 메카니즘은 주로 식물의 세포 분열과 세포 비대(Green, 1989) 성장조절제로(Lin *et al.*, 1994) 세포 노화 억제(Lepold and Kawase, 1964), 미분화 조직의 분화 촉진, 휴면아의 생장유도, 적과, 착과 촉진 등의 생리작용에 관여하는 식물의 생장호르몬의 일종으로 알려져 있다(Green, 1994). Thidiazuron은 천연 cytokinin의 자극에 대한 메카니즘과 유사하여 식물의 세포분열을 촉진하는 과정에서 발견되었으며 이 호르몬은 잎의 노화, 영양소 동원, 눈 휴면의 타파 및 종자의 발아 등을 포함하는 여러 가지 생리적 및 발달과정에 영향을 미치는 합성성장조절제이다. 특히, thidiazuron은 purine계 합성성장조절제보다도 더 생리 활성이 더 강한 것으로 알려져 있으며, 여러 목본성 식물 증식에도 사용되고 있다(Green, 1994;

*교신저자(Corresponding author)

Phone: +82-43-719-4207; Fax: +83-43-719-4200;

E-mail: jado@mfd.go.kr

Arndt and Rusch, 1985).

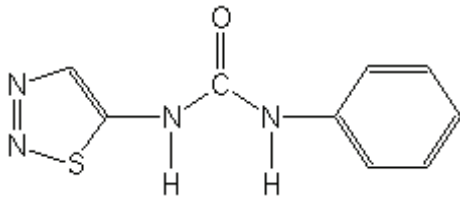


Fig. 1. Molecular structure of thidiazuron.

Thidiazuron은 현재 우리나라에서는 cytokinin과 유사한 활성을 나타내는 생장조절제로 등록되어, 주로 포도와 참다래의 착립증진과 과립비대촉진, 수박, 참외의 착과증진 목적으로 사용되고 있다. 식품 및 농축산물 중 잔류허용기준은 우리나라의 경우 농산물인 박과과채류(수박, 참외), 열대과일류(키위) 0.1 mg/kg, 장과류(포도) 0.2 mg/kg로 설정되어 있고, 미국의 경우 농산물에는 기준이 설정되어 있지 않으며, 육류, 육가공품 및 부산물 중 0.2 mg/kg, 우유 0.05 mg/kg로 설정되어 있다. 일본은 면화씨에 대하여 0.3 mg/kg으로 설정되어 있으며, 소, 돼지 등 축산물에 0.04~0.4 mg/kg, 우유 0.02 mg/kg으로 설정되어 있다. 반면, 국제식품규격위원회(FAO)의 thidiazuron의 잔류허용기준은 미설정 상황이다.

Thidiazuron 분석법 연구에 대한 보고로 물, 토양 등 환경매체에 대한 잔류분석과(Potter et al., 2000; Guo et al., 2010), 목화씨(Cai et al., 2009; Guo et al., 2005), 멜론(Wang et al., 2010), 사과와 토양(Hu et al., 2011) 등에서 HPLC-UVD를 이용한 분석법 개발이 있으며, 농산물 중 LC-MSD를 이용한 분석법(Kim et al., 2004)도 보고되어 있다. 우리나라는 식품공전에 포도, 참외, 키위 등을 적용 대상으로 HPLC-UVD를 이용한 분석법(식품공전, 2012, 제 10. 일반분석법, 4. 식품 중 잔류농약 분석법, 4.1.4.92 티디아주론(Thidiazuron) 분석법)이 등재되어 있다. 그러나, 식품 공전의 분석법은 등재 당시의 기술을 이용하여 제한적 관리 대상 품목을 위해 개발된 것으로, 최근의 잔류허용기준 설정 품목의 증가 등을 반영하지 못하고 있어, 넓은 적용범위를 가진 검증된 분석법이 요구되어왔다. 따라서, 본 연구는 최근 기술을 이용한 thidiazuron의 잔류성 분석법을 개발하고, 개발된 분석법을 활용하여, thidiazuron의 사용이 허가되어 있는 수박, 키위, 포도를 포함한 국민 다소비 식품 17품목을 대상으로 잔류실태조사를 수행코자 하였다.

