



**07**

## **식품의약품안전처 SESSION**



## 인삼 중 농약의 Codex 및 미국 잔류허용기준 설정 (Establishment of the Codex and USA Maximum Residue Limits for Pesticides in Ginseng)

노현호 · 이재윤 · 김진찬 · 정오석 · 김혜성 · 이용훈 · 진미지 · 이용재<sup>1)</sup> · 백인호<sup>1)</sup> ·  
도정아<sup>2)</sup> · 장문익<sup>2)</sup> · 이규식<sup>2)</sup> · 경기성<sup>\*</sup>

Hyun Ho Noh · Jae Yun Lee · Jin Chan Kim · Oh Seok Jeong · Hye Sung Kim · Yong Hoon · Me Jee  
Jin · Yong Jae Lee<sup>1)</sup> · In Ho Baeg<sup>1)</sup> · Jung Ah Do<sup>2)</sup> · Moon Ik Chang<sup>2)</sup> · Gyu Seek Rhee<sup>2)</sup> · Kee Sung Kyung<sup>\*</sup>

충북대학교 농업생명환경대학 환경생명화학과, <sup>1)</sup>㈜한국인삼공사, <sup>2)</sup>식품의약품안전평가원  
Department of Environmental and Biological Chemistry, College of Agriculture, Life and Environmental Sciences, Chungbuk National  
University, 1Korea Ginseng Corp., 2National Institution of Food and Drug Safety Evaluation

인삼에 등록되어 사용 중인 tebuconazole과 trifloxystrobin 및 mancozeb의 잔류특성과 가공에 따른 잔류량 변화를 구명하여 국제 잔류허용기준 설정 자료로 활용하기 위하여 tebuconazole과 trifloxystrobin은 지역이 다른 3개소의 4년근 인삼 포장에 안전사용기준에 준하여 2년간 연속살포하고 매년 수확한 수삼, 가공품인 홍삼, 건삼 및 농축액 중 잔류농약을 분석한 후 가공계수를 산출하여 Codex에 잔류허용기준의 설정을 제안할 것이다. 또한 mancozeb의 미국 잔류허용기준을 설정하기 위하여 각각 다른 지역에 위치한 경시적 잔류시험 포장과 수확물 중 잔류량 분석 시험포장에 안전사용기준에 따라 mancozeb를 살포한 후 경시적 잔류시험포장은 최종약제살포 후 0, 25, 35, 45, 55일에 각각 시료를 수확하고, 수확물 중 잔류량 분석 시험포장은 수확예정일에 수확하여 건삼을 제조한 후 수삼과 건삼 중 잔류농약을 분석하여 잔류특성을 구명하고 가공계수를 산출하여 미국 EPA에 인삼 중 잔류허용기준 설정을 제안할 것이다. 상기 연구가 종료되면 인삼 수출의 활성화에 기여할 것으로 기대한다.

**주제어 :** 인삼, 잔류농약, 잔류허용기준

**주연구자 연락처 :** E-mail, kskyung@chungbuk.ac.kr; Tel, 043-261-2562

## 수출용 파프리카 중 Difenoconazole과 Fluquinconazole의 잔류특성

김미선 · 박효경 · 이재현 · 장희라 · 도정아<sup>1)</sup> · 이규식<sup>1)</sup> · 김 균\*

호서대학교 안전성평가센터, <sup>1)</sup>식품의약품안전평가원

국내 유망 수출 식품 중 잔류농약으로 인하여 수출 장애가 있는 식품을 대상으로 문제가 되는 농약에 대해 Codex 및 수출국의 농약잔류 허용기준 제안을 위한 작물잔류 시험을 수행하고자 한다. 파프리카(단고추)를 대상으로 difenoconazole과 fluquinconazole의 잔류특성과 농약잔류 허용기준(안)을 도출하고자 한다.

Difenoconazole은 살균제로 파프리카의 탄저병 방제에 사용되고 있으며, 국내에 설정된 농약잔류허용기준(MRL)은 1.0 mg/kg이고, fluquinconazole은 탄저병 및 흰가루병 방제에 사용되고 있으며 국내 잔류허용기준은 2.0 mg/kg으로 설정되어 있다. 파프리카 시험포장은 수출단지가 조성되어 있는 진주 지역과 부여 등 6개의 site를 선정하였다. 포장선정 조건 및 방법은 수출용으로 계약 재배중인 포장과 difenoconazole 및 fluquinconazole 무처리 포장을 선정하였다. 약제 살포는 difenoconazole의 경우 수확 17일전부터 10일 간격으로 2회 살포할 예정이고, fluquinconazole은 수확 23일전부터 10일 간격으로 3회 살포할 예정이며, 파프리카시료의 수확은 최종 약제 살포 후 0, 1, 3, 7, 14, 28일 간격으로 수행할 예정이다.

