

생약 중 Fenpyroximate의 분석법 연구

이주희 · 이윤정¹ · 강인호¹ · 김도훈¹ · 강신정¹ · 안경아 · 이륜경 · 서상철 · 이정림*

대구지방식품의약품안전청 유해물질분석과, ¹식품의약품안전평가원 생약연구과

Analytical Methods of Fenpyroximate in Herbal Medicines

Ju-Hee Lee, Yoon-Jeong Lee¹, In-Ho Kang¹, Do-Hoon Kim¹, Shin-Jeong Kang¹, Kyung-A An, Ryun-Kyung Lee, Sang-Chul Suh and Jeong-rim Lee*

Hazardous Substances Analysis Division, Daegu Regional Food & Drug Administration, Daegu 704-940, Korea

¹Herbal Medicine Research Division, National Institute of Food and Drug Safety Evaluation, Chungcheongbuk-do 363-951, Korea

(Received on May 16, 2014. Revised on June 20, 2014. Accepted on July 10, 2014)

Abstract Fenpyroximate is acaricide of pyrazole group. This acaricide have already been permitted for herb cultivation. This experiment was conducted to establish a determination method for fenpyroximate residue in herbal medicines using HPLC-PDA and HPLC-MS/MS. Fenpyroximate residue was extracted with acetone from samples of herbal which Liquorice Root (*Glycyrrhiza uralensis*) and Safflower Seed (*Carthamus tinctorius* Linne). The extract was diluted with saturated saline water and dichloromethane liquid-liquid partition (extraction) was followed to recover fenpyroximate from the aqueous phase. Amino propyl (NH₂) and florisil column chromatography was additionally employed for final clean up of the extract. The fenpyroximate was quantitated by HPLC-PDA and HPLC-MS/MS. The herbals were fortified with fenpyroximate at 2 or 3 levels per crop. Mean recovery ratio were ranged from 72.0 to 106.4%. The coefficients of variation were ranged from 0.2 to 4.4. Therefore, this analytical method was reproducible and sensitive enough to determine the residue of fenpyroximate in herbal medicines.

Key words Fenpyroximate, Herbal medicine, HPLC-MS/MS, HPLC-PDA, LOQ

서 론

Fenpyroximate (Fig. 1)는 phenoxypyrazole계 살충제로서(B.L. Halvorsen 등, 2000) 알, 유충, 성충의 전 생육단계에 대하여 활성을 나타낸다(Young-Ho J. 등 2004). 이 농약은 곤충 체내 에너지 대사 중 전자전달계와 산화적 인산화 단계에서 NADH₂에서 Ubiquinone 산화환원(complex I)의 양성자 전달을 저해함으로써 응애류에 살충효과를 보인다(Hyun-Ja 등 2005).

이 농약은 주로 액상수화제 형태로 사용되는 살충제로서 수확 2~14일전까지 사용함으로써 사과응애, 점박이응애, 차응애, 차면지응애, 담배가루이 등을 방제하는 목적으로 사용

된다(Korea Crop Protection Association, 2014). 식품의약품 안전처에서 설정하고 있는 생약의 잔류농약허용기준은 홍화자가 0.2 mg/kg이고 감초가 0.1 mg/kg이다(Ministry of Food and Drug Safety, 2013).

Fenpyroximate는 Fig. 1에 나타낸 바와 같이 분자 내에 피라졸 환이 포함되어 있으며, acetone에 150 g/l의 용해성을 보이며, *n*-octanol/water 분배계수(log Kow, 20°C)는 5.01로 알려진 극성이 높고 산과 알칼리 조건에 안정적인 화합물이다. 쥐에서 반수치사량을 나타내는 급성 경구독성은 수컷에서 480 mg/kg 암컷에서 245 mg/kg이었으며 급성경피 독성은 2,000 mg/kg 이상으로 피부에 대한 자극은 거의 없거나 낮은 수준으로 알려져 있다. 또한 쥐에 대한 무작용량(NOEL, No effect level)은 수컷의 경우 0.97 mg/kg이고 암컷의 경우 1.21 mg/kg이며 일일 섭취 허용량(ADI, acceptable daily intake)은 0.01 mg/kg b.w./day이다(BCPC, 2012).