재료 및 방법

1. 분석법 개선

a. 실험재료

분석법 개선의 적용 대상 작물은 현미, 포도, 감자, 수박, 키위, 고추로, 이 중 수박, 키위, 포도는 시험농약이 등록된 작물이다. 대상 농산물의 회수율 분석을 위한 공시험 재료는

유기 인증 또는 무농약 인증 농산물을 대형유통마트에서 구입한 후, 잔류농약분석용 식품 전처리 방법에 따라 처리하였다. 현미의 경우 분쇄, 포도, 수박, 키위, 고추의 경우 꼭지 부분 제거만을 한 후 수세 과정을 거치지 않고 마쇄, 감자의 경우 겉에 있는 흙을 제거하기 위한 간단한 수세 후 외피 제거 작업 없이 균질화하여 밀봉된 용기에 담아 -50 °C에 보관하면서 실험에 사용하였다.

b. 시약 및 장비

Thidiazuron 표준품은 Dr. Ehrenstorfer GmbH의(Dr. Ehrenstorfer GmbH, Augsburg, Germany), *n*-hexane, dichlormethane, methanol, acetone, acetonitrile 등은 Merck 사(Darmstadt, Germany)의 HPLC 급을 사용하였다. Sodium chloride와 sodium sulfate anhydrous는 Wako(Osaka, Japan), 여과지는 실리콘 처리된 Whatman-1 PS(Whatman International Ltd. London, England), 정제용 Sep-pak silica(1 g, 6 cc) 카트리지는 Waters사(Waters Corporation, Milford, MA, USA)의 것을 사용하였다.

c. 표준용액조제

Thidiazuron 표준품(순도 99.5 %) 20.1 mg을 acetonitrile 20 mL에 용해하여 1,000 µg/mL(1,000 ppm)의 표준원액을 조제하고 acetonitrile로 희석하여 표준용액을 조제하였다. 표준원액은 갈색병에 담아 4 °C에 보관하였으며, 표준용액은 분석시 표준원액을 acetonitrile로 희석하여 0.1, 0.2, 0.5, 1.0 및 5.0 µg/mL 가 되도록 조제하여 검량선을 작성하였다.

d. 분석기기

Thidiazuron 분석은 자외선 흡수 분광검출기가 장착된 HPLC system(Waters 2695, Waters Corporation, Milford, MA, USA)을 이용하였으며, 칼럼은 Capcellpak C₁₈(5 µm, 4.6 mm I.D. × 250 mm, Shisiedo, Japan)을 사용하였다. 이동상은 acetonitrile과 물을 농도구배조건으로 혼합하여 1.0 mL/min의 유속으로 사용하였다.

e. 실험방법

(1) 시료 중 대상물질 추출 및 정제

검체를 잘게 썰어 분쇄한 후 20 g을 정밀히 달아 용기에 취하고 acetone 100 mL를 넣어 5분간 고속으로 균질화한 후, 이를 여과지 및 여과보조제가 깔려있는 부호너깔때기에서 감압 여과하였다. 수분함량이 낮은 시료(현미)의 경우 물을 첨가하여 2시간 이상 방치하여 물에 불린 후 추출하였다. 여액은 40 °C 이하의 수욕상에서 농축하였으며, 잔류물은 분액깔때기로 옮겨 물 50 mL, 포화식염수 용액 10 mL, dichlormethane 100 mL를 넣고 강하게 흔들여 섞은 후 정지하여 dichlormethane층을 취하였다. 물 층에 다시 dichlormethane 50 mL를 넣고 위와 같이 되풀이하여 위의 dichlormethane층에 합한 후 이를 무수 sodium sulfato

Table 1. Analytical conditions and target commodities

Instrument	HPLC-UVD (waters, Alliance 2695, USA)
Column	Capcellpak C ₁₈ (5 μm, 4.6 mm I.D × 250 mm) Shiseido
Column temperature	40 °C
Mobile phase	Acetonitrile/Water (28/72, v/v)
Injection volume	20 μL
Wavelength	280 nm
Flow rate	1.0 mL/min
Target commodities	Hulled rice, grape, potato, watermelon, kiwi fruit, pepper