Difenoconazole의 분석은 식품공전에 따라 GC/ECD로 분석하였다. Difenoconazole의 method validation 결과는 LOD 0.05 ng, S/N $\geq$ 3.7 이었고, LOQ는 0.1 ng, S/N $\geq$ 13.5, 직선성은 R<sup>2</sup>>0.99였고, 재현성은 1 mg/kg 농도 수준에서 RSD(%) < 0.02였다. 회수율은 0.02, 0.2, 2 mg/kg 농도로 수행할 예정이며, fluquinconazole의 분석조건은 확립 중에 있다.

**Key words** : Difenoconazole, Fluquinconazole, Codex, MRL, Method validation, 파프리카

**주연구자 연락처** : kkim@hoseo.edu

## 수출 식품 중 농약의 잔류허용기준 설정 연구 중 과일류 잔류허용기준 설정 연구(II) (The Study on the Establishment of Pesticide Tolerance for Exporting Fruits (II))

김태화<sup>\*</sup> · 박종우 · 채석 · 심재룡 · 정진욱

TaeHwa Kim<sup>\*</sup> · JongWoo Park · Seok Chae · JaeRyong Shim · JinWook Jung

(주)분석기술과 미래

Analysis Technology and Tomorrow, Daegu 702-832, Korea

우리나라의 과일류의 수출량은 해마다 증가하고 있으며 수입국 또한 자국민의 건강을 보호하고 시장구조의 개선과 무역장벽의 하나로 잔류농약 검사에 대하여 각별한 관리를 실시하고 있다. 세계 각국은 수입농산물에 대한 안전성 관리를 강화하고 있으며 우리가 수출한 농산물 및 식품들이 수입국의 규제와 농약잔류허용기준을 충족하지 못할 경우 수입금지 및 반송 등으로 수백억원의 무역 손실이 우려되고 있다. 따라서, 수출 유망 과일류에 대하여 수입국 및 Codex 농약 잔류허용기준(안) 설정을 위한 과학적 근거 자료 마련을 위하여 본 연구가 수행되었다. 본 연구를 수행하기 위해 국제기준에 맞는 포장잔류시험을 수행하고 농산물 및 가공품 중 잔류농약 분석 및 가공계수 산출하여 배 및 사과 중 chlorothalonil의 Codex 및 수입국의 농약 잔류허용기준 설정 요청 자료 생산 및 기준(안) 마련하고자 하였다. Codex 및 수출국 기준 제안을 위한 시험계획 수립을 위해 각 주요수출 국가별 Import tolerance 설정 가이드라인을 조사하고 포장잔류시험 및 가공과정 중 잔류시험 계획을 수립하였다. 시험 수행을 위해 시험 대상작물로 사과와 배를 선정하고 시험농약으로 사과의 경우 클로로탈로닐 수화제(다코닐, 경농), 배에 대해서는 클로로탈로닐 · 크레속심메틸 액상수화제(경탄, 영일케미컬)를 선정하였고 Codex 및 수출국 MRL설정 기준에 적합한 잔류시험을 위해 6포장시험에 약제처리는 각 시험포장당 4반복 시험구를 두었다. 시험장소의 선발은 ‘2011년 맥류, 봄감자, 사과, 배 재배면적 조사 결과’(통계청 보도자료, 2011. 6. 28)를 근거로 국내 재배면적 상위 6개소에서 시험장소를 선발하여 사과의 경우 경주(영천), 예산, 경남지역, 충주, 경북북부지역 및 전남지역을 선정하였고, 배의 경우는 경주 · 울주, 경북지역, 예산, 안성, 나주 및 충북지역으로 선정하였다. 약제의 살포는 사과의 경우, 사과 점무늬낙엽병 방제를 위한 농약안전사용기준에 따라 약제를 살포하기 위해 희석배수 600 배, 살포약량은 500 L/10 a, 살포횟수는 10일 간격으로 5회 살포 그리고 살포시기는 수확예정 21일전까지 10일 간격으로 5회 살포로 시험을 계획하였고 배의 경우는 배 검은별무늬병 방제를 위한 농약안전사용기준에 따라 약제를 살포하기 위해 희석배수 1,000 배, 살포약량 500 L/10 a, 살포횟수는 10일 간격으로 4회 살포, 살포시기는 수확예정 21일전까지 10일 간격으로 4회 살포한 후 시료의 수거는 최종약제 살포 직후, 3일, 7일, 14일, 21일, 28일 및 35일 후 시료를 수거할 예정이다. 각 작물의 포장시험은 2013년 8월 1일경에 시작하여 10월 중순까지 수행한 후, Codex 및 수출국 가이드라인에 충족할 수 있는 농산물에 대한 가공식품 제조(쥬스화) 및 가공과정 중 농약잔류량 변화 연구 및 각 포장에서의 농약의 잔류감소연구를 수행하고자 한다. 이 연구를 통해 Chlorothalonil의 사과 및 배에 대한 Codex 기준설정과 수출 식품에 대한 잔류농약 안전성 확보, 수출 식품의 국제 기준 설정에 따른 국내 위상 제고 및 식품 수출 증대를 통한 국익 창출에 기여할 수 있을 것으로 기대된다.