*Corresponding author

Tel: +82-53-592-7139, Fax: +82-53-592-2712

E-mail: leejr84@korea.kr

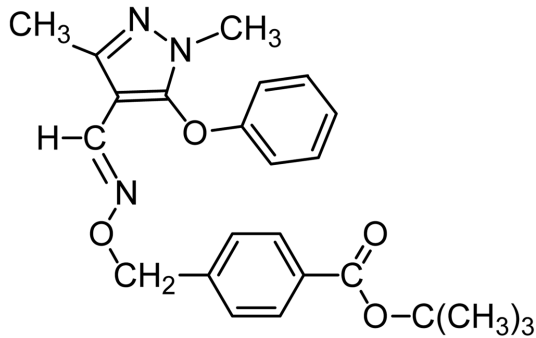


Fig. 1. Molecular structure of fenpyroximate.

최근 들어 동서양을 막론하고 한약에 대한 관심이 증가함에 따라 동아시아 국가들은 한약재 생산에 주력하고 있다. 한약재 재배로 인한 병해충 방제를 위해 농약이 사용되고 있으나 잔류농약의 관리를 위한 생약 중 잔류농약 시험법 등 그 관리에 문제가 나타나고 있다(Ju-hee L. 등, 2010). 유통농산물의 농약 잔류검사는 국립농산물품질관리원을 중심으로 이루어지고 있으며 수입 농산물 혹은 한약의 경우 식품의약품안전처에서 안전관리를 하고 있다(Jang Eok K. 등, 2008).

국내 식품의약품안전처 고시 “대한민국약전”에 따르면 fenpyroximate의 분석법은 시료를 70% acetone을 이용해 추출한 이후 여과하여 hexane으로 액-액 분배를 하고 florisil을 이용하여 정제를 한 액을 시험용액으로 분석하도록 되어 있다. 그러나 이 분석법을 따라 fenpyroximate를 분석하면 간섭피크로 인해 회수율을 구할 얻을 수 없어 정확성이 떨어져서 fenpyroximate 분석법으로는 올바른 잔류량을 산출하기 어렵다(Do Hoon K. 등, 2012). 따라서 본 연구에서는 fenpyroximate의 분석을 위해 HPLC-PDA를 이용한 분석법과 HPLC-MS/MS를 이용한 분석법 2가지로 분석하여 현행 식품의약품안전처 고시의 분석법보다 보다 정확하고 정밀한 분석방법을 확립하여 생약 안전관리를 위한 분

석효율 향상 및 수입 생약의 잔류농약 분석에 활용 가능한 기초 자료를 제공하고자 한다.

재료 및 방법

시약 및 기구

Fenpyroximate의 분석용 표준품은 순도 99% 이상의 표준품을 Dr. Ehrenstorfer GmbH (Germany)로부터 구입하여 사용하였다. 표준품의 stock solution은 acetonitrile에 500 mg/l의 농도로 조제하여 4°C 냉장고에 보관하면서 필요시마다 stock solution을 소정의 농도로 희석하여 사용하였다. 아미노프로필(NH₂) 카트리지는 1 g, 6 ml 규격으로써 Waters (USA)로부터 구입하여 사용하였다. 기타 유기용매 및 시약은 특급시약 또는 잔류농약분석용을 사용하였다. 감압농축기는 Buchi (Switzerland)를 사용하였고 생약 시료는 Omni mixer (USA)를 이용하여 마쇄, 균질화 및 추출하였다.

생약 시료

식품의약품안전처 고시 “대한민국약전”에 따라 fenpyroximate의 잔류허용기준이 설정되어져 있는 감초 및 홍화자를 시료로 선정하였다. 분석에 사용한 감초 및 홍화자는 국내 최대 한약재 유통시장인 대구 약령시에서 구입한 후 관능검사를 실시하여 대상 시료가 적절한 약재임을 확인 후 사용하였다.

HPLC-PDA 기기분석 조건

생약 중 fenpyroximate의 기기분석은 HPLC는 Shiseido NANO Space (Japan) 모델을 사용하였고 칼럼은 역상 칼럼인 Capcell pak C18 UG120(4.6 mm i.d. × 250 mm, 5 μm)을 사용하였으며, 기타 자세한 분석 조건과 HPLC의 gradient 조건은 Table 1과 같다.