탈수하고 40 °C 이하의 수욕상에서 감압하여 용매를 모두 날려버린 다음 잔류물은 ethyl acetate 5 mL에 녹여 정제과정에 사용하였다. 미리 acetonitrile 10 mL로 활성화한 실리카 카트리지에 고정상 상단이 노출되기 전에 위 추출조작으로부터 얻은 시료액을 넣고 ethyl acetate 10 mL로 씻어 버린 다음 acetonitrile 10 mL로 용출하여 받은 시료액을 40 °C 이하의 수욕상에서 감압여과한 후 acetonitrile을 첨가하여 최종부피 2 mL가 되게 하여 시험용액으로 하였다.

(2) 기기분석

HPLC-UVD 분석과장은 thidiazuron이 최대 흡광도를 나타내는 280 nm로 설정하였으며, 이동상은 acetonitrile과 물을 혼합(28/72, v/v)하여 사용하였다. 이 조건에서 분석하였을 때 피크의 분리도가 양호함을 확인할 수 있었으며, 기기 분석 조건 및 분석법 설정을 위한 대표시료를 Table 1에 나타내었다.

(3) 회수율

분석방법의 회수율을 측정하기 위하여 대표농산물(현미, 포도, 감자, 수박, 키위, 고추)에 표준용액을 첨가하여 앞의 시료분석과정과 동일하게 분석하였다. 각 시료 중 thidiazuron의 최종농도는 0.05 및 0.5 mg/kg이 되도록 처리하였으며, 포도의 경우 잔류허용기준인 0.2 mg/kg, 수박과 키위의 경우 잔류허용기준인 0.1 mg/kg의 농도로 처리하여 회수율을 측정하였다. 회수율 측정은 각각의 농도 및 시료에 대하여 3번 반복하여 평균값과 상대표준편차를 구하였다.

2. 잔류실태 조사 모니터링 방법

a. 시료 선정, 수거 지역 및 검체 수거 방법

농산물 중 thidiazuron 실태조사를 위한 품목은 100대 다소비 식품 중 식품소비량을 근거로 식품원재료 분류를 고려하여 선정하였다. 이에 따라 쌀, 사과, 배, 복숭아, 오렌지, 딸기, 바나나, 파인애플, 키위, 포도, 수박, 참외, 토마토, 오이, 호박, 깻잎, 상추 총 17품목이 선정되었다. 검체 수거 지역은 우리나라 인구 분포를 고려하여 1,000,000명 이상 거주 지역

(통계청, 2010)을 조사한 후 확률비례추출법을 적용하여 9개 지역으로 선정하고, 이를 도시 인구분포에 따라 20곳으로 세분화하여 모니터링 지역을 선정하였다. 각 수거 지역에서 검체를 구입한 후 실험실로 바로 이송하여 전량을 균질화하였으며, 균질화 및 전처리 방법은 식품공전 중 식품 중 잔류농약분석법 부분 검체의 전처리 방법에 준한 다음 개별포장한 후 냉동 (-50 °C) 보관하여 분석 시 해동하였다.

b. 추출 정제 및 기기분석 방법

수거된 검체 중 thidiazuron 잔류 실태를 조사하기 위하여 검체의 추출 및 정제 방법과 기기분석은 앞서 기술한 방법에 준하였다.

결과 및 고찰

기기분석 조건 확립

Thidiazuron은 작물 중 독성학적 중요성이 인정되는 분해대사산물이 없어 잔류분의 정의는 모 화합물로 한정된다. Phenylurea계 화합물인 thidiazuron은 log Pow 값이 1.77로 극성이 있으며, 증기압이 4×10^{-6} mPa (25 °C)로 휘발성이 낮고 분자내 urea기의 열분해성으로 인하여 GLC로는 분석이 어려운 단점이 있다. 또한 urea기와 thidiazole ring이 내재하는 화학구조에서 예상되는 바와 같이 UV에서 강한 흡광성을 나타내므로 HPLC-UVD가 분석을 위한 최적의 기기로 판단되었다. 특히, 화학구조로 판단할 때 phenylurea기의 conjugation system이 있어, 비교적 장파장을 강하게 흡수할 것으로 판단되어, HPLC-PDA를 이용하여 200 nm-400 nm 까지 스캔한 결과 280 nm에서 최대 흡광도가 나타남이 확인되었다(Fig. 2).

