

## 잔류농약 24성분의 다성분 동시분석을 위한 기체크로마토그래피 조건의 최적화

이은주\* · 김우성 · 박건상 · 오재호 · 김대병

부산지방식품의약품안전청

**요약** : 분석 대상인 24종 농약을 극성이 다른 캐필러리 칼럼인 DB-17, SPB-608, 및 Ultra-2를 이용하여 전자적압력조절장치(Electronic pressure control, EPC)가 장착된 HP 5890 series II Plus 가스크로마토그래피에서 전자포획검출기로 동시분석법의 최적조건을 모색하였다. 본 실험에서 EPC 시스템의 압력조절기능을 도입함으로써 다음과 같은 분석향상을 얻었다. DB-17, SPB-608, 및 Ultra-2 캐필러리 칼럼에서 EPC 기능이 없이 동시 분석한 결과 일부 농약들이 분리되지 않았다. 그러나 EPC 시스템의 압력조절 기능을 적용한 결과 vinclozolin과 acetochlor를 제외한 22종 농약 모두 SPB-608 캐필러리 칼럼에서 동시 분석되었다. 또한 농약들의 분리 시간에도 영향을 주어 총 분석시간이 단축되었다. 즉 EPC 시스템 없이 분석한 시간이 61~81분인데 반해 EPC 시스템 도입으로 45분으로 단축되었다. 각 농약들에 대한 검출한계는 0.1~12.9 ng/mL 검출되었다.(1999년 11월 28일 접수, 2000년 6월 23일 수리)

**Key words** : Pesticide, analysis, gas-liquid chromatography.

### 서 론

농약은 농업 생산에 있어 농산물의 품질 향상과 생산 증대를 일으킨 반면 무절제한 사용으로 인해 농산물, 식품, 토양 및 기타 자연에 잔류하여 생물체내의 지방조직에 축적된 후 만성중독을 유발할 가능성이 있어(Robert, 1976) 잔류농약에 대한 문제성이 국내뿐만 아니라 국제적으로 관심의 대상이 되고 있다. 잔류농약의 규제방법으로 우리 나라(식품의약품안전청, 1999), 호주(ANZFA, 1998), 일본(일본식품위생협회, 1994), Codex(FAO/WHO, 1999) 등 세계 각국에서는 식품 중 농약잔류허용기준을 설정하고 있으며 계속적으로 그 농약수를 확대하고 있다.

농약은 화학구조상 유기염소계, 유기인계, 카바메이트계, 피레스로이드계 농약 등으로 구분할 수 있는데 이들 농약들을 규제하기 위해 분석 대상시료에서 무엇보다도 정확하고 신속하게 분리할 수 있는 다성분 동시분석법이 필요하며, 현재 상당수의 다성분 동시분석법이 연구발표되었다.

일반적으로 대부분의 농약들은 AOAC method(Patricia, 1995)와 PAM(Bernadette, 1994)에 보고된 바와 같이 시료 중에서 액체-액체 분배법을 이용하여 추출한 후 Sep-Pak, florisil, silica gel 칼럼 등을 이용하여 정제하고 농약의 구성원소의 특징에 따라 전자포획검출기(Electron Capture Detector, ECD)와 질소인검출기(Nitrogen Phosphorus Detector, NPD)가 장착된 기체 및 액체 크로마토그래피 분석법으로 정성, 정량하고 있다.

이 중 전자포획검출기로 분석할 수 있는 농약은 구성 원소 중 할로젠 등 전자친화력이 강한 부분을 분자내에 포함하고 있는 농약들로 이들을 동시 분석한 논문들을 보면, AOAC method 990.06(1995)에서는 29종의 유기염소계 농약을 각각 17종 및 15종의 두 그룹으로 나누어 DB-5와

