

## 식품 중 비페닐 분석법 개발 및 유효성 검증

김정복 · 김명철 · 송성완 · 신재욱  
한국식품산업협회 부설 한국식품과학연구원

### Development and Validation of Analytical Method for Determination of Biphenyl Analysis in Foods

Jung-Bok Kim, Myung-Chul Kim, Sung-Woan Song, and Jae-Wook Shin

Korea Advanced Food Research Institute

**ABSTRACT** Biphenyl is used as an intermediate in the production of crop protection products, a solvent in pharmaceutical production, and as a component in the preservation of citrus fruits in many countries. Biphenyl is not authorized for use and also does not have standards or specifications as a food additive in Korea. National and imported food products are likely to contain biphenyl. Therefore, control and management of these products is required. In this study, a simple analytical method was developed and validated using HPLC to determine biphenyl in food. These methods are validated by assessing certain performance parameters: linearity, accuracy, precision, recovery, limit of detection (LOD), and limit of quantitation (LOQ). The calibration curve was obtained from 1.0 to 100.0 µg/mL with satisfactory relative standard deviations (RSD) of 0.999 in the representative sample (orange). In the measurement of quality control (QC) samples, accuracy was in the range of 95.8~104.0% within normal values. The inter-day and inter-day precision values were less than 2.4% RSD in the measurement of QC samples. Recoveries of biphenyl from spiked orange samples ranged from 92.7 to 99.4% with RSD between 0.7 and 1.7% at levels of 10, 50, and 100 µg/mL. The LOD and LOQ were determined to be 0.04 and 0.13 µg/mL, respectively. These results show that the developed method is appropriate for biphenyl identification and can be used to examine the safety of citrus fruits and surface treatments containing biphenyl residues.

**Key words:** biphenyl, method development, validation, preservative

## 서 론

식품첨가물은 그 사용 목적이 명확한 물질로 용도 이외의 사용은 금지되어 있으며, 식품을 가공하고 제조하는 데 불가결하게 사용되는 것으로서 식품의 본래 성분이 아닌 미량으로 첨가되는 물질이다. 또한, 식품첨가물은 사용 목적에 따라 구분된다. 특히 보존료는 미생물의 증식에 의한 부패나 변질을 방지하고 저장기간을 늘리기 위해 사용되고 있다. 국가마다 식품첨가물의 지정 현황 및 사용기준이 다르며, 국내 보존료 지정 현황은 Table 1과 같고 미지정 보존료는 Table 2와 같이 조사되었다. 따라서 국내에 미지정 보존료들에 대한 기준규격 및 분석법이 마련되어 있지 않아 비의도적으로 혼입된 수입식품 중에 미지정 보존료가 함유되어도 규제가 어렵기 때문에 이들 미지정 보존료에 대한 분석법 개발이 먼저 필요한 실정이다.

국내 미지정 보존료 중 biphenyl의 경우 우리나라에서는 미설정되어 있으며, CODEX에는 식품첨가물의 용도가 설정되어 있으나 사용기준은 없다고 조사되었다. 조사된 자료에 의하면 EU에서는 liquid tea concentrate, alcohol free, fruit wines and alcohol 등과 같은 식품 중에서 biphenyl이 250 µg/mL 이하의 기준규격으로 설정되어 관리되고 있고, 일일 섭취허용량(0.05 mg/kg bw/d)이 설정된 것으로 조사

**Table 1.** List of permitted preservative in Korea

List of preservative	Korea	USA	EU	Japan	CODEX
Sodium dehydroacetate	○	○	×	○	×
Sorbic acid	○	○	○	○	○
Potassium sorbate	○	○	○	○	○
Calcium sorbate	○	○	○	×	○
Benzoic acid	○	×	○	○	○
Sodium benzoate	○	○	○	○	○
Potassium benzoate	○	×	○	×	○
Calcium benzoate	○	×	×	×	○
Methyl p-hydroxybenzoate	○	○	○	×	○
Ethyl p-hydroxybenzoate	○	×	○	○	○
Propionic acid	○	○	○	○	○
Sodium propionate	○	○	○	○	○
Calcium propionate	○	○	○	○	○