Table 1. HPLC operating conditions for fenpyroximate analysis

HPLC system	Shiseido NANO SPACE SI-2 HPLC with PDA		
Column	Capcell pak C18 UG120 (4.6 mm i.d. × 250 mm, 5 μm, Shiseido, Japan)		
Column temp.	40°C		
	Run time (min)	Acetonitrile (%)	Water (%)
	-	70	30
Mobile phase (Gradient mode)	2	70	30
	10	50	50
	20	70	30
	30	70	30
Flow rate	1.0 ml/min		
Detective wavelength	254 nm		
Injection Vol.	20 μl		

Table 2. HPLC operating conditions for fenpyroximate analysis

HPLC system	Agilent Technologies 1200 HPLC system
Column	X Bridge C18 (2.1 mm i.d. × 100 mm, 3.5 μm, Waters, USA)
Column temp.	25°C
Mobile phase	Acetonitrile : 0.2% Formic acid in Water (70:30, v/v)
Flow rate	0.2 ml/min
Injection Vol.	2 μl
Ionization	ESI positive - ion mode

Table 3. MS/MS operating condition of fenpyroximate analysis

MS/MS system	Applied Biosystems API 3200
Curtain gas (CUR)	10.0
Collision gas (CAD)	3
Ion spray voltage (IS)	5500
Ion source gas (GS1, 2)	10, 0
Declustering potential (DP)	36
Entrance potential	5
Fragment monitored (Q1, Q3 m/z)	(422, 366), (422, 138)

HPLC-MS/MS 기기분석 조건

생약 중 fenpyroximate의 기기분석은 분석의 재현성을 극대화하기 위한 조건으로 수행하였다. 즉, HPLC는 Agilent 1200 series (USA)를 사용하였고 칼럼은 역상 칼럼인 X Bridge C18 (2.1 mm i.d. × 100 mm, 3.5 μm, Waters, USA)을 사용하였고, 기타 분석 조건은 Table 2과 같다. 한편 MS/MS 분석장비는 API 3200 series Quadruple MS/MS를 사용하였고, 자세한 분석조건은 Table 3에 나타내었다.

시료 추출 및 정제법 I (HPLC-PDA)

생약을 분쇄하여 표준체 20 mesh를 통과하도록 한 시료 2 g에 70% acetone 100 ml를 가하여 Omni Mixer 호모게나이저를 이용하여 추출하였다. 이 추출액을 buchner funnel에 여과보조제인 celite 545를 이용하여 여과하고 여분의 70% acetone으로 시료 잔류물 및 용기를 씻어 내려 앞서의 여액과 합하였다. 합친 여액을 40°C에서 감압농축하여 acetone을 날려버린 후 그 여액을 1 l 분액여두로 옮긴다. 분액여두에 50 ml 포화식염수와 450 ml의 증류수를 넣고 dichloromethane 50 ml를 가하고 1분간 진탕한 후 층이 완전히 분리될 때까지 정치하여 dichloromethane 층을 anhydrous sodium sulfate 층에 통과시켜 받는 과정을 3회 반복하였다. Dichloromethane으로 분배한 액을 40°C 수욕상에서 감압농축하고, 건고물을 5 ml의 dichloromethane으로 재용해하여 정제용 시료로 사용하였다.

아미노프로필 카트리지를 dichloromethane 5 ml를 이용하여 활성화 한 후 이 칼럼의 상부에 상기의 5 ml로 재용해한

시료를 가하고, 계속해서 dichloromethane/ethyl acetate (98/2, v/v) 7 ml로 용출시켜 총 12 ml를 받아 40°C 수욕상에서 감압농축 후 다시 hexane 5 ml로 재용해 하였다. 이후 내경이 14 mm, 길이 40 cm의 유리제 칼럼에 florisil 10 g을 hexane에 습식충진 시킨 칼럼의 상부에 상기의 5 ml 재용해한 시료를 가하고 계속해서 hexane/acetone (8/2, v/v) 70 ml로 용출시켜서 받았다. 이렇게 모은 시료액을 40°C 수욕상에서 감압농축하여 2 ml acetonitrile에 재용해하고 0.45 μm 필터로 여과한 액을 기기분석 시험액으로 사용하였다.

시료 추출 및 정제방법 II (HPLC-MS/MS)

생약을 분쇄하여 표준체 20 mesh를 통과하도록 한 시료 2 g에 증류수 20 ml를 이용하여 한 시간 이상 충분히 습윤화 시킨 후 acetonitrile 50 ml를 가하여 Omni Mixer 호모게나이저를 이용하여 추출하였다. 이 추출액을 Buchner funnel를 이용하여 여과하고 그 여액을 500 ml 분액여두로 옮겼다. 분액여두에 염화나트륨 약 5 g을 넣고 1분간 진탕한 후 층이 완전히 분리될 때까지 한 시간 이상 정치하여 acetonitrile 층을 물과 완전히 분리하여 acetonitrile 20 ml를 분취하여 40°C 수욕상에서 감압농축하고 난 후 건고물을 5 ml의 dichloromethane으로 재용해하여 카트리지를 정제용 시료로 사용하였다.