DB 1701 캐필러리 칼럼에서 총 60분에 걸쳐 분리하였고, 8종의 피레스로이드계 농약을 HP-17과 DB-5 캐필러리 칼럼에서 분리하였으며(Pang 등, 1995), 또한 DB-1, DB-15, DB-17, DB-WAX 캐필러리 칼럼을 이용해 304종의 유기염소계, 유기인계, 피레스로이드계 농약 및 기타 질소, 인, 황 함유 농약들에 대해 ECD, FPD, NPD, MSD, ITD를 이용하여 분석하였다(Zoonen 등, 1996). 국내에서는 OV-17 캐필러리 칼럼을 이용하여 19종의 유기염소계 농약을 분리한 바 있고(김 등, 1987), 1990년 한국과학기술 연구원의 다성분 잔류농약 분석에 관한 3차 연구보고서에서는 각각 10종, 14종, 및 4종의 유기염소계 농약을 SE-54 캐필러리 칼럼을 이용해 분석하였으며, 김 등(1996)은 Ultra-2에서 유기염소계 농약 31종을 분석하였다.

그러나 이들 분석법들은 대체로 BHC 이성질체( $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  및  $\delta$ -BHC), DDT 및 대사산물(DDD 및 DDE), 그리고 endosulfan 및 그 대사산물( $\alpha$ ,  $\beta$ -endosulfan 및 endosulfan silfate)등의 잔류성 유기염소계 농약들과 피레스로이드계 농약을 대상으로 하였으며, 동시 가능한 농약 수는 20종 내외로서 총 분석시간이 최소 30분에서 60분이 소요되었다.

최근에는 유기염소계의 새로운 농약인 디페닐계, 이미다졸계, 디아진계, 디카복실계, 클로로벤젠계, 아세토아닐라이드계, 트리아진계, 요소계 등의 농약들이 개발 사용되면서 개별 분석법은 있으나, 이들에 대한 다성분 동시분석법은 아직 발표된 바 없다. 이들 농약들은 대부분의 농산물에 대해 살충제, 살균제 및 제초제로 주로 사용되는 농약들로 분자량이 크고 질소, 인, 황 등을 복합적으로 함유하고 있는 특징이 있으며, 그 극성 정도가 서로 상이하야 새로운 캐필러리 칼럼의 선택이나 분석방법의 모색이 필요하다.

본 연구는 전자포획검출기에 검출되는 농약 중 극성이 있는 유기염소계와, 유기인계 농약과 기타 농약 24종을 선택하여 AOAC, PAM 및 기타 보고된 분석방법들에서 이

\*연락처

용한 캐필러리 칼럼 중 극성이 다른 3종류의 칼럼을 선택하여 동시 분석하고자 하였다.

또한 이 중 분리능이 양호한 칼럼을 선택하여 기체크로마토그래프(HP 5890 series II Plus)에 장착되어 있는 EPC의 압력 프로그램(pressure programe)을 이용하여 오븐 온도 프로그램에서 분리되지 않는 농약들을 최소 및 최대의 서로 다른 압력 조건을 주어 완전히 분리하고, 고온과 장시간에서 단 분리되는 농약들을 최대 압력을 주어 분석 시간을 단축시켜 다성분 동시분석법의 최적 조건을 찾고자 하였다.

## 재료 및 방법

### 표준용액

실험에 사용한 24종의 표준농약인 dicloran, vinclozolin, acetochlor, heptachlor, chlorpyrifos-methyl, metribuzin, metolachlor, linuron, dicofol, bromacil, penconazole, procymidone, oxadiazone, hexaconazole, oxyfluorfen, profenofos, myclobutanil, chlorobenzilate, propiconazole, bifenthrin, diclofop-methyl, norflurazon, prochloraz, quinzalofop-ethyl은 Dr. Ehrenstorfer GmbH사 (Germany) 제품으로 96% 이상의 순도를 나타내는 분석용 표준품을 사용하였으며, 잔류농약시험용 시약은 아세톤 (Merck, Germany)을 사용하였다. 혼합표준농약의 조제는 24종의 농약을 아세톤에 녹여 각각 100 mg/L으로 표준원액을 만든 후, 아세톤으로 희석시켜 각 성분이 1.7~8.3 mg/L 이하가 되도록 혼합하여 표준용액으로 사용하였으며 각 농약의 농도는 표 1과 같다.