**Table 2.** List of non-permitted preservative in Korea

List of preservative	Korea	USA	EU	Japan	CODEX
Dehydroacetic acid	×	○	×	×	×
Sodium sorbate	×	○	×	×	○
Potassium propionate	×	×	○	×	○
Hexa-methylene-tetramine	×	×	○	×	○
Butyl p-hydroxybenzoate	×	×	×	○	×
Heptyl p-hydroxybenzoate	×	○	×	×	×
Sodium ethyl para-hydroxybenzoate	×	×	○	×	×
Sodium methyl para-hydroxybenzoate	×	×	○	×	×
Isopropyl p-hydroxybenzoate	×	×	×	○	×
Isobutyl p-hydroxybenzoate	×	×	×	○	×
Propyl p-hydroxybenzoate	×	○	×	○	×
n-Heptyl p-hydroxybenzoate	×	○	×	×	×
Biphenyl; diphenyl	×	×	○	○	×
Boric acid	×	×	○	×	×
Sodium tetraborate	×	×	○	×	×
Dimethyl dicarbonate	×	○	○	×	○

되었다. 일본의 경우 자몽, 레몬, 오렌지에서 biphenyl이 최대 허용량 0.070 g/kg으로 기준규격(1)이 설정되어 관리되고 있다.

본 연구에서는 biphenyl의 분석법 확립과 유효성 검증을 위해 여러 가지 전처리 방법과 분석 장비를 이용하여 조사하고 시료 전처리의 적절성은 회수율 측정 결과를 바탕으로 판단하였다. 국내의 경우 우리나라 식품용 기구 및 용기 포장공전에 수록된 목재류 시험방법에서 용출되는 biphenyl 분석을 위해 20% 에탄올로 추출한 후 HPLC-PDA를 이용한 분석법을 확인하였다(2). 식품공전 식품 중 잔류농약 분석법에서는 GC와 GC-MS 장비를 이용하여 검체 중 biphenyl을 아세트니트릴로 추출한 뒤 이 용액을 활성탄/아니노프르필 카트리지를 이용하여 정제한다. 정제한 용액을 농축 후 아세톤으로 재용해하여 HPLC에 주입한 시료 전처리와 분석방법의 확인 실험을 수행하였다(3). 국외의 경우 AOAC official method(4)의 시험법에서는 증류수와 핵산을 이용하여 추출 후 TLC와 spectrophotometry를 이용한 분석방법을 확인하였다. QuEChERS 방법을 이용한 잔류농약 분석 방법(BRITISH STANDARD, BS EN 15662:2008)에서는 아세트니트릴로 추출한 용액을 Primary Secondary Amine sorbent(PSA)를 이용하여 추출한 뒤 GC-MS로 잔류농약 잔류물을 분석하였다(5). Anklam과 Müller(6)의 연구에서 실험한 biphenyl의 분석방법에서는 디클로로메탄, 메탄올, 핵산을 이용하여 추출한 후 2시간 방치한 다음 GC-MS와 GC-FID로 분석을 하였다. Sarkhosh 등(7)의 연구에서는 액체 시료 중 biphenyl과 biphenyl oxide 분석을 위해 headspace single drop microextraction으로 추출한 후 GC-FID로 분석을 하였다. Takahashi 등(8)은 농산물에 함유된 biphenyl을 에틸아세테이트로 추출하고 n-butanol을 첨가한 추출 용액을 GC-MS로 분석하였으며, Saad 등(9)은 사과와 오렌지 중에서 biphenyl을 HPLC-fluorescence를 이용하여 액액추출법을 이용하여 분석하였다.

본 연구에서는 조사된 국내의 biphenyl 분석법의 시료 전처리와 분석방법을 비교 검토한 뒤, 이를 응용하여 유효성이 검증된 시료 전처리 방법과 분석법을 확립하였다.