**주제어** : 농약, 잔류허용기준, Codex, Chlorothalonil, 사과, 배

**주연구자 연락처** : E-mail, atnt\_thkim@daum.net : Tel, 82-53-951-6801

[본 연구는 2013년도 식품의약품안전청 용역연구개발과제의 연구개발비 지원(13162식품안009)에 의해 수행 되었으며 이에 감사드립니다.]

## Development and Validation of an Analytical Method for the Determination of Dimethomorph and Pyridaben in Pepper and Pepper Leaf (고추와 고춧잎 중 Dimethomorph와 Pyridaben의 분석법 개발 및 검증)

Sung-Woo Kim<sup>\*</sup> · Jong-Hyouk Park · Md. MusfiqurRahman · Ah-Young Ko · Jin Jang · Jae-Han Shim

김성우<sup>\*</sup> · 박종혁 · 무스픽 · 고아영 · 장진 · 심재한

Natural Products Chemistry Laboratory, Chonnam National University, Gwangju, Republic of Korea  
전남대학교

Pepper is a very important vegetable in Korea because of its heavy consumption, high nutritional value and profitability for farmers. Dimethomorph and pyridaben are used for the control of downy mildews, late blights, crown and root rots. There is no doubt that pesticides have enhanced food production and overall quality of food products, however, the indiscriminate use of pesticides has resulted in undesirable side effects on environmental quality and human health. Consequently, analyses of residual quantities of pesticides in raw agricultural crops are one of the principal preventive measures employed to ensure public health and safety. Therefore, this paper presents a simple and sensitive method for detection and quantification of dimethomorph and pyridaben in pepper and pepper leaf. Samples were extracted with single-step modified quick, easy, cheap, effective, rugged, and safe (QuEChERS) method using acetonitrile as an extraction solvent. Residues were confirmed via LC-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS) in positive-ion electrospray ionisation (ESI<sup>+</sup>) mode. The linearity of the calibration curves was excellent. Recovery test was carried out at three different concentrations with optimized method. Good recoveries and RSDs were achieved for target pesticides. The developed method can be used as an analytical method for determination of dimethomorph and pyridaben in pepper and pepper leaf simultaneously, efficiently and reasonably.

**Key words :** Dimethomorph, Pyridaben, LC-MS/MS, Pepper

**Corresponding author :** E-mail, jhshim@chonnam.ac.kr; Tel, 82-62-530-2135; Fax, 82-62-530-0219

## 잔류농약의 안전성 자료 연구 (Study on the Safety Data of Residue Pesticides)

권민<sup>1)</sup> · 강태구<sup>1)</sup> · 이영섭<sup>1)</sup> · 백인영<sup>1)</sup> · 도정아<sup>2)</sup> · 오재호<sup>2)</sup> · 한범석<sup>1)</sup>  
Min Kwon<sup>1)</sup> · Tae-Gu Kang<sup>1)</sup> · Young-Sub Lee<sup>1)</sup> · In-Young Baek<sup>1)</sup> ·  
Jeong-A Do<sup>1)</sup> · Jae-Ho Oh<sup>1)</sup> · Beom-Seok Han<sup>1)</sup>

<sup>1)</sup>호서대학교 안전성평가센터

<sup>2)</sup>식품의약품안전평가원, 식품의약품안전처

<sup>1)</sup>Hoseo Toxicological Research Center (HTRC), Hoseo University, Asan, Chungnam

<sup>2)</sup>National Institute of Food and Drug Safety Evaluation, Ministry of Food and Health Safety