아미노프로필 카트리지를 dichloromethane 5 ml를 이용하여 활성화 한 후 이 칼럼의 상부에 상기의 5 ml로 재용해한 시료를 가하고, 계속해서 dichloromethane/ethyl acetate (98/2, v/v) 7 ml로 용출시켜 총 12 ml를 받아 40°C 수욕상에서 감압농축하였다. 건고물을 2 ml acetonitrile에 재용해하고 0.45 μm 필터로 여과하여 기기분석 시험액으로 사용하였다.

표준검량선 및 분석정량한계(Limit of quantification, LOQ)

Fenpyroximate의 농도별 표준용액은 stock solution을 적절한 농도가 되도록 각각 희석하여 표준검량선을 작성하였다. 분석법의 정량한계는 무처리 생약시료에서 간섭물질이 존재하지 않음을 확인한 후, 분석기기의 정량한계, 시료의 양 그리고 분석과정 중의 농축배율을 계상하여 아래의 식에 의하여 산출하였다(Young-Hak K., 2011).

$$\text{LOQ (mg/kg)} = \frac{\text{기기 정량한계(ng)} \times \text{시료 용액(ml)}}{\text{주입량(}\mu\text{l)} \times \text{시료의 양(g)}}$$

분석법의 대표 생약에 대한 fenpyroximate의 회수를 검정

본 연구에서 확립한 fenpyroximate 잔류분석법의 효율 및 신뢰성을 검정하기 위하여 앞서 2가지 시험법 각각에 대하여 처리농도 2수준 3반복으로 회수를 시험을 수행하였다. 즉 무처리 생약 시료 각 2g에 감초의 경우 0.5 및 1.0 mg/kg 홍화자의 경우 0.2 및 1.0 mg/kg 농도로 표준용액을 첨가한 후, 시료 추출 및 정제방법 I (HPLC-PDA) 방법으로 분석과정을 수행하여 회수율과 분석오차를 측정하였다. 시료 추출 및 정제방법 II (HPLC-MS/MS) 방법을 이용하여 감초는 0.05, 0.1 및 0.2 mg/kg 농도로, 홍화자는 0.1, 0.2 및 0.5 mg/kg 농도로 표준용액을 첨가한 후 분석과정의 회수율과 분석오차를 측정하여 I과 II의 각각의 방법으로 분석하였다.

결과 및 고찰

검량선의 직선성

Fenpyroximate의 농도별 표준용액을 적절히 조제하고 각 HPLC-PDA 및 HPLC-MS/MS 기기 조건에 주입, 분석하여 얻은 표준검량선의 회귀방정식은 Table 4와 같이 우수하였다.

Fenpyroximate의 크로마토그램

본 연구에서 제시한, 시료 추출 및 정제방법 I (HPLC-PDA)을 이용하여 생약인 감초에 대한 회수율 시험을 적용한 결과 Fig. 2에서 나타낸 바와 같이 무처리 시료(감초)의 최종 시료용액에서 대상농약과 비슷한 머무름 시간에 간섭물질이 존재하여 기기분석에 애로사항이 발생하였으나, 무처리(홍화자) 시료를 이용한 시험법에서는 최종 시료 용액에서 대상농약과 동일한 머무름 시간에 간섭물질이 존재하지 않음을 확인하였다(Fig. 3). 그리고 시료 추출 및 정제방법 II (HPLC-MS/MS)를 이용한 시험법에서는 2가지 시료

Table 4. Calibration curves of fenpyroximate by HPLC-PDA and HPLC-MS/MS

Detector	A*	B*	R ² **	MDA***
PDA	700	13045	0.9999	2.0
MS/MS	861	10010	0.9996	0.01