## 재료 및 방법

### 시약 및 재료

시료 분석을 위해 사용한 biphenyl(Sigma-Aldrich Co., St. Louis, MO, USA)은 순도 99.0%인 표준품을 구매하여 사용하였다. HPLC에 이동상과 시료 전처리 용매인 에틸아세테이트, 메탄올, 아세트니트릴 등은 HPLC grade의 J.T Baker(Phillipsburg, NJ, USA) 제품을 사용하였으며, QuEChERS 시험 방법에 사용된 시약 및 재료는 Supel QuE, PSA/C18 Tube(Supelco Co., Bellefonte, PA, USA), Supel QuE, Empty Centrifuge tube with lid(Supelco Co.), Supel QuE, Citrate Extraction Tube(Supelco Co.), Supel QuE, PSA(EN) Tube(Supelco Co.)를 구입하여 사용하였다. 또한, Sep-Pak C18 cartridge(sorbent 1 g, Waters Co., Milford, MA, USA), Sep pak aminopropyl cartridge(sorbent 500 mg, Waters Co.)를 구입하여 사용하였다. Magnesium sulfate와 sodium hydroxide 등 그 외 시험에 사용된 일반 시약들은 특급시약 및 HPLC 등급을 사용하였다.

확립된 biphenyl의 분석법 확립의 적용성 검토를 위해 시료는 서울 경기 대형마트와 일본 현지에서 구입하여 총 111건을 수집하였다. 특히 biphenyl이 보존료로 허용된 일본 현지에서 구입한 시료는 30건, 서울 경기 대형마트 및 중소형 식품 도매점에서는 81건을 수집하였다. 일본의 경우 biphenyl이 보존료로 허용되어 있으며, 허용된 식품은 자몽, 레몬 및 오렌지를 이용한 음료에서 사용 가능하다. 일본에서 보존료로 허용된 시료들을 대상으로 하여 시료를 선정하였다. 분석법 적용을 위한 시료 선정을 위해 국내뿐 아니라

일본 현지에서도 직접 구매하였다. Biphenyl 분석을 위해 일본에서 직접 구입한 시료는 과일음료(자몽, 레몬, 오렌지) 및 탄산음료, 과채가공품 등이며, 국내에서는 국내유통 중인 자몽, 레몬 및 오렌지 등의 과일음료, 탄산음료, 과채가공품 외에 우리나라에서 식품첨가물 사용이 허용된 식품을 대상으로 시료를 선정하였고 구입하여 분석하였다. Matrix 선정은 대상 식품 중 가장 matrix가 복잡한 오렌지주스를 이용하여 분석법 검증을 하였다.

### 시료 전처리 방법

시료 전처리는 시료 10 g을 에틸아세테이트 20 mL를 이용하여 추출한 후 원심분리기를 이용하여 원심분리 후 감압농축한 뒤 메탄올 10 mL로 재용해하여 HPLC에 주입하였다.

### 기기분석 조건

Biphenyl 표준품 0.1 g을 정밀히 달아 에틸아세테이트에 녹여 100 mL씩으로 한 액을 각 표준원액으로 하고 각 표준원액을 취하여 1~100 mg/L가 되도록 희석한 용액을 검량선 표준용액으로 하였다.

시료 중의 biphenyl 분석을 위해 HPLC-PDA(High Performance Liquid Chromatography PhotoDiode Array Detector, Nanospace SI 2 HPLC System, Shiseido Co., Tokyo, Japan)를 사용하였으며, 칼럼은 Capcellpak UG 120 C<sub>18</sub>(4.6 mm×250 mm, 5 μm, Shiseido Co.)을 이용하였다. 이동상은 solvent A는 phosphoric acid 25 mM을 증류수에 녹였고, solvent B는 phosphoric acid 25 mM을 아세토니트릴에 녹여 사용하여 gradient로 분석하였다. UV 흡수 파장은 230 nm, 오븐 온도는 40°C, 유속은 1.0 mL/min을 이용하였다(Table 3).