### 기기 분석 방법

본 실험에 사용한 기체크로마토그래프는 전자포획검출기와 시료 주입부에 EPC가 장착된 기체크로마토그래프(HP 5890 Series II Plus, Hewlett-Packard, USA)를 사용하였

**Table 1. The composition of 24 pesticides standard mixture**

No <sup>a)</sup>	Pesticide	Concentration(mg/L)
1	Dicloran	4.0
2	Vinclozolin	1.7
3	Acetochlor	5.0
4	Heptachlor	1.7
5	Chlorpyrifos-methyl	2.6
6	Metribuzin	2.5
7	Metolachlor	8.2
8	Linuron	5.7
9	Dicofol	4.6
10	Bromacil	3.2
11	Penconazole	2.9
12	Procymodone	4.1
13	Oxadiazone	2.8
14	Hexaconazole	2.8
15	Oxyfluorfen	3.2
16	Profenofos	3.8
17	Myclobutanil	4.5
18	Chlorobenzilate	6.4
19	Propiconazole	4.5
20	Bifenthrin	3.4
21	Diclofop-methyl	1.8
22	Norflurazon	3.0
23	Prochloraz	4.3
24	Quinzalofop-ethyl	5.6

<sup>a)</sup>Peak identity.

다. 캐필러리 칼럼은 Ultra-2 (cross-linked 5% phenyl methyl polysiloxane, 50 m×0.25 mm ID, 0.25 μm film thickness, Hewlett-Packard, USA), SPB-608(30 m×0.25 mm ID, 0.25 μm film thickness, Supelco, USA, 2개를 연결하여 60 m 길이로 사용), DB-17(cross-linked 50% phenyl methyl polysiloxane, 60 m×0.25 mm ID, 0.25 μm

**Table 2. GLC operating parameters for the analysis of 24 pesticides**

Column	DB-17	SPB-608	Ultra-2
Inlet temperature		250°C	
Detector temperature		290°C	
Oven temperature program			
Initial temp.	190°C for 15 min	180°C for 1 min	130°C for 0 min
Ramp rate	10°C/min	10°C/min	5°C/min
FinalA temp.	220°C for 28 min	205°C for 17 min	185°C for 17 min
Ramp rate	10°C/min	10°C/min	5°C/min
FinalB temp.	280°C for 5 min	235°C for 20 min	215°C for 8 min
Ramp rate	10°C/min	10°C/min	5°C/min
FinalC temp.	290°C for 23 min	290°C for 20 min	285°C for 13 min
Carrier & Flow rate	N <sub>2</sub> , 30.2 cm/sec	N <sub>2</sub> , 31.2 cm/sec	N <sub>2</sub> , 15.3 cm/sec
Injection volumn	1μl	1μl	1μl
Split ratio	60 : 1	60 : 1	60 : 1

film thickness, J&W, Australia)을 사용하였고, 주입부에는 split/splitless 검출의 liner를 사용하였다. 기타 다른 분석 조건은 표 2 및 4와 같다. 또한 최적 분석조건하에서 24종 혼합표준농약의 검출한계를 구하기 위해 표 4의 조건하에서 분석하였다.