* : Parameter of calibration curves Y = BX + A

** : Linearity of calibration curves

*** : Minimum detectable amount(ng)

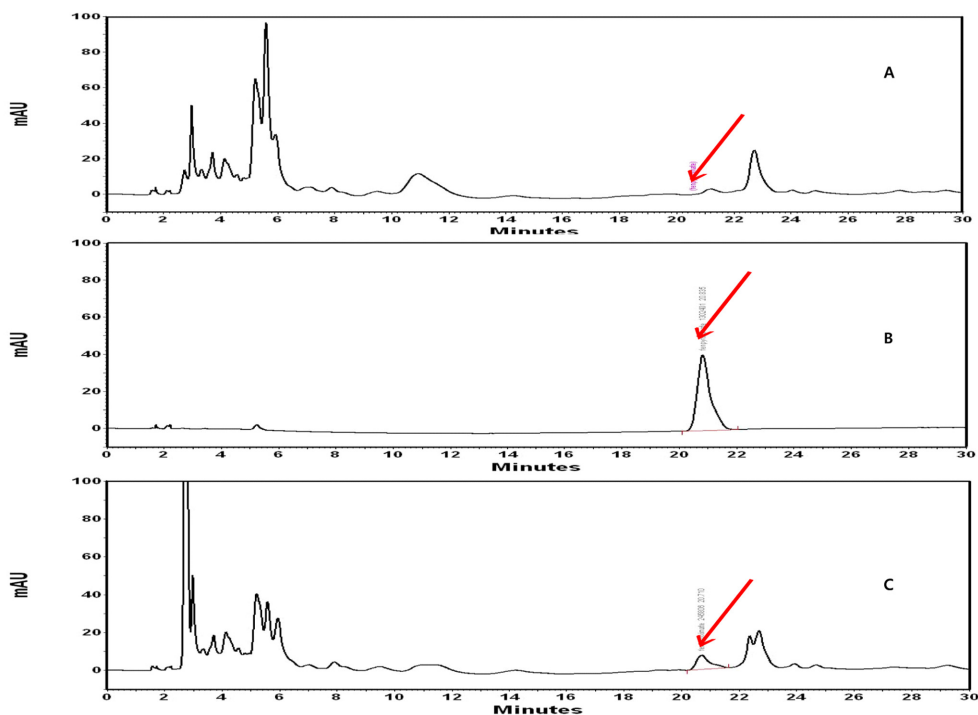


Fig. 2. HPLC-PDA chromatogram of extracts of herbal medicines(Liquorice Root). A, control; B, standard; C, fortified with fenpyroximate at 1.0 mg/kg.

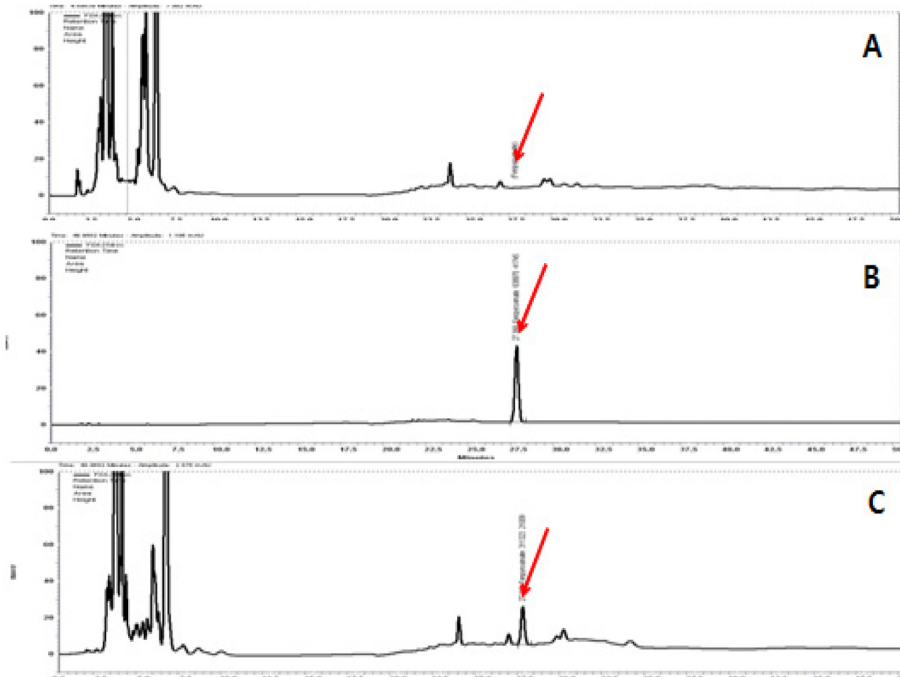


Fig. 3. HPLC-PDA chromatogram of extracts of herbal medicines(Safflower Seed). A, control; B, standard; C, fortified with fenpyroximate at 1.0 mg/kg.