**Table 3.** Instrumental conditions of biphenyl

Column	Capcellpak UG 120 C <sub>18</sub> (4.6 mm×250 mm, 5 μm)																					
Detector	PDA (230 nm, scan 200~600 nm)																					
Mobile phase	A: 25 mM phosphoric acid in DW B: 25 mM phosphoric acid in 95% acetonitrile																					
<Gradient condition>																						
	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Time (min)</th> <th>A (%)</th> <th>B (%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>0.0</td> <td>30</td> <td>70</td> </tr> <tr> <td>11</td> <td>30</td> <td>70</td> </tr> <tr> <td>11.1</td> <td>10</td> <td>90</td> </tr> <tr> <td>15.0</td> <td>10</td> <td>90</td> </tr> <tr> <td>15.1</td> <td>30</td> <td>70</td> </tr> <tr> <td>20.0</td> <td>30</td> <td>70</td> </tr> </tbody> </table>	Time (min)	A (%)	B (%)	0.0	30	70	11	30	70	11.1	10	90	15.0	10	90	15.1	30	70	20.0	30	70
Time (min)	A (%)	B (%)																				
0.0	30	70																				
11	30	70																				
11.1	10	90																				
15.0	10	90																				
15.1	30	70																				
20.0	30	70																				
Flow rate	1.0 mL/min																					
Injection volume	10 μL																					
Column temp.	40°C																					

### Method validation

본 연구에서는 식품 중 biphenyl 함량 분석을 위하여 대표적인 식품 유형 시료 matrix를 오렌지, 자몽 및 레몬주스 3가지 중 가장 매트릭스가 복잡한 오렌지주스를 선정하여 method validation을 실시하였다. Method validation 항목으로는 선택성, 특이성, 직선성, 정밀성, 정확도, inter-day, intra-day, 회수율 및 측정 불확도를 산출하여 식품 중 biphenyl 함량 분석의 유효성과 신뢰성을 확보하였다.