## 결과 및 고찰

### 캐필러리 칼럼종류에 따른 분리능

분석 대상인 24종 농약을 1.7~8.3 mg/L 농도로 혼합 조제한 후, 극성이 서로 다른 3종류의 캐필러리 칼럼

Table 3. Retention times of 24 pesticides on three capillary columns

No. <sup>a)</sup>	Pesticide	Retention time(min) ± RSD(%)		
		DB-17	SPB-608	Ultra-2
1	Dicloran	17.5 ± 0.008	14.0 ± 0.004	15.8 ± 0.000
2	Vinclozolin	20.0 ± 0.009	17.7 ± 0.005	22.6 ± 0.004
3	Acetochlor	20.3 ± 0.008	17.7 ± 0.005	22.4 ± 0.004
4	Heptachlor	20.0 ± 0.009	18.0 ± 0.006	23.1 ± 0.005
5	Chlorpyrifos-methyl	22.0 ± 0.010	19.9 ± 0.008	22.6 ± 0.004
6	Metribuzin	23.9 ± 0.013	22.0 ± 0.005	21.8 ± 0.020
7	Metolachlor	23.7 ± 0.010	23.0 ± 0.007	27.9 ± 0.006
8	Linuron	24.2 ± 0.011	23.4 ± 0.006	7.64 ± 0.000
9	Dicofol	25.9 ± 0.012	25.9 ± 0.006	28.6 ± 0.003
10	Bromacil	28.1 ± 0.014	27.7 ± 0.004	26.1 ± 0.003
11	Penconazole	28.9 ± 0.013	28.2 ± 0.003	31.8 ± 0.003
12	Procymidone	30.5 ± 0.016	30.0 ± 0.003	33.2 ± 0.004
13	Oxadiazone	33.0 ± 0.018	32.2 ± 0.059	37.2 ± 0.004
14	Hexaconazole	33.5 ± 0.018	32.2 ± 0.002	35.6 ± 0.003
15	Oxyfluorfen	34.0 ± 0.018	32.9 ± 0.004	37.9 ± 0.002
16	Profenofos	36.9 ± 0.021	33.9 ± 0.005	36.2 ± 0.003
17	Myclobutanil	40.5 ± 0.020	36.3 ± 0.005	37.2 ± 0.004
18	Chlorobenzilate	40.5 ± 0.020	36.5 ± 0.002	39.6 ± 0.001
19	Propiconazole I	49.8 ± 0.009	44.0 ± 0.003	44.0 ± 0.001
19	Propiconazole II	50.1 ± 0.007	44.7 ± 0.004	44.5 ± 0.003
20	Bifenthrin	51.0 ± 0.007	47.8 ± 0.075	48.7 ± 0.003
21	Diclofop-methyl	51.6 ± 0.006	47.9 ± 0.014	45.9 ± 0.003
22	Norflurazon	52.4 ± 0.006	49.6 ± 0.003	Not eluted
23	Prochloraz	60.7 ± 0.025	60.1 ± 0.002	54.4 ± 0.001
24	Quinazalofop-ethyl	65.2 ± 0.007	64.3 ± 0.002	56.4 ± 0.001

<sup>a)</sup>Peak identity.

Table 4. The optimum condition of GC/ECD with EPC for 24 pesticides

Condition	SPB-608
Inlet temperature	250°C
Detector temperature	290°C
Oven teperature program	
Initial temp. (time)	220°C (25 min)
Ramp rate	15°C/min
Final temp. (time)	290°C (16 min)
Pressure program	
Initial pres. (time)	38.7psi (23.5 min)
Ramp rate	21.6 psi/min
FinalA pres. (time)	46.1 psi (5 min)
Ramp rate	22.4 psi/min
FinalB pres. (time)	30.8 psi (6 min)
Ramp rate	51.6 psi/min
FinalC pres. (time)	51.6 psi (10 min)
Carrier	N <sub>2</sub>
Injection volumn	1 µl
Split ratio	60 : 1

DB-17, SPB-608, Ultra-2를 HP 5890 II series Plus 가스 크로마토그래프에 설치하고 표 2의 분석 조건에서 전자포 확검출기로 분석한 결과 그림 1, 2, 및 3과 같다.

각 승온조건은 칼럼에 따라 최적화하여 가능한 최고의 분리능이 나타내도록 조절하였다. 중간 극성을 띄고 있는 DB-17과 SPB-608 캐필러리 칼럼에서의 분리능을 살펴보면 DB-17 캐필러리 칼럼에서는 24종 농약중에서 vinclozolin과 heptachlor가 20.0분, myclobutanil과 chlorobenzilate가 40.5분에서 분리되지 않았으나 기타 20종의 농약은 완전 분리되었고, SPB-608 캐필러리 칼럼에서는 24종 농약중에서 vinclozolin과 acetochlor가 17.7분, oxadiazone과 hexaconazole이 32.2분에서 분리되지 않았으나, 기타 20종 농약은 완전 분리되었다. 비극성을 띄고 있는 Ultra-2 캐필러리 칼럼에서는 vinclozolin과 chlorpyrifosmethyl이 22.6분, oxadiazone과 myclobutanil이 37.2분에서 분리되지 않았으며, norflurazone은 검출되지 않았다. 그러나 기타 19종 농약은 완전 분리되었으며, propiconazole은 3종류 칼럼 모두에서 두 개의 피크로 분리되었다.