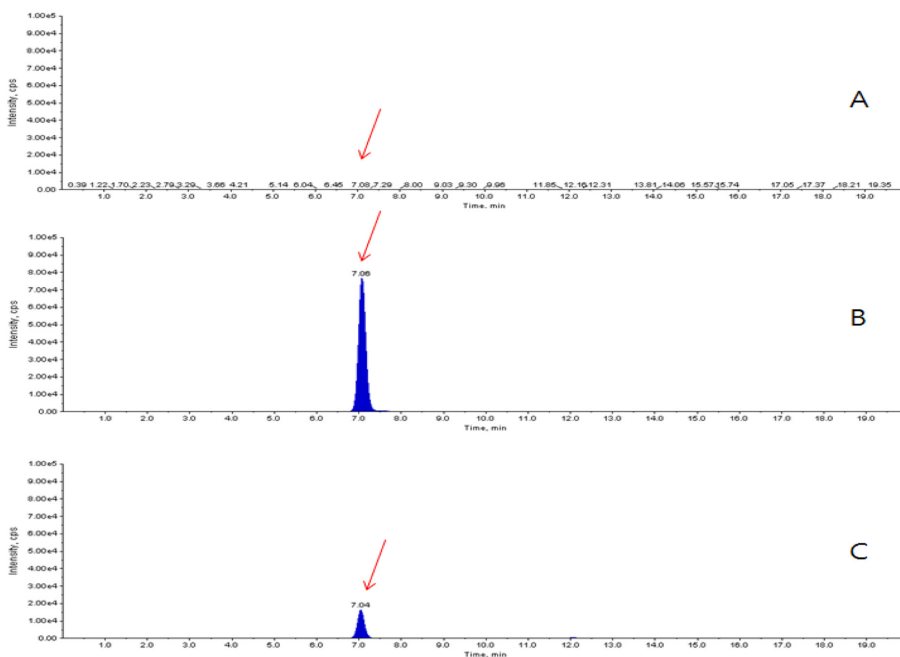


Fig. 4. HPLC-MS/MS chromatogram of extracts of herbal medicines (Liquorice Root). A, control; B, standard; C, fortified with fenpyroximate at 0.2 mg/kg.

모두에서 기기분석 시간 전반에 걸쳐서 간섭피크가 발생하지 않았다(Fig. 4-5).

Fenpyroximate의 회수율 및 검출한계

본 연구에서 확립한 시료추출 및 정제 그리고 기기분석

과정을 대표 생약 2가지에 적용한 결과 Table 5에 나타난 바와 같은 결과를 얻었다. 분석기기의 정량한계는 HPLC-PDA를 이용한 분석법에서는 대상 생약별로 0.04 또는 0.1 mg/kg 수준이었으며 그에 따른 2구간에서의 회수율 시험결과 감초에서는 0.5 mg/kg 처리 수준에서 72.0%의 회수

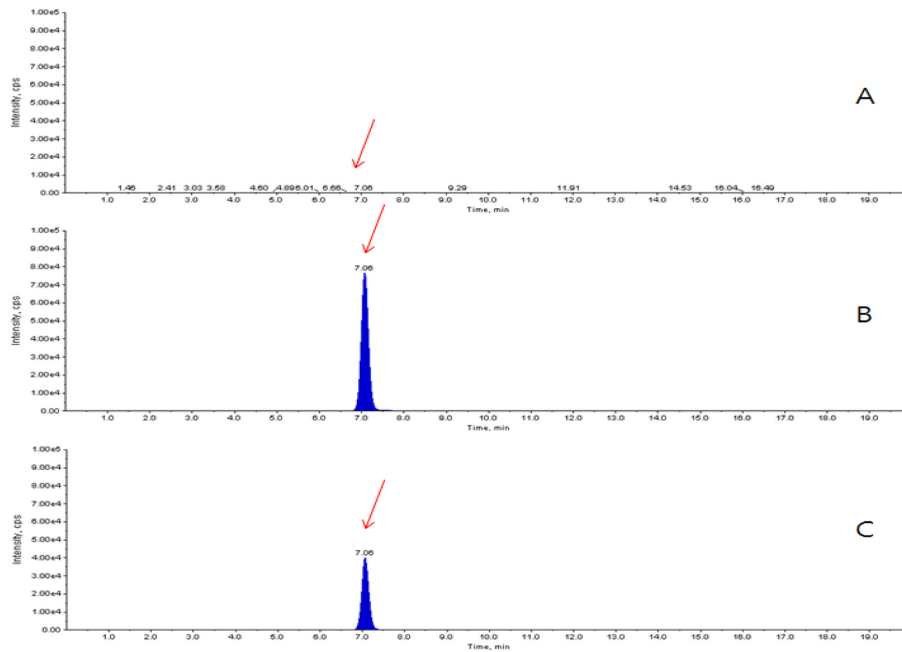


Fig. 5. HPLC-MS/MS chromatogram of extracts of herbal medicines (Safflower Seed). A, control; B, standard; C, fortified with fenpyroximate at 0.5 mg/kg.