Thidiazuron은 중간극성의 비헤리성 화합물로서 C₁₈을 사용한 역상 HPLC에서 충분히 분리가 가능하므로 acetonitrile/물(28/72, v/v) 혼합액을 등용매용리조건(isocratic)으로 분석하였다. 이 조건에서 해리현상이 없었으며 대칭형의 좋은 분리도의 피크를 얻을 수 있었고 높은 재현성과 감도도 확인되었다. 분석 시 column의 상태에 따라 피크의 모양이 넓어지는 등 이온화 현상이 발생 될 경우에는 phosphate buffer

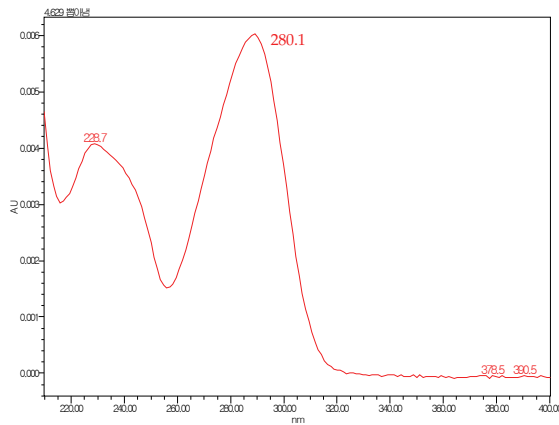


Fig. 2. HPLC-PDA spectrum of thidiazuron.

(pH 6-7)를 사용하여 해결이 가능하였는데, 이렇게 확립된 분석 조건에서 얻은 표준물질의 크로마토그램을 Fig. 3.에 나타내었다. 머무름 시간은 12.5분 대로 확인되었으며 직선성 (linearity)을 구하기 위하여 표준용액 0.1, 0.2, 0.5, 1.0 및 5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 20 μL 를 HPLC-PDA에 주입하여 분석한 결과 결정계수 (r^2) 0.999로써 높은 직선성을 보여주었다.

추출 및 정제 조건 확립

검체로부터 thidiazuron를 추출하기 위한 용매는 acetone을 사용하였다. Acetone은 대상성분과 유사한 물리·화학적 특성을 나타내는 잔류 농약을 추출하는데 사용되는 일반적인 용매이면서 극성 물질을 추출하기 위한 용매로, 이미 많은 연구자들에 의하여 유기인계 및 카바메이트계 농약뿐만 아니라 유사 특성의 극성 농약 추출에도 그 효과와 재현성이 인정된 바 있다. 추출용매로 acetone 외 methanol, acetonitrile을 사용하여 비교해본 결과, acetonitrile은 지방 함량이 많은 검체에서 잘 혼합되지 않고 응집되는 경향을 보이는 단점이 확인되었고, methanol은 극성 물질의 추출량이 다소 많아져 비극성 물질의 추출이 억제되는 장점이 있으나 수분이 많은 검체를 농축할 때 돌비(bumping) 현상이 심하여 낮은 회수율을 보였다. Thidiazuron은 극성이 있기 때문에 acetone을 완전하게 제거하지 않을 경우 액-액 분배과정에서 dichloromethane

으로의 분배 효율이 저하될 수 있으므로 주의하여야 한다고 알려져 있다(AOAC, 2000; US FDA, 1999).