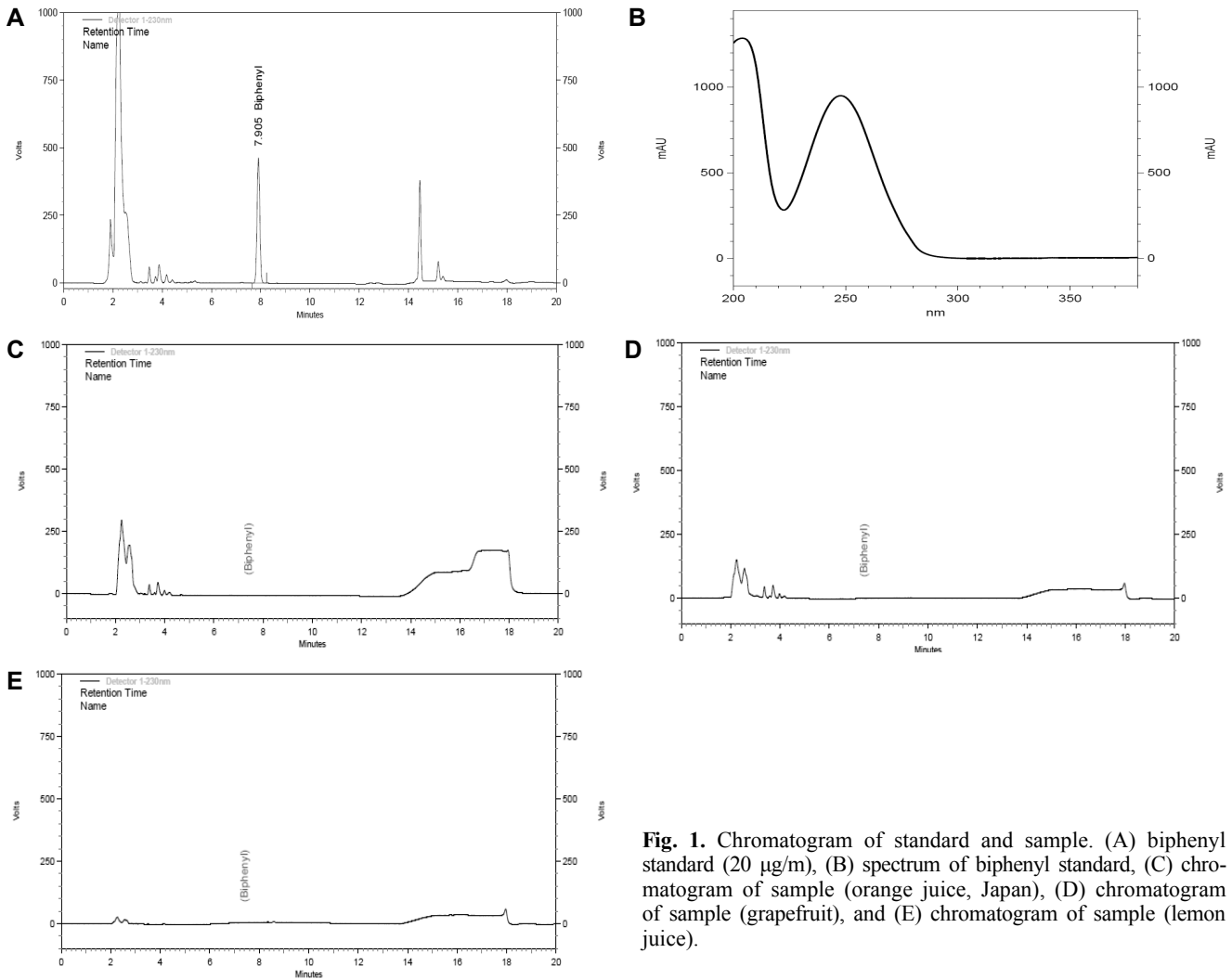
## 결과 및 고찰

### 시료 전처리 및 분석법 확립

본 연구에서 시료 전처리 및 분석법 확립을 위해 조사된 biphenyl 분석 방법에 대한 확인 시험 후 회수율 측정 결과를 통해 시료 전처리의 적절성을 판단하였다. 우리나라 식품용 기구 및 용기 포장공전에 수록된 목재류 시험 방법을 응용하여 선정된 시료의 회수율을 측정된 결과 matrix effect가 발생하였고, 회수율 또한 10% 이하로 확인되었다. 식품공전의 식품 중 잔류농약 분석방법을 이용하여 해당 시료를 전처리한 후 GC와 GC-MS 장비를 이용하여 분석한 결과, 직선성과 matrix effect는 제거되었지만 30% 이하의 회수율을 확인할 수 있었다. AOAC official method의 spectrophotometry 방법을 이용하여 대상 시료를 분석한 결과 10% 이하의 회수율을 확인하였다. QuEChERS 방법을 이용한 잔류농약 분석방법(BRITISH STANDARD, BS EN 15662:2008)을 적용하여 선정 시료를 분석한 결과 직선성과 matrix effect는 제거되었고 회수율 측정 결과 85%로 확인되었지만, 복잡한 시료 전처리 방법과 전처리 시간이 많이 소요되는 방법이며 시료 전처리에 들어가는 소모품들이 고가이기 때문에 분석비용 절감을 위해 적절한 분석방법에서 제외하였다. Anklam과 Müller(6)의 연구에서 실험한 biphenyl 분석방법의 경우 시료 전처리 시간 소요가 많고, 유기용매를 이용한 단순 추출법으로 인해 효과적으로 matrix를 제거하지 못하였으며, 회수율도 70%로 확인되었다. 앞에서 수행된 분석법 등에서 추출 용매 아세토니트릴, 디클로로메탄, 에틸아세테이트 및 헥산 등의 극성별 유기 용매에 대한 회수율을 측정된 결과, 에틸아세테이트를 이용한 시료 추출 후 이를 건조하여 메탄올로 재용해한 시료 전처리 방법에서 90% 이상의 회수율이 확인되었다. 분석법 개발을 위해 수행된 시료 전처리와 분석방법의 장단점을 비교하였다. 앞에서 확립된 시료 전처리 방법과 분석조건을 이용하여 HPLC-PDA로 biphenyl 표준물질과 해당 시료를 분석한 결과 230 nm(PDA scan range 200~600 nm) 파장에서 retention time이 7.9분으로 확인되었다(Fig. 1).