Table 5. Recoveries and SD(standard deviation) of fenpyroximate by HPLC-PDA and HPLC-MS/MS

Herb	Detector	Fortification amount (mg/kg)	Recovery \pm SD (%)	LOQ (mg/kg)
Liquorice Root	PDA	0.5	72.0 \pm 0.3	0.1
		1.0	94.1 \pm 0.2	
		0.05	105.6 \pm 1.8	
Safflower seed	MS/MS	0.1	101.9 \pm 1.7	0.01
		0.2	100.4 \pm 2.7	
		0.2	95.5 \pm 4.4	
Safflower seed	PDA	1.0	96.6 \pm 2.6	0.04
		0.1	95.4 \pm 3.5	
		0.2	106.4 \pm 3.2	
	MS/MS	0.5	106.4 \pm 2.0	0.01

율에 표준편차가 0.3로 나타났으며 1.0 mg/kg 처리 수준에서는 94.1%의 회수율에 표준편차가 0.2로 나타났다. 다른 생약인 홍화자에서는 0.2 mg/kg 처리 수준에서 95.5%의 회수율에 표준편차가 4.4로 나타났으며 1.0 mg/kg 처리 수준에서 96.6%의 회수율에 표준편차 2.6로 나타났다. HPLC-MS/MS 장비를 이용한 시험법의 경우 3가지 처리 수준에서 실험을 해 본 결과 95.4~106.4% 사이의 회수율과 함께 3.5 이하의 표준편차를 각각 얻을 수 있었다. 본 결과는 처리수준 및 생약 시료 종류에 관계없이 잔류분석기준인 회수율 70~120% 범위와 분석오차 10% 이내를 만족하였다. 이상의 결과에서 본 연구에서 확립된 fenpyroximate 분석법은 국내·외 생약의 잔류 농약분석 및 검사에 충분히 적용이 가능함을 알 수 있었다.

고 찰

본 연구 결과를 바탕으로 HPLC-PDA 및 HPLC-MS/MS를 이용하여 생약 시료에서 피라졸계 살충제 중 fenpyroximate의 잔류 분석법을 확립하였다. 시험법은 유기용매를 이용하여 추출한 이후 불용분을 분리하기 위해 감압여과를 하였다. 이 후 액-액 분배를 통해 수용성 분획을 제거하고 크로마토그래피법을 이용하여 정제를 실시한 후 분석대상을 기기분석 하였다. 생약에 대한 회수율은 PDA를 이용한 시험법에서 72~96.6%의 회수율을 얻었으며 MS/MS를 이용한 시험법에서는 95.4~106.4%의 회수율을 얻었다. 또한 분석오차는 10%미만의 결과를 얻어 잔류분석법에 대한 기준이내를 만족하였다. 2가지 시험법을 비교해 본 결과 분석

기기의 고감도 및 뛰어난 선택성을 이용한 MS/MS를 이용한 시험법이 PDA를 이용한 시험법보다 더 낮은 정량한계를 구하였다. 감초의 경우 10배 그리고 홍화자의 경우에도 4배 낮은 정량한계이었으며 감초의 정량한계의 경우 0.1 mg/kg으로써 잔류허용기준인 0.1 mg/kg과 비교할 때 적용한 시험법의 정량한계가 감초에 대해서는 높게 나타나 적절하지 못하였다. MS/MS를 이용한 시험법의 경우에는 정량한계가 0.01 mg/kg으로 매우 낮은 정량한계를 보여 두 생약에 설정된 잔류허용기준 0.1 및 0.2 mg/kg에 충족하였다.

이 결과는 HPLC-MS/MS 분석장비가 HPLC-PDA 분석장비 보다 fenpyroximate에 대한 기기적 감도와 선택성 둘다 우수하기 때문이었다. 그러나 두 가지 분석장비 모두에서 생약이라는 특성을 충분히 고려하여(matrix effect) 분석을 할 필요가 있었다(Paul J. Taylor, 2005).