검체 추출액로부터 불순물을 1차적으로 제거하기 위해 액-액 분배법을 실시하였다. 액-액 분배법은 불순물 제거를 위해 가장 보편적으로 사용하는 방법으로 본 연구에서는 추출액 중 acetone을 제거하여 분배 대상액의 부피를 줄이고, 포화 NaCl 용액을 첨가하여, 염석 효과에 의한 높은 분배 효율을 확보하는 과정으로 구성되어 있다. Acetone 추출액은 농축하지 않은 상태로 물로 희석하고 NaCl을 첨가하였을 경우 분배효율이 0~43 %로 저조하여 사용할 수 없었다. 또한 유지 및 비극성 간섭물질을 추가로 정제하기 위하여 n-hexane: acetonitrile 분배법도 적용하였다. 이렇게 액-액 분배에 의하여 1차 정제과정을 거친다 하더라도 불순물이 100% 제거되지 않으므로 본 분석에서는 추가 정제를 위한 흡착크로마토그래피 즉, SPE를 이용하여 2차 정제과정을 확립하였다. 흡착제 선정에 대해 thidiazuron의 극성을 고려하여 florisil과 silica gel 및 aminopropyl (NH_2) cartridge를 비교한 결과, florisil은 극성이 강한 물질에 대한 흡착 분배가 높고 회수율이 silica보다 낮음을 확인 할 수 있었다. 약산성 화합물이나 이온화화합물의 흡착력이 뛰어난 aminopropyl cartridge는 thidiazuron이 이온화가 쉽게 이루어지는 물질이 아니라서 물질의 흡착도 이루어지지 않고 모두 용출되는 단점이 있었다. 따라서, 극성 물질의 흡착이 가능한 SPE 중 silica cartridge가 본 시험에 가장 적합하였고, SPE 추출 용매로는 acetone, acetonitrile, methanol을 비교한 결과 acetonitrile이 가장 적합한 것으로 확인되었다.

정량한계 및 선택성

본 시험법을 통한 검출한계(LOD, Limit of Detection)는 최소 검출량이 2.0 ng ($S/N \geq 3$)으로, 계산 결과 0.01 mg/kg으로 설정하였으며, 정량한계 (LOQ, Limit of Quantitation)는 기기상의 최소 검출량 10.0 ng ($S/N \geq 10$)을 기준으로하여, 0.05 mg/kg으로 설정하였다. 현재 식품공전 잔류농약 분석법의 정량한계는 해당 농약의 잔류허용기준 (MRL)의 1/2 이하 농도이거나 0.05 mg/kg 이하를 요구하고 있어 본 분석법에 의한 정량한계인 0.05 mg/kg은 적합한 것으로 나타났다.

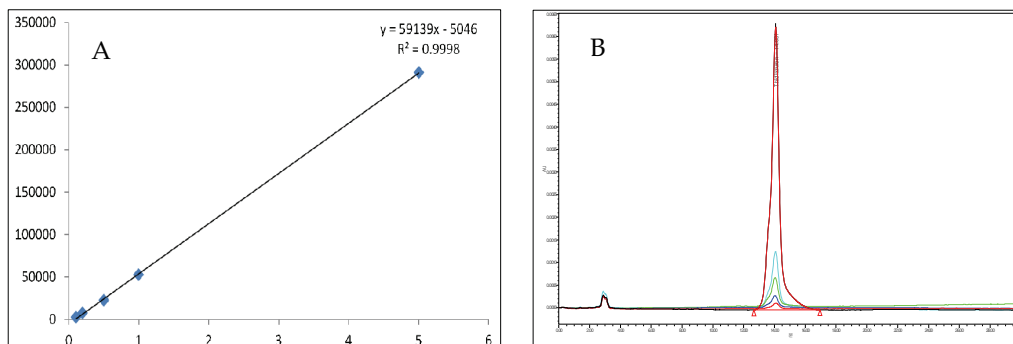


Fig. 3. Calibration curve (A) and chromatograms (B) of thidiazuron standard.

Thidiazuron의 선택성은 현미, 포도, 감자, 수박, 키위 및 고추 무처리 검체와 이들 검체에 표준용액을 첨가한 검체의 크로마토그램의 비교를 통해 판단하였는데, 무처리 검체 중 thidiazuron과 같은 머무름 시간대에 어떠한 방해물질도 검출되지 않아 thidiazuron 분석을 위해 선택성, 분리능이 적합함을 확인할 수 있었다(Fig. 4).