### 특이성 확인

특이성(specificity)이란 불순물, 분해물, 배합성분 등의 혼재 상태에서 분석 대상물질을 선택적으로 정확하게 측정



**Fig. 1.** Chromatogram of standard and sample. (A) biphenyl standard (20 µg/m), (B) spectrum of biphenyl standard, (C) chromatogram of sample (orange juice, Japan), (D) chromatogram of sample (grapefruit), and (E) chromatogram of sample (lemon juice).

할 수 있는 능력을 말하며, 본 연구에서 특이성 확인 시험을 위해 대상 시료 중 matrix가 가장 복잡한 오렌지와 오렌지주스를 선정하고 제시된 시료 전처리 과정의 용액을 이용하여 PDA spectrum을 비교하여 biphenyl의 피크 확인 결과 분석물과 간섭이 없는 것을 확인하였다.

**직선성**

Biphenyl의 직선성 확인을 위해 특이성이 확보된 matrix에 표준물질을 첨가하여 1, 5, 10, 50, 100 µg/mL의 농도가 되게 계열 희석을 한 검량선 표준용액을 HPLC PDA로 분석

하여 검량선을 확인하였다. 확인 결과 biphenyl의 검량선 상관계수( $R^2$ )는 0.999 이상의 좋은 직선성을 보였으며, 3회 반복 측정 결과 검량선 각각 농도의 정밀도는 0.2~6.7%, 정확도는 86.7~102.9%로 좋은 결과를 나타내었다(Table 4).

**일내, 일간 정밀도 및 정확도**

특이성이 확보된 matrix에 표준물질을 첨가한 검량선 내서로 다른 농도 3가지 5, 50, 100 µg/mL의 농도를 이용하여 3회 반복 분석하여 일내(1일간), 일간(3일간) 정밀도와 정확도를 측정하였다. 일내 측정 결과 5, 50, 100 µg/mL의 농도

**Table 4.** Linearity result of biphenyl in matrix

	Conc. (µg/mL, n=3)					$R^2$	Slope	Intercept
	1	5	10	50	100			
1 d	0.8	4.7	10.1	51.7	99.1	0.9990	75632.3	44943.3
2 d	0.9	4.9	10.3	51.0	99.5	0.9990	74406.4	43216.6
3 d	0.9	4.7	10.1	51.7	99.1	0.9990	75617.8	58071.8
Mean	0.9	4.8	10.2	51.5	99.2	0.9990	75218.8	48743.9
Precision (%)	6.7	2.4	1.1	0.8	0.2			
Accuracy (%)	86.7	95.3	101.7	102.9	99.2			

**Table 5.** Result of accuracy and precision in intra and inter-day

Parameter	Conc. (µg/mL, n=3)			
	5	50	100	
Intra day	Mean	4.8	52.0	98.7
	Precision (%)	1.9	1.6	0.7
	Accuracy (%)	95.8	104.0	98.7
Inter day	Mean	4.8	51.2	98.8
	Precision (%)	1.7	1.6	2.4
	Accuracy (%)	96.7	102.4	98.8

**Table 6.** Result of recovery and limit of detection (LOD) & limit of quantitation (LOQ)

No.	Biphenyl (Conc. µg/mL, n=3)			LOD (µg/mL)	LOD (µg/mL)
	10	50	100		
1	10.1	51.3	98.6	0.04	0.13
2	10.1	51.8	99.3		
3	9.8	52.9	98.0		
Mean	10.0	52.0	98.7		
RSD (%)	1.8	1.6	0.7		
Recovery (%)	99.4	95.3	92.7		

에 대해 정밀도는 0.7~1.9%, 정확도는 95.8~104.0%로 확인되었다. 일간은 5, 50, 100 µg/mL의 농도에 대해 정밀도는 1.6~2.4%, 정확도는 96.7~102.4%로 확인되었다(Table 5).