현재 식품 중 잔류농약 위해평가 체계에 대한 비교 연구는 거의 전무한 상태이며, 농약의 안전성 자료는 각 나라마다 상이할 수가 있으므로, CODEX, 유럽, 미국, 일본 등 국가별 자료를 비교·분석하여 국내 잔류농약의 위해평가 체계를 확립할 필요가 있다. 본 연구에서는 조사대상 농약 200종에 대한 식품 중 잔류농약에 대한 코덱스, 일본, 유럽, 미국, 한국 등의 위해성 국제평가기관에서 발표한 안전성 자료를 분석한 후 프로파일을 작성하고, 국외 주요 독성 자료 Data base를 구축하여 식품 중 잔류농약 기준·규격 제·개정의 근거 자료로 활용하고, 안전관리 지원의 과학적 근거를 제공하고자 하였다. 식품을 통해 소량의 농약을 섭취하더라도 인체에서의 대사 반응에 의해 제거될 수 있으며, 일생동안 섭취를 해도 건강에는 영향이 없음을 국제적으로 과학적 근거로 제시하는 것이 ADI(Acceptance Daily Intake, 일일섭취허용량)이다. ADI는 국제기구나 각 국가의 농약관리기관에서 독성전문가들이 농약의 독성자료를 검토하여 위해성평가 전문가회의를 통해서 설정하게 된다. 각국의 안전성 자료를 분석한 결과 설정된 ADI는 주요국가 기관 등의 독성의 endpoint, SF, NOAEL 선정 등 설정지침에 따라 일반증상, 체중변화, 사료섭취량변화, 혈액학적 변화, 조직병리학적변화 등의 독성영향이 있었으며, 최저 NOAEL이 선정된 독성시험은 주로 만성독성(개), 만성/발암성 병합시험(랫드), 생식/발생독성시험 등에서 나타났다. 설정된 ADI의 근거 endpoint는 각국의 주요 기관의 안전성자료에서 조직병리학적조건이 가장 많았고, 다음으로 생리학적인 변화(혈액, 뇨 등)의 사례가 많은 것으로 나타났다. 또한 각국의 주요기관 농약의 안전성 자료에서 ADI 값은 acetochlor 외 12종이 기관별로 상이한 것으로 조사되었다. 설정된 ADI값은 12종을 제외하고 대부분 동일하거나 유사하였으며, 주요국가 기관별 ADI 값의 차이는 안전계수의 차이와 실행한 독성시험의 종류가 다른 것으로 조사되었고, 각국 전문가의 독성자료에 대한 견해차이가 있으므로, 추후 농약의 안전성 자료에 대한 자세한 분석이 필요할 것으로 사료된다.

**주제어 :** 잔류농약, 위해평가, 일일섭취허용량, 독성

**주연구자 연락처 :** E-mail, bshan@hoseo.edu ; Tel, 041-540-9677

## 식품 중 농약 안전관리 제도의 국제 동향 (International Trends of Regulation on Residual Pesticide Safety Assurance in Foods)

우희동\* · 신유정 · 이종근

Hee-Dong Woo\* · Yoo-Jung Shin · Joong-Keun Lee

한국보건산업진흥원 식품산업정책팀

Food Policy Team, Korea Health Industry Development Institute

187 Osongsaengmyeong-2-ro, Osong-eup, Cheongwon-gun, Chungcheongbuk-do 363-700, Korea

글로벌화 되고 있는 식품산업 환경에서 요구되는 식품안전 확보에 필수적인 잔류농약 안전관리 국제화 방안 마련을 위해 국제사회의 식품 중 잔류농약 안전관리 제도를 조사분석 하였다. 식품 중 잔류농약의 안전한 관리를 위한 CODEX (국제식품규격위원회) 및 주요 국가의 활동을 파악하기 위해 2013년 5월 개최된 the 45th CODEX Committee on Pesticide Residue (CCPR)의 아젠다 및 주요 회의결과를 분석하였다. 주요 아젠다 중 ‘6(a)-Draft and Proposed draft maximum residue limits for pesticides in foods and feeds at step 7 & 4’의 회의결과, 국내에서 제출한 자료를 토대로 Azoxystrobin의 인삼에 대한 MRL을 확정하였고, ‘10-Revision of the Risk Analysis Principles applied by the Codex Committee on Pesticide Residues’의 회의결과는 주기적인 검토 대상 성분 관련 내용을 제외한 위험도 분석 (Risk Analysis) 원칙을 세부적으로 검토하여 수정 내용을 다음 단계로 진행하였다. ‘12(a)-Outcome of the Pilot Project for JMPR Recommendation of MRLs Before National Governments or other Regional Registration Authorities for a Global joint Review Chemical’에 대한 회의에서는 MRLs의 신속한 국제조화에 필요한 JMPR 및 관련 국가의 자료심사를 위해 2011년 진행한 Sulfoxaflor에 대해 논의하였다. Pilot Project 수행 및 Joint Review의 진행 경과를 효율적인 것으로 보고되었고, 일부 국가별로 등록 및 심사 단계의 상이함을 제시하였다. 그리고 식품 중 잔류농약의 위해평가의 근거자료를 보다 정확하게 산출하기 위해 수행하는 국가별 농약 사용량 조사 및 식품 중 잔류농약 노출량 평가 방법을 분석하였다. OECD는 농약 사용량 조사를 위한 조사대상 선정방법 및 분석방법 등이 포함된 지침을 수립하여, 조사를 통해 농약 사용 작물 재배 면적, 농약 사용 작물의 비중 등의 결과를 발표하고 있다. 미국과 캐나다는 보다 과학적인 잔류농약 노출량 평가를 위해 Percent Crop Treated (PCT)의 통계적 추계방법 확립을 목적으로 하는 공동 연구를 진행하고 있다. 우리나라의 경우 농촌진흥청 국립농업과학원에서 주기적으로 과채류, 과수, 벼 및 엽채류에 대해 대표 농가를 선정해서 농약 사용량을 조사하고 있다. 그리고 식품 중 잔류농약 위험도 평가 (Risk Assessment)의 과학화를 위해 국내에서 개발한 식품 원재료 섭취량 산출 프로그램 및 잔류농약 노출량 산출 프로그램을 지속적으로 유지보수하고 있다. 추후 본 조사분석 결과를 바탕으로 식품 중 잔류농약 안전관리의 국제화 방안을 수립하고 제시할 계획이다.