본 연구에서 fenpyroximate의 잔류 분석법 중 HPLC-MS/MS 검출기를 이용한 시험법이 정량한계, 회수율 및 분석오차 등 여러 면에서 국제적 분석기준을 만족할 뿐만 아니라 분석과정의 편이성 및 신뢰성이 확보된 공정분석법으로 사용이 가능할 것으로 판단된다.

Literature Cited

Halvorsen, B. L., C. Thomsen, T. Greibrokk and E. Lundanes (2000) Determination of fenpyroximate in apples by supercritical fluid extraction and packed capillary liquid chromatography with UV detection. *Journal of Chromatography A*, 880:121-128.
 British Crop Production Council (BCPC) (2012) pesticide manual 16th edition.
 Do-Hoon K., Yoon-Jeong L., Choong-Man H., Kyung-A A. and Ju-Hee L., (2012) Development of Improved Analytical

Method of Residual Pesticides in Oriental Herbal Medicines_Dithianon, Fenpyroximate, Fluazifop-butyl. *The R&D Annual Report of Ministry of Food and Drug Safety*. pp. 33-36.
 Park, H. J., N. J. Park and K. I. Lee (2005) A convenient synthesis of Fenpyroximate. *The Korean Journal of Pesticide Science*. 9(3):274-277.
 Jang Eok K., Tae Hwa K., Young Hwan K., Ju Hee L., Jin Su K., Seung Kyoung P., Su Yeon C., Young Nam Y., and Yong Man Y. (2008) Residues of Toclofos-methyl, Azoxystrobin and Difenconazole in Ginseng Sprayed by Safe Use Guideline. *Korean J. Medicinal Crop Sci.* 16(6):390-396
 Ju-Hee L., Kab-Sik S., Young-Hwan J., Hyo-Young K., Jeong-In H., Byung-Hee L., In-Hoo K., Shin-Jung K., Tae-Hwa K. and Jang-Eok K. (2010) Suggestion for Establishment of Temporary MRLs and Safe use Guideline of the Organophosphorus Insecticides in Jinpi. *Korea Journal of Environmental Agriculture*. 29(1):66-71.
 Korea Crop Protection Association (2012) *Guidelines for safety using pesticides*, pp. 720-721.
 Ministry of Food and Drug Safety (2013) *The Korea Pharmacopoeia Tenth Edition*, pp. 1103-1226
 Paul J. Taylor (2005) Matrix effects: The Achilles heel of quantitative high-performance liquid chromatography-electrospray-tandem mass spectrometry. *Clinical Biochemistry* 38., 328-334.
 Young-Hak K., Su-Jin L., Lee-Seul S., Young-Sun H., Young Deuk L., and Myoung-Gun C., (2011) Analytical Method Bentazone Residue in Agricultural Commodities Using HPLC-UVD/MS. *The Korean journal of Pesticide Science*. 15(2):149-159.
 Young-Ho J., Jang-Eok K., Jung-Han K., Young-Deuk L., Chi-Hwan I., Jang-Hyeon H., (2004) Latest Pesticides Education. *Sigmapress*, pp. 173.

생약 중 Fenpyroximate의 분석법 연구

이주희 · 이윤정¹ · 강인호¹ · 김도훈¹ · 강신정¹ · 안경아 · 이훈경 · 서상철 · 이정림*

대구지방식품의약품안전청 유해물질분석과, ¹식품의약품안전평가원 생약연구과

요 약 Fenpyroximate는 생약 재배시 살용에제로 사용되는 피라졸계 살충제이다. 본 실험은 HPLC-PDA와 HPLC-MS/MS를 이용하여 생약 중 fenpyroximate의 잔류분석법 확립을 위해 수행하였다. 생약(감초와 홍화) 중 잔류하는 fenpyroximate를 아세톤으로 추출하고, 추출액을 다시 포화식염수와 dichloromethane을 이용하여 액-액 분배한 후 아미노프로필 카트리지와 florisil로 정제한 것을 HPLC-PDA와 HPLC-MS/MS로 정량하였다. 생약별로 fenpyroximate를 2 또는 3 수준으로 첨가하여 수행한 회수율 범위는 72.0~106.4%이었으며 이때의 변이계수는 0.2~4.4였다. 따라서 본 분석법은 생약 중의 fenpyroximate 잔류 분석법으로서의 충분한 재현성과 감도를 나타내었다.

색인어 Fenpyroximate, 생약, HPLC-PDA, HPLC-MS/MS, 정량한계