**회수율, 검출한계(LOD) 및 정량한계(LOQ)**

검량선 내 서로 다른 농도 3가지 10, 50, 100 µg/mL의 농도를 선정하여 특이성이 확보된 matrix에 표준물질을 첨가한 뒤 확립된 시료 전처리 방법을 적용하여 회수율을 측정하였다. 그 결과 10, 50, 100 µg/mL 농도에 대하여 정밀도는 1.8% 이하이고, 회수율은 92.7~99.4%로 측정되었다. 검출한계는 0.04 µg/mL, 정량한계는 0.13 µg/mL로 측정되었다(Table 6).

**측정 불확도 산출 결과**

Biphenyl의 측정 불확도를 산출하기 위해 설정된 불확도 요인은 총 6가지로 표준품의 순도, 표준품의 제조, 검량선 3가지 농도, 검량선(회귀분석), 시료의 반복 측정으로 불확도 요인을 설정하였다. 설정된 불확도 요인과 자유도를 이용하여 합성상대표준불확도, 합성표준불확도, 포함인자 및 시료 측정 결과로 확장 불확도를 산출하였다. 그 결과 측정 불확도는 51.44±2.51 mg/kg(신뢰수준 95%, K=2)으로 확인되었다.

**국내외 유통 식품 중 biphenyl 함량 조사**

확립된 biphenyl의 분석법 확립의 적용성 검토를 위해 시료는 총 111건을 수집하였으며, 일본 현지에서 구입한 시료는 30건, 서울 경기 대형마트 및 중소형 식품 도매점에서 81건을 수집하여 총 111건에 대해 분석한 결과 모든 시료에

서 불검출을 확인하였다. 향후 국내 미설정 보존료인 biphenyl을 사용한 식품에 대해 정량한계(0.13 µg/mL)까지 분석할 수 있는 분석법 확립과 국내에 비의도적으로 혼용될 수 있는 수입식품의 사전사후 관리에 기여될 수 있을 것으로 판단된다.

**요 약**

본 연구에서는 국내 미설정 보존료인 biphenyl의 분석법 확립을 위해 국내외 다양한 분석법을 조사하고 비교 검토하였다. 식품용 기구 및 용기 포장공진 목재류 시험법의 경우 범용적 장비와 비교적 간단한 시험 전처리 방법이지만 회수율이 10% 이하로 측정되었으며 방해 물질 제거가 어려워 효과적인 시료 전처리와 분석방법이 될 수 없음을 확인하였다. 식품공전의 잔류농약 분석법의 경우 시료 전처리에 사용된 추출 용매는 아세트니트릴이고 정제는 아미노프로필 카트리지를 이용하였으며, 정성 및 정량분석이 가능하고 효과적으로 matrix를 제거하는 장점이 있으나, 30% 이하의 회수율과 전처리 시간이 많이 소요되는 것을 확인하였다. AOAC official method 분석법의 경우 n-heptane을 이용하여 추출 후 무수황산나트륨 칼럼을 이용하여 정제한 뒤 TLC와 spectrophotometry를 이용하여 확인 시험 결과 시료 전처리에 시간 소요가 많고 재현성과 숙련도가 요구되는 단점이 확인되었다. QuEChERS 방법은 시료를 아세트니트릴로 추출 후 dispersive SPE kit을 이용하여 전처리 후 GC-MS와 HPLC를 이용하여 확인 결과 시료 전처리 시간이 비교적 짧고 좋은 재현성이 있는 장점이 있으나, 소모품 사용 시 경제적 부담이 큰 단점을 가지고 있다. Anklam E 등의 시험법은 GC-FID이며 디클로로메탄, 메탄올, 헥산을 이용한 단순 추출 후 2시간 방치한 다음 GC-MS와 GC-FID로 분석하는데, 일부 시료에서 효과적인 matrix 제거가 어려운 것으로 확인되었다. 따라서 국내외 여러 시험방법을 검토 및 응용하여 간단한 시료 전처리와 분석법을 확립하였다. 시료 중의 biphenyl 분석에 사용한 칼럼은 Capcellpak UG 120 C<sub>18</sub>(4.6 mm×250 mm, 5 µm), 이동상은 3차 증류수에 녹인 25 mM phosphoric acid(solvent A)와 아세트니트릴에 녹인 25 mM phosphoric acid(solvent B)를 이용하여 gradient로 분석하였다. UV 흡수 파장은 230 nm, 오븐 온도는 40°C, 유속은 1.0 mL/min을 이용하였다. 직선성은 0.999(R<sup>2</sup>) 이상의 높은 직선성을 보였으며 직선성 각각의 농도에 대한 정밀도는 6.7% 이하, 정확도는 86.7~102.9%, 검량선 내 서로 다른 농도 3가지에 대한 일내 정밀도는 0.7~1.9%, 정확도는 95.8~104.0%로 확인되었다. 일간은 정밀도가 1.6~2.4%, 정확도는 96.7~102.4%로 확인되었다. 검출한계 0.04 µg/mL, 정량한계는 0.13 µg/mL로 측정되었다. 회수율 측정 결과 3가지 농도에서 정밀도는 1.8% 이하이고, 회수율은 92.7~99.4%로 측정되었다. 확립된 biphenyl의 분석법 확립의 적용성 검토를 위해 시료는 총 111건을 수집