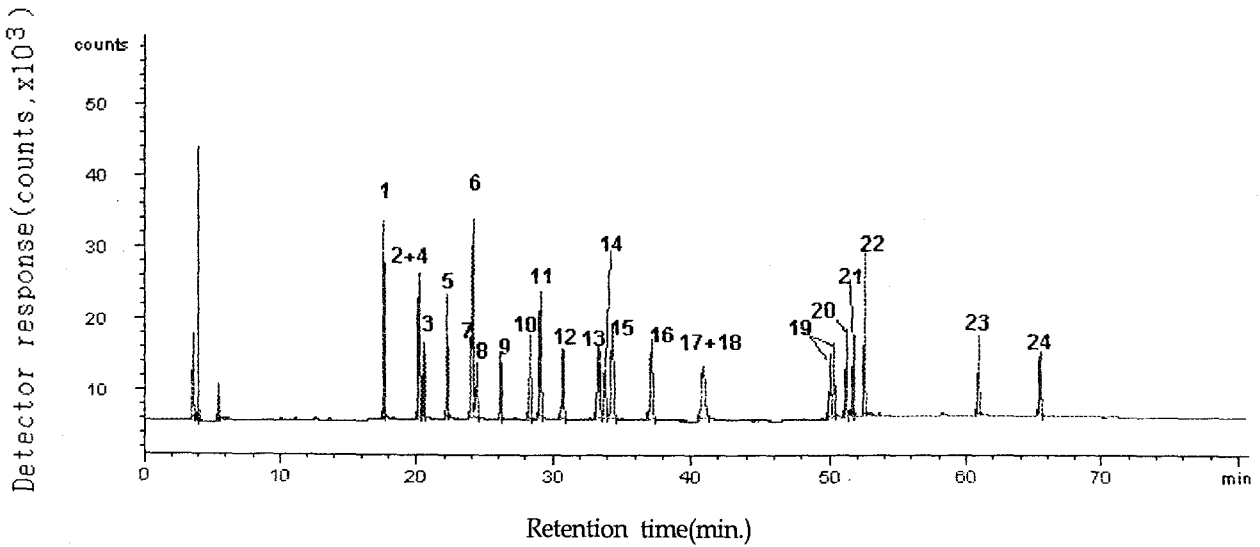


Fig. 1. Gas-liquid chromatogram of 24 pesticides on DB-17 capillary column. See table 1 for peak identity.