주제어 : CCPR, Global Joint Review, Food Safety, Percent Crop Treated, Risk Assessment

주연구자 연락처 : E-mail, whd23@khidi.or.kr; Tel, 82-43-713-8447



## 식품 중 잔류농약 위해도 결정 및 안전역 확보를 위한 연구 (Establishment of Risk Assessment and Maximum Residue Limits of Pesticide Residues in Foods)

이영득

Young Deuk Lee

대구대학교 생명환경학부

Division of Life and Environmental Science, Daegu University, Gyeongsan 712-714, Korea

총 섭취 식품의 80%를 차지하는 농산물을 안정적으로 생산하기 위하여 현대 농업에서 농약의 사용은 필수불가결하다. 농작물 재배 중 해충 방제 효율을 확보하기 위해서는 농약의 특성별로 살포 시기 및 횟수를 일정 수준 허용하여야 하므로 농산물 중 잔류농약에 의한 위해 유발 가능성은 필연적이며 농약별로 잔류 수준의 변이 폭은 상당히 크게 나타난다. 각 농약별 만성독성학적 안전성 척도인 ADI는 잔류농약에 의한 위해성의 상한선이다. 잔류 수준과 ADI 사이에서 실용적으로 안전성을 확보하는 수단으로 잔류허용기준이 설정되고 있으며 이론적으로 산출되는 TMDI가 ADI를 초과하지 않는 범위로 관리되고 있다. 그러나 국내에서는 이러한 잔류허용기준을 농약 및 작물별로 다수의 작물잔류성 시험결과로부터 산출된 통계적 유의성에 근거하여 설정하지는 못하고 있다. 즉, 단일 작물잔류성 시험결과를 단순히 타 국가의 허용기준과 비교하거나 임의의 변이성을 부여, round-up하는 소위 전문가들의 eyeball method에 근거하여 설정하고 있다. 그렇다고 국제적으로 인정되는 통계적 유의성을 확보하기 위하여 작물잔류성 시험수를 대폭 늘리는 것도 현실적으로 매우 어렵다. 따라서 국제적으로 최소기준을 만족하면서 국내 연구실정에 부합되는 적절한 잔류허용기준의 설정체계가 요구된다. 다행히 국토 면적이 좁고 기후대가 편중되어 있으며 농약 사용에 대한 관리 체계가 비교적 잘 정비되어 있는 점을 효과적으로 이용할 수 있다. 따라서 소실속도에 따른 농약군 및 대표 작물을 지역별 GAP 관리에 따라 작물잔류성 시험을 수행하고 이러한 시험결과로부터 보편적으로 통용될 수 있는 통계학적 분산 척도를 산출, 적용한다면 보다 과학적으로 안전성이 확보된 잔류허용기준 설정 체계를 수립할 수 있을 것이다. 본 연구에서는 이러한 최종 잔류수준에 영향을 미치는 주요 인자를 제안하고 지역 및 기후대별 통계학적 실험설계를 고안함과 동시에 잔류자료의 해석 및 새로운 허용기준 설정체계를 위한 연구방향을 제시하고자 하였다.

**주제어** : 식품, 잔류농약, 위해도, 안전역 설정

**주연구자 연락처** : E-mail, ydpechem@daegu.ac.kr; Tel, +82-53-850-6753

## 농약잔류허용기준 적용을 위한 Codex 식품분류 개정에 관한 연구: 엽채류 · 근채류 (Research on Codex Food Classification for Maximum Residue Limits (MRLs): Leafy Greens and Root Vegetables)

이정호  
Jungho Lee

녹색식물연구소  
Green Plant Institute, Bio Valley SNU #2-202, Seoho-ro 89, Kwonsun, Suwon 441-853

농산물의 유해물질에 대한 안전성은 국민건강에 직결되어, 식약처에서는 식품별로 허용되는 농약품목과 각 농약의 잔류 허용기준을 설정하고 있다. 세계기준을 위해 FAO/WHO에서 설립한 국제식품규격위원회(Codex)에서는 국제 잔류 허용기준을 표준화하는 일을 한다. 잔류 설정의 기준을 위하여 식품 · 사료 분류목록의 국제표준화를 하고 있으며, 이것이 Codex 분류목록이다. 서구를 중심으로 한 식품분류의 세계화 작업으로 그 개정에 있으며, CCPR(Codex Committee on Pesticide Residues)에서 이일을 담당하며, 한국은 식물분류 전문가로 한국대표단에 포함하는 등 이 개정에 적극 참여하여 ① 동아시아를 중심으로 재배되는 ‘감’과 ‘대추’의 한국 기준안 반영, ② 유자, 복분자 등의 한국의 과일을 포함하는 등의 개정에 기여했다. 2012년부터는 채소분류(Type 02)의 개정이 시작되어 진행 중에 있다. 2013년 현재 7월 현재, 채소류의 일부인 ① Group 10의 결구배추류(6단계), ② Group 13의 엽채소류(6단계), ③ Group 17의 엽경채소류(6단계), ④ Group 16의 근채류(3단계)가 개정되고 있다. 한국의 쌈채소 등의 다양한 채소류의 Codex 반영을 제안하고 있으며, 2012년에 한국이 제안한 배추(Kimchi Cabbage)등 10 여 품목의 한국 채소류가 Codex목록에 반영되어 유지되고 있으며, 2013년에는