분석법의 회수율

분석법 검증을 위하여 곡류의 경우 현미, 채소류의 경우 고추, 서류의 경우 감자, 과일류의 경우 MRL이 설정된 수박, 키위, 포도에 대하여 회수율 시험을 수행하였다. 회수율 시험은 정량한계, MRL 농도 수준에서 3반복으로 수행한 결과 각

시료의 0.05 mg/kg 처리농도에서 76.4~91.2 %, 0.5 mg/kg 처리농도에서 86.9~95.7 %로 나타났다(Table 3). 국제식품규격위원회의 잔류농약 분석에 대한 우수실험실가이드라인(CAC/GL 40-1993, Rev.2003, Amd. 2010, Guidelines on Good Laboratory Practice in Pesticide Residue Analysis)에서는 > 0.01 mg/kg ≤ 0.1 mg/kg 농도에서 실험할 경우 회수율 범위를 70~120 %로, > 0.1 mg/kg ≤ 1 mg/kg 농도에서 실험할 경우 회수율 범위를 70~110 %로 규정하고 있으며, 이때 반복 회수율 간 변이계수는 20 및 15 % 이하로 규정하고 있으므로, 본 연구에서 확립한 시험법은 적합한 것으로 판단된다.

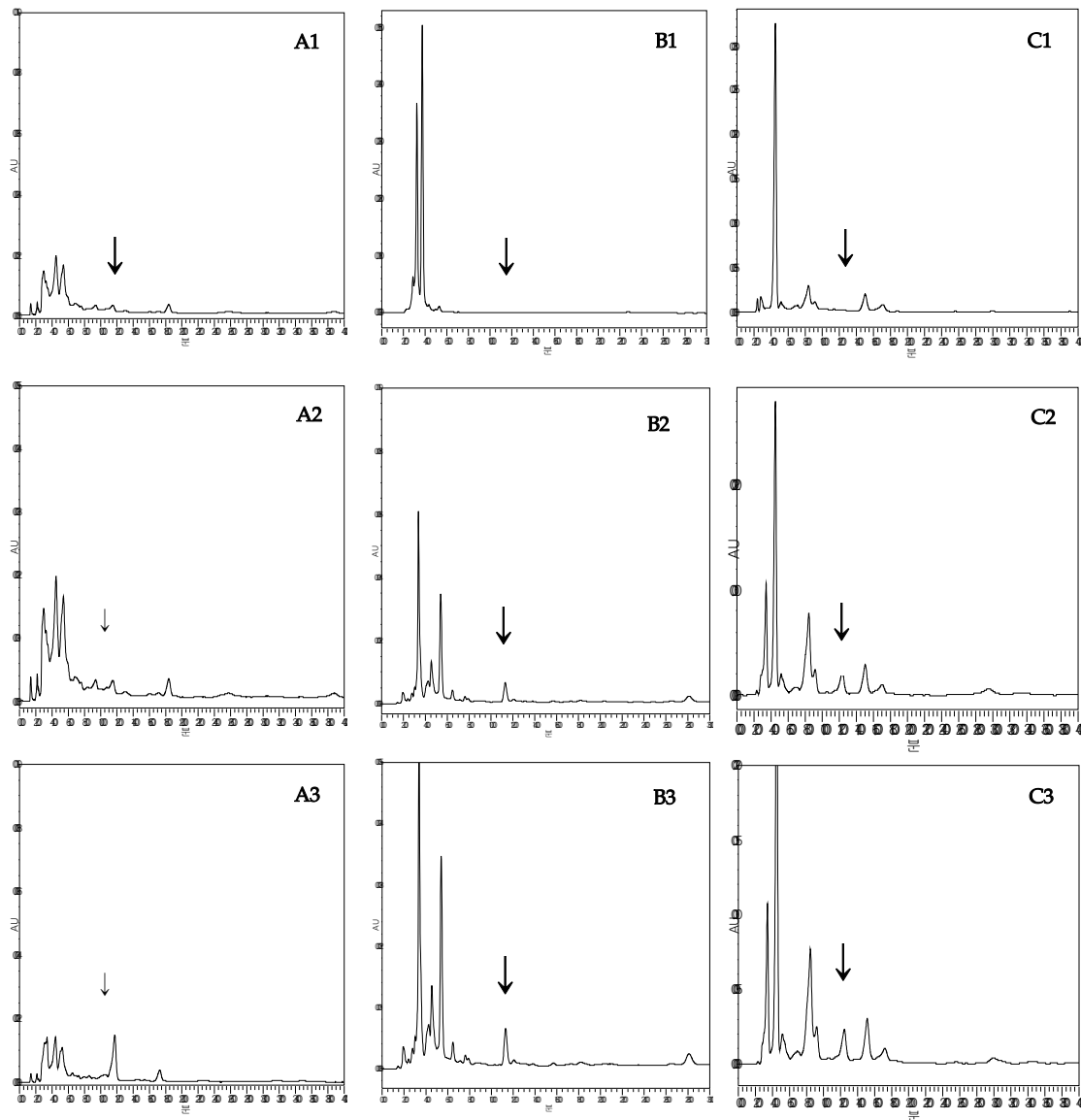


Fig. 4. HPLC-UV chromatograms of thidiazuron A1; control of kiwi fruit, A2; at 0.05 mg/kg (spiking) in kiwi fruit, A3 at 0.1 mg/kg (spiking) in kiwi fruit, B1; control of watermelon, B2; at 0.05 mg/kg (spiking) in watermelon, B3; at 0.1 mg/kg (spiking) in watermelon, C1; control of grape, C2; at 0.05 mg/kg (spiking) in grape, C3; at 0.2 mg/kg (spiking) in grape.

Table 2. Recoveries of thidiazuron by switching of SPE cartridges and elution solvent without sample matrix.

SPE cartridge	Elution solvent	Recovery±RSD (%)
Silica	Acetone	N.D.*
	Acetonitrile	99.9±4.1
	Methanol	91.2±6.9
Florisil	Acetone	94.5±3.5
	Acetonitrile	91.4±6.2
	Methanol	92.1±4.7
Aminopropyl	Acetone	N.D.
	Acetonitrile	N.D.