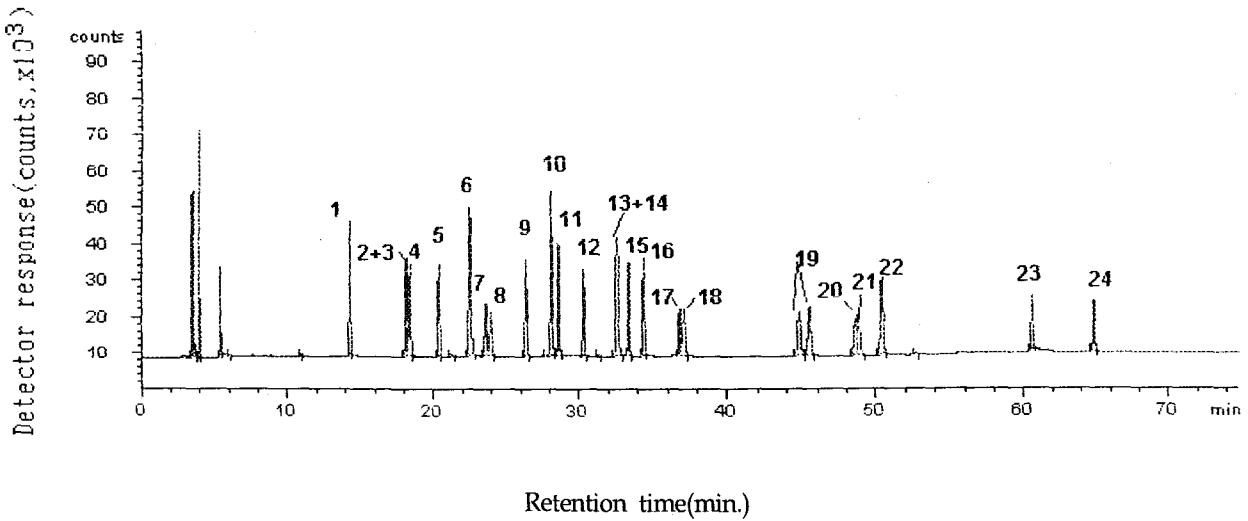


Fig. 2. Gas-liquid chromatogram of 24 pesticides on SPB-608 capillary column. See table 1 for peak identity.

총 분리시간을 비교해 보면, DB-17, SPB-608, Ultra-2 캐필러리 칼럼순으로 각각 81분, 75분, 69분이 소요되었다. 가스크로마토그래피의 기능 중 일정한 유속에 따른 오븐 온도 프로그램만 조작하여 최적조건을 만들어 분석한 결과 유기인계인 vinclozolin은 3종류의 칼럼에서 모두 분리되지 않았고, norflurazone은 Ultra-2 칼럼에서 검출되지 않았다. 따라서 혼합표준농약의 완전 분리를 위해 3종류의 칼럼 중에서 24종 농약이 대체로 분리되면서 총 분리시간이 짧은 SPB-608 칼럼을 선택한 후 오븐 온도 프로그램뿐만 아니라 EPC 기능인 압력 프로그램을 조작하여 동시 다성분의 최적 분리조건을 모색하고자 하였다.

**EPC를 이용한 분리능**

SPB-608 캐필러리 칼럼에서 일정한 유속하에서 온도 프로그램을 이용한 최적 분석조건에서는 vinclozolin과 acetochlor, oxadiazon과 hexaconazole을 더 이상 분리시킬 수 없었고, prochloraz와 quinalofop-ethyl은 오븐 온도의 최대온도 290℃에서도 20분이라는 장시간에서만 분리되었다. 표 4와 같이 EPC 기능인 최저 압력과 최고 압력을 필요부분에서 급하, 급상 시킬 수 있는 압력 프로그램을 온도 프로그램이 진행되는 동안 조작하므로써 46.1 psi에서 30.8 psi로 급하시켜 oxadiazon과 hexaconazole을 분리하였고 30.8 psi에서 51.6 psi로 급상시켜 290℃에서