더덕(Deodeok), 도라지, 칩, 잔대, 와사비, 참마, 천마, 연근, 올방개 등 한국 근채류 9 품목, 두릅(Dureup shoot)을 포함하여 독활, 음나물, 고구마줄기, 토란줄기 등 한국 엽경채류 5 품목, 갯잎(Perilla leaves), 고추잎, 비름나물, 아욱잎, 콩잎, 파드득나물, 둥글레잎, 씀바귀, 고들빼기, 산마늘, 원추리, 돌나물, 보리순, 엇갈이배추, 고구마잎, 토란잎, 호박잎 등 엽채류 17 품목의 Codex 등록, 학명 변경, 명칭 변경 등의 Codex 목록화를 진행하였다. 그 결과 2013년 5월 북경에서 열린 45차 CCPR에서 우리나라 재배 농산물 25 품목이 CODEX 국제식품분류에 등재 되었다. 이것은 8단계까지 진행하여 지속적인 유지가 필요하며, 채소류에서 아직 시작되지 않은 버섯류, 구근류와 더불어 향신료와 비교 · 분석하여 추후 연구를 진행할 예정에 있다.

Codex에서 한국안의 반영은 지식기반의 식품분류에 참여한다는 것으로 국격을 높이는 일로, 앞으로도 지속적으로 한국안의 반영에 노력해야 할 것이고, 더불어 개정되거나 개정될 Codex 기준을 반영할 한국의 식품분류체계의 국제조화가 필요하다. 개별 MRLs, 그룹 MRLs 와 외삽 등 직면한 현안에 장기적이고 체계적으로 국제화를 해야 하며, 농약등록과 잔류허용의 이원화된 관리 시스템은 우리나라가 해결해야 하는 숙제이다. Codex를 중심으로 한 국제조화에는 정부의 지속적인 지원과 일원화된 국제변화의 대처가 필요하다.

주제어 : 코덱스, 농약잔류분과회의, 농약잔류허용기준, 국제식품규격, 식품분류, 과실, 채소, 배추

Key words : Codex, CCPR, Kimchi cabbage, MRLs, food Classification

주연구자 연락처 : email: jlee@greenplant.re.kr

## 농산물 중 비극성 살충제의 잔류분석법 (Determination of Nonpolar Acaricide Residues in Agricultural Commodities)

이영득\* · 조범석  
Young Deuk Lee\* · Beom Seok Cho

대구대학교 생명환경학부  
Division of Life and Environmental Science, Daegu University, Gyeongsan 712-714, Korea

대표 농산물을 대상으로 bromopropylate, chlorfenapyr, etoxazole, pyrimidifen, spirodiclofen 등 비극성 살충제 5종에 대한 공정 잔류분석법을 개발하고자 하였다. 통합적으로 분석용 시료를 조제하되 각 성분들은 개별적으로 정밀 정량함으로써 분석의 효율성을 높임과 동시에 잔류허용기준의 위반 여부를 명확히 판별할 수 있는 개별 분석법을 확립하였다. 적용 농산물 군의 대표 농산물로서 현미, 사과, 감귤, 고추, 배추의 5종을 선정하였으며 각 함수 시료로 부터 대상 성분들을 acetonitrile로 동시에 추출하였다. 추출물을 흡인 여과한 후 농축 과정 없이 다량의 식염수로 희석한 후 직접 비극성 용매로 분배 추출하였으며 유지 함유 시료는 *n*-hexane-acetonitrile 분배법을 추가하여 비극성 방해물질을 제거하였다. 분배 추출액은 Florisil column chromatography로 최종 정제하여 기기분석에 공시하였다. Bromopropylate, chlorfenapyr, pyrimidifen 및 spirodiclofen은 GLC/ECD, etoxazole 및 pyrimidifen은 GLC/NPD와 HPLC/UV를 적용하여 최적 기기분석 조건을 설정하였다. 확립된 시료 조제 및 기기분석법의 결과 무처리 농산물 시료 중 간섭물질은 관찰되지 않았다. 분석법 검증실험의 결과, 잔류분석기준인 정량한계 0.05 mg/kg 이하 및 허용기준의 1/2과 회수율 70~120% 이내를 충분히 만족하였으며 분석오차는 대상 농약과 농산물 시료에 상관없이 10% 이내였다. 시료 중에서 검출된 잔류분에 대한 정성적 신뢰성을 확보하기 위하여 추가의 크로마토그래피법과 질량분석기를 이용한 재확인법을 제시하였다.