하였으며, 일본 현지에서 구입한 시료는 30건, 서울 경기 대형마트 및 중소형 식품 도매점에서 81건을 수집하여 총 111건에 대해 분석한 결과 모든 시료에서 불검출이 확인되었다. 향후 국내 미설정 보존료인 biphenyl을 사용한 식품에 대해 정량한계(0.13 µg/mL)까지 분석할 수 있는 분석법 확립과 국내에 비의도적으로 혼용될 수 있는 수입식품의 사전 사후 관리에 기여될 수 있을 것으로 판단된다.

### 감사의 글

본 연구는 2015년도 식품의약품안전처의 연구개발비(14162 불량식971)로 수행되었으며 이에 감사드립니다.

### REFERENCES

- Standards for Uses of Food Additives. 2014. Standards for use, according to use categories. Ministry of Health, Labour and Welfare, Tokyo, Japan. p 1.
- KFDA. 2015. *Standards and specifications for food utensils, containers and packages*. Ministry of Food and Drug Safety, Cheongju, Korea. p 212-213.
- KFDA. 2015. *Korean Food Standards Codex*. Ministry of Food and Drug Safety, Cheongju, Korea. p 9-3-133-137.
- AOAC. 1969. Biphenyl pesticide residues in citrus fruits. In *Official Methods of Analysis of AOAC International*. Association of Analytical Communities. Gaithersburg, MD, USA. Method No. 968.25.
- BRITISH STANDARD. 2008. Foods of plant origin – Determination of pesticide residues using GC-MS and/or LC-MS/MS following acetonitrile extraction/partitioning and clean-up by dispersive SPE – QuEChERS-method. Ref. No. BS EN 15662:2008. British Standards Institution, London, UK.
- Anklam E, Müller A. 1994. A simple method of sample preparation for analysis of biphenyl residues in citrus fruit peels by gas chromatography. *Z Lebensm Unters Forsch* 198: 329-330.
- Sarkhosh M, Mehdinia A, Jabbari A, Yamini Y. 2012. Determination of biphenyl and biphenyl oxide in aqueous samples by headspace single drop microextraction coupled to gas chromatography. *J Braz Chem Soc* 23: 602-609.
- Takahashi K, Horie M, Hirose Y. 2008. Determination of diphenyl and *o*-phenylphenol in agricultural products by GC/MS. *Shokuhin Eiseigaku Zasshi* 49: 403-406.
- Saad B, Haniff NH, Saleh MI, Hashim NH, Abu A, Ali N. 2004. Determination of ortho-phenylphenol, diphenyl and diphenylamine in apples and oranges using HPLC with fluorescence detection. *Food Chem* 84: 313-317.