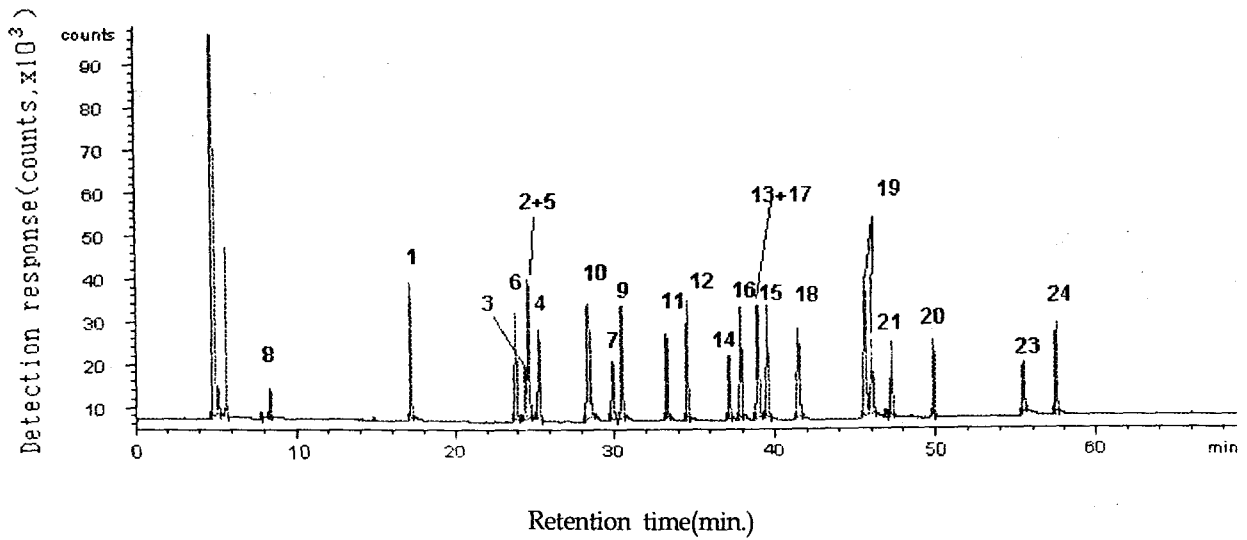


Fig. 3. Gas-liquid chromatogram of 24 pesticides on Ultra-2 capillary column. See table 1 for peak identity.

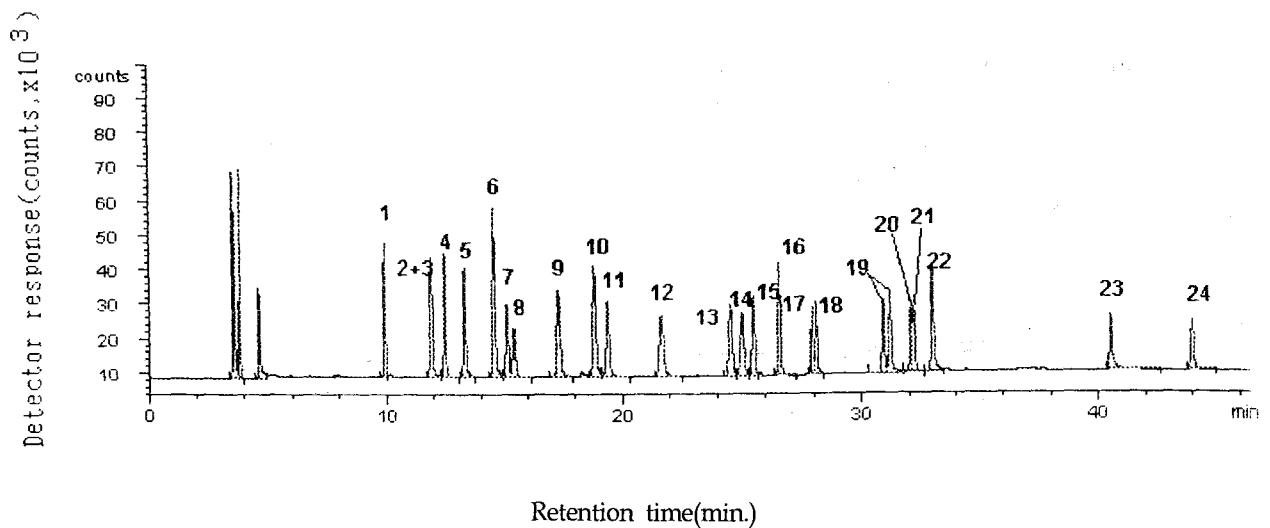


Fig. 4. Gas-liquid chromatogram of 24 pesticides on SPB-608 capillary column with the function of pressure control. See table 1 for peak identity.

prochloraz와 quinalofop-ethyl를 10분이내에서 분리시켜 총 분리시간을 75분에서 45분으로 단축시켰으나(그림 4), 이 경우 vinclozolin과 acetochlor는 분리되지 않았다. SPB-608 캐필러리 칼럼에서 압력 프로그램과 온도 프로그램을 이용한 최적 다성분 동시분석법으로 혼합 표준농약을 5회 반복 분석한 결과, 머무름 시간의 표준편차(RSD)가 0.1%이하로 이 조건에서의 재현성은 양호하였다(표 5).

가스크로마토그래피 분석법에서 일정한 유속에 오븐온도 프로그램을 이용하여 시료속의 성분들을 분리하는 과정에서 오븐 온도는 칼럼을 통과하는 이동상의 유속에 영향을 준다. 즉 오븐온도가 증가할수록 칼럼내의 이동상의

점도도 함께 증가하면서 가스수가 감소하게 되고 이로 인해 유속이 감소된다.