**주제어 :** 농산물, 살충제, 잔류, 공정분석법

**주연기자 연락처 :** E-mail, ydpechem@daegu.ac.kr; Tel, +82-53-850-6753

# Determination of Quintozene Residue in Agricultural Commodities Using GC/ECD/MS

## (GC/ECD/MS를 이용한 농산물 중 Quintozene의 잔류분석)

Kyung-Geun Ahn<sup>1)\*</sup> · Gi-Ppeum Kim<sup>1)</sup> · Young-Wook Cho<sup>1)</sup> · Young-Sun Hwang<sup>1)</sup> · Su-Jin Lee<sup>2)</sup> · Won-Kap Yun<sup>2)</sup> · Min-Ju Kang<sup>1)</sup> · Seula Kim<sup>1)</sup> · Young Deuk Lee<sup>3)</sup> · Myoung-Gun Choung<sup>1)</sup>  
안경근<sup>1)\*</sup> · 김기쁨<sup>1)</sup> · 조영욱<sup>1)</sup> · 황영선<sup>1)</sup> · 이수진<sup>2)</sup> · 윤원갑<sup>2)</sup> · 강민주<sup>1)</sup> · 김슬아<sup>1)</sup> · 이영득<sup>3)</sup> · 정명근<sup>1)</sup>

<sup>1)</sup>Department of Herbal Medicine Resource, Kangwon National University, Samcheok 245-711, Gangwon, Korea

<sup>2)</sup>Gyeongbuk Institute for Marine Bioindustry, Gyeongbuk 767-813, Korea

<sup>3)</sup>Division of Life and Environmental Science, Daegu University, Gyeongsan 712-714, Korea

<sup>1)</sup>강원대학교 생약자원개발학과, <sup>2)</sup>경북해양바이오산업연구원, <sup>3)</sup>대구대학교 생명환경학부

Quintozene, pentachloronitrobenzene(PCNB) is a contact fungicide for control of soilborne phytopathogenic fungi during cultivation of diverse crops. It was introduced to agricultural use around 1930's as a substitute for mercurial disinfectants. Although quintozene had been first registered in Korea in 1969 but now banned to use due to its high residue levels in selected harvests, high possibility is expected that the residue may be contained in imported agricultural commodities as it is still used widely over the world. Therefore, this study was conducted to establish a determination method for quintozene residue in crops using GC/ECD/MS. Quintozene residue was extracted with acetonitrile from representative samples of five raw products which comprised hulled rice, soybean, Chinese cabbage, green pepper, and apple. The extract was diluted with saline water, and *n*-hexane partition was followed to recover quintozene from the aqueous phase. Florisil column chromatography was additionally employed for final clean up of the extract. The quintozene was quantitated by GLC with ECD, using a DB-1 capillary column. The crops were fortified with quintozene at 3 levels per crop. Mean recoveries ranged from 79.9% to 102.7% in five representative agricultural commodities. The coefficients of variation were less than 4.3%. Quantitative limit of quintozene was 0.004 mg/kg in representative five crop samples. A GC/MS with selected-ion monitoring was also provided to confirm the suspected residue. Therefore, this analytical method was reproducible and sensitive enough to determine the residue of quintozene in agricultural commodities.

**Key words :** Quintozene, GC/ECD/MS, Crop analysis, Residue analysis

**Corresponding author :** E-mail, cmg7004@kangwon.ac.kr; Tel, 82-33-540-3321

## Simultaneous Analysis of 112 Pesticide Multi-Residues in Rice by GC-MS/MS (GC-MS/MS를 이용한 현미 중 112 잔류농약의 다성분 동시 분석)

Jong Hwa Lee · Kyung Hoon Cha · Jin beum Lee · Byung-Joon Kim · Hyeri Lee · Eun hye Kim · Su Hee Kim · Jeong-Han Kim<sup>\*</sup>  
이종화 · 차경훈 · 이진범 · 김병준 · 이혜리 · 김은혜 · 김수희 · 김정한<sup>\*</sup>

Department of Agricultural Biotechnology, Seoul National University, 1 Gwanak-ro, Gwanak-gu, Seoul 151-742, Korea  
서울대학교 농생명공학부