	Methanol	N.D.

*N.D. : Not Detected

Table 3. Recovery results of analytical method for thidiazuron

Sample	Fortified Concentration. (mg/kg)	Recovery* ± RSD (%)
Hulled rice	0.05	91.2±2.4
	0.5	89.2±3.1
Pepper	0.05	87.2±2.9
	0.5	92.1±3.2
Grape	0.05	89.5±3.2
	0.2	94.0±5.2
Kiwi fruit	0.05	86.5±2.8
	0.1	88.5±1.3
Watermelon	0.05	91.2±4.2
	0.1	95.7±6.3
Potato	0.05	76.4±5.2
	0.5	86.9±2.1

* Mean values of triplicates with relative standard deviation

국내 유통 농산물 중 thidiazuron의 잔류 실태 조사

시중에서 유통 중인 농산물 쌀 등 17품목 358건에 대한 잔류실태를 조사한 결과 thidiazuron은 모든 농산물에서 검출되지 않았다. 생장조정제 사용이 허가되어 있는 수박, 키위, 참외, 포도 4품목에 대해서도 모두 검출되지 않았음을 확인하였고, 그 결과를 Table 4에 나타내었다.

요 약

Thidiazuron은 1976년 Plant Physiology 발표를 통해 생장조정제로 알려진 이후, 현재 우리나라에서도 생장조정제로 수박과 참외의 착과 증진 및 참다래의 과실비대 촉진, 포도의 과립 비대 증진 및 착립 증진 등을 위해 등록되어 사용되고 있다. Thidiazuron의 분석법은 식품공전에 수제되어

Table 4. Monitoring concentration of thidiazuron in agricultural commodities in Korea

Type	Group	No. of samples	Residue concentration (mg/kg)
Cereal grains	Rice	22	ND*
	Apple	20	ND
Fruits	Pear	20	ND
	Orange	20	ND
	Peach	23	ND
	Strawberry	18	ND
	Banana	20	ND
	Pineapple	21	ND
	Grape	21	ND
	Kiwi fruit	24	ND
	Watermelon	22	ND
	Tomato	22	ND
Vegetables	Cucumber	21	ND
	Squash	21	ND
	Perilla leaves	20	ND
	Lettuce (leaf)	22	ND
	Korean melon	21	ND
	Total	358	ND