A multi-residue method for simultaneous analysis of 112 pesticides by GC-MS/MS (gas chromatography-tandem triple quadrupole mass spectrometry) in rice was developed. Three sample preparation methods such as QuEChERS (quick, easy, cheap, effective, rugged and safe), KFDA method and PLS (Japanese positive list system method) were applied to rice for analysis pesticide. Recovery, matrix effect and process efficiency of the sample preparation methods were compared. For GC-MS/MS, two MRM (multiple reaction monitoring) transitions per compound were optimized to increase confidence in identification. Correlation coefficients ( $R^2$ ) of calibration curves and LOQ (limit of quantitation) were in range  $>0.99$  and  $0.001$ - $0.050$   $\text{mg kg}^{-1}$ , respectively. Quantitation was determined using matrix matched calibration curves at concentration ranging from  $0.002$   $\text{mg kg}^{-1}$  to  $0.2$   $\text{mg kg}^{-1}$ . To evaluate performance of the each sample preparation method, recovery tests were carried out on rice at spiking levels  $0.01$  and  $0.05$   $\text{mg kg}^{-1}$ . A most of compounds could be recovered with QuEChERS method as well as with the PLS method, while the KFDA method could not recover 10 pesticides. Average recovery in the range of  $70$ - $120\%$  ( $\text{RSD} \leq 20\%$ ) at the lower fortification level of  $0.01$   $\text{mg kg}^{-1}$  were approximately  $91.1\%$  (QuEChERS),  $89.3\%$  (KFDA method) and  $83.0\%$  (PLS method) of 112 compounds. At higher fortification levels of  $0.05$   $\text{mg kg}^{-1}$ , approximately  $99.1\%$  (QuEChERS),  $45.5\%$  (KFDA method) and  $93.8\%$  (PLS method) of 112pesticides were in the range of  $70$ - $120\%$  ( $\text{RSD} \leq 20\%$ ) which is a validation criteria of European Union in single residue analysis. The QuEChERS method was found to produce least matrix effect while the KFDA method produced highest. In aspect on process efficiency, the QuEChERS method demonstrated the advantage of less-time, less-reagents, and less-labor consuming in sample preparation procedure, and gave best recovery rates.

**Key words** : GC-MS/MS, Pesticide Multi-residues, QuEChERS, Rice

**Corresponding author** : kjh2404@snu.ac.kr; Tel, 82-02-880-4644

## 고감도 신속 다중농약 다성분 검색/검사법 개발 연구-LC-MS/MS법 (Development of Sensitive and Rapid Multiresidue Method by LC-MS/MS)

전영환 · 황정인 · 김정민 · 석다룡 · 이은향 · 전상오 · 김장억\*  
Young-Hwan Jeon · Jeong-In Hwang · Jung-Min Kim · Da-Rong Seok ·  
Eun-Hyang Lee · Sang-Oh Jeon · Jang-Eok Kim\*

경북대학교 응용생명과학부  
School of Applied Biosciences, Kyungpook National University, Daegu 702-701, Korea

현재 세계적으로 자유무역협정(FTA : Free Trade Agreement)으로 인하여 수입식품의 양과 종류도 매년 지속적으로 증가하여 시중 어디서든지 손쉽게 수입농식품을 구할 수 있다. 수입농산물의 양이 점점 늘어감에 따라 수입농산물의 안전성 평가가 주요한 현안으로 등장하고 있다. 따라서 식품 안전에 대한 국내외적 경쟁력 확보를 위하여 잔류농약관리의 PLS 체계 도입 필요하다. 본 연구는 LC-MS/MS를 이용하여 PLS 체계용 고감도 신속 다성분 검색법 개발하고자 한다.

국내에 등록 된 91종 농약의 다성분 동시분석법을 개발하기 위하여 식품공전상의 “다중농약다성분 동시분석법-제2법”에 적용하였다. 현미, 오렌지와 고추시료를 acetonitrile 로 추출한 후, 이를 감압여과 한 후 여액에 sodium chloride을 넣어주었다. 여과액을 흔들어 섞어 주고 정치하여 acetonitrile층과 물층을 분리시켰다. 상등액인 acetonitrile층 취하여 감압 농축한 후 잔류물을 재용해하여 이를 정제하였다. SPE cartridge를 이용하여 정제한 후 재용해하여 LC-MS/MS로 분석하였다.

국내미등록 농약 91종 대한 잔류분석법의 벨리데이션을 실시한 결과 대상 분석성분 부근에 시료 중 불순물에 의한 간섭은 관찰되지 않았으며, 검량선의 matrix-matched법으로 사용하였다. 본 연구에서 확립된 시료조제 및 기기분석과정을 수행하여 얻은 회수율을 산출한 결과는 55~162%(n=6)로 나타났으며, 분석오차는 25% 이내로 나타났고, 정량한계는 0.01 mg/kg 이하였다.

본 시험에 의해 확립된 91종에 대하여서는 간단한 모니터링으로는 사용이 가능할 것으로 생각되며, 앞으로도 나머지 농약에 대하여서 PLS체계를 위한 다성분 분석법 대한 연구가 지속적으로 수행되어야 할 것으로 생각된다.

**Key words** : PLS, Pesticides, Multiresidue analysis, LC-MS/MS

**Corresponding author** : Jang-Eok Kim, jekim@knu.ac.kr