*ND : <0.05 mg/kg

있으나, 등재 당시의 기술 이용, 일부 시험 대상 품목에 대한 적용 등으로, 최근의 잔류허용기준 설정 품목의 증가와 분석기기 및 기술 발달을 반영하여 검증된 분석법으로 개선코자 하였다. 더불어, 개발된 분석법을 활용하여, thidiazuron의 사용이 허가되어 있는 수박, 키위, 포도를 포함한 국민 다소비 식품 17품목에 대한 잔류실태조사도 수행하였다. 개발된 분석법의 회수율은, 현미 89.2~91.2%, 고추 87.2~92.1%, 감자 76.4~86.9%, 수박 91.2~95.7%, 키위 86.5~88.5%, 포도 89.5~94.0% 였으며, 반복 회수율 간 변이계수는 10% 이하였다. 또한 개발된 분석법으로 우리나라에서 유통되고 있는 다소비 농산물 쌀, 상추, 사과 등 17품목 358건에 대해 농약 잔류실태를 조사한 결과 모든 시료에서 thidiazuron은 검출되지 않았다.

Acknowledgment

This research was supported by a grant (12161KFDA022) from Korea Food and Drug Administration in 2012.

References

- AOAC, 2000. Pesticide and industrial chemical residues, In official method of analysis, 17th., pp 1-88, AOAC International, Arlington, VA, USA.
- Arndt F.R., Rusch R., 1985. A new cotton defoliant. *Plant Physiol.* 57 : 99.

- CAI, D.L., Chen J.X., Chen L.H., NIE S.Q., Wang, C.G., 2009. Residue detection and degradation of 50 % thidiazuron WP in leaves and seeds of cotton and soil. *Modern Agrochem.* 8, 40~43.
- Green D.W., 1989. Regulation of fruit set in treefruits with plant growth regulators. *Acta Hort.* 239, 323-333.
- Green, D.W., 1994, Combination sprays with benzyladenine to chomically thin spur-type 'Delicious' apples. *HortScience.* 29, 887-890.
- Guo YZ., 2010. Residual determination method of thidiazuron, diuron and their metabolites in soil. *Anhui Agric Sci.* 38, 856-857.
- Guo, Y.Ze., Zhang Y.T., Song S.R., Liu, L., Liu F.L., 2005. A method for determination residues of thidiazuron and its isomers in cotton seeds and soil. *Chin J Pesic.* 44, 123-124.
- Hu, Ji-Ye., Hu, Ya-Qin Chen, Yang., Yang, Tao,, 2011, High performance liquid chromatography method for residues analysis of Thidiazuron in apple and soil, *Bulletin of Environmental Contamination and Toxicology*, Volume 87, 4, 448-451.
- Kim H.J., Park K.A., Tu O.J., Choe B.C., 2004, Determination of nine pesticide residues in agricultural products by LC-MSD, *Report of S.I.H.E.*, 40:59~69.
- Lepold, A.C., M. Kawase, 1964. Benzyladenine effects on bean leaf growth and senescence. *Amer. J. Bot.* 51, 294-298.
- Lin C.H., *et al*, 1994. The effect of stratification and thidiazuron treatment on germination protein synthesis of *Pyrus Serotina Rehd CV. Niauxli*. *Annals of Botany.* 73, 515-523.
- Murthy, B.N.S., Murch S.J., Saxena P.K., 1998. Thidiazuron : A potent regulator of in vitro plant morphogenesis. *In vitro Cell Dev. Biol. plant.* 34, 267-275.
- Potter T.L., Marti, L., Belflower, S., Truman, C.C., 2000. Multiresidue analysis of cotton defoliant, herbicide, and insecticide residues in water by solid-phase extraction and GC-NPD, GC-MS, and HPLC diode array detection. *J. Agric Food Chem.* 48, 410-418.
- Wang, X., Liu X.G., Dong, F.S., An, J.J., Zhen, Y.Q., 2010. Residue and degradation of thidiazuron in melon and soil, *Environ Chem.* 29, 277-280.