하지만 EPC 시스템은 압력프로그램의 전기적 조절에 의해 오븐온도의 증가로 인한 유속감소를 보완해 주어 유속을 일정하게 유지시켜 안전화(flow stability)를 가져주고 머무름 시간과 피크 면적의 재현성이 현저하게 정확하며 표준편차가 0.1%이하로 분리능이 향상되었고, 또한 분석이 필요한 최대온도를 감소시킬 수 있고 유속을 급상 및 급하를 상이하게 조절할 수 있어 온도한계점 아래에서 효율적으로 작동하여 총 분석시간이 단축되었다.

Table 5. Retention times, reproducibility and sensitivity of 24 pesticides under optimized conditions using SPB-608 capillary column

No. <sup>a)</sup>	Pesticide	Retention time (min)	RSD (%)	LOD (ng/ml)
1	Dicloran	10.1	0.058	0.1
2+3	Vinclozolin + Acetochlor	12.1	0.071	0.2
4	Heptachlor	12.7	0.059	0.5
5	Chlorpyrifos-methyl	13.6	0.059	0.2
6	Metribuzin	14.9	0.052	0.4
7	Metolachlor	15.5	0.059	0.4
8	Linuron	15.8	0.057	2.2
9	Dicofol	17.7	0.044	0.2
10	Bromacil	19.2	0.030	0.9
11	Penconazole	19.9	0.048	0.6
12	Procymodone	22.2	0.043	0.5
13	Oxadiazone	25.2	0.032	0.8
14	Hexaconazole	25.5	0.026	2.9
15	Oxyfluorfen	26.0	0.026	0.6
16	Profenofos	26.9	0.014	2.2
17	Myclobutanil	28.2	0.010	3.8
18	Chlorobenzilate	28.4	0.007	8.9
19	Propiconazole I	31.3	0.007	12.9
19	Propiconazole II	31.6	0.007	9.0
20	Bifenthrin	32.5	0.005	6.9
21	Diclofop-methyl	32.6	0.003	8.1
22	Norflurazon	33.4	0.004	5.8
23	Prochloraz	40.9	0.003	0.9
24	Quinzalofop-ethyl	44.5	0.005	1.1

<sup>a)</sup>Peak identity.

### 검출한계(Limited Of Detection, LOD)

현재 식품 및 농산물에서 미량의 농약들을 단시간에 다수의 농약을 정성, 정량하기 위해서 다성분 동시분석법에 전처리 과정에서도 추출 후 정제과정을 거치지 않고 가스 크로마토그래피의 시료 주입부에 직접 주입하는 방법을 이용하는 경우가 많다. 이 경우 정제가 덜된 추출액을 주입하므로써 색소나 기타 시료중의 불순물이 주입부 liner와 칼럼에 흡착되어 기기 및 칼럼 수명을 단축시키기는 경우가 빈번하다.

따라서 본 연구에서는 이러한 최소 정제 과정에 의하여 조제된 시료를 분석하기 위하여 split비를 60:1로 분석하였으며, 본 실험에서도 표준농약 농도를 위의 split비에 근거하여 1.7~8.3 mg/L로 조제 하였다. 따라서 표 4와 같은 최적 조건에서 LOD를 구한 결과 0.1~0.9 ng/mL, 1.1~12.9 ng/mL이 검출되었다. 이는 식품공전에서 수입 농산물에 대해 24종 농약의 잔류허용기준치인 최소 0.02 mg/L에서 최대 40 mg/L 범위내에서 본 실험에서 모색한 최적조건으로 분석하여도 충분한 감도로 정량 분석될 수 있다고 생각된다.

본 연구는 EPC를 이용한 다성분 동시분석법 개발로 기존의 가스 크로마토그래피에서 이용되는 일정한 유속하에서 오븐 온도 프로그램을 이용한 승온조작의 압력 프로그램을 혼용 조작하므로써 보다 신속하고, 정확하게 분리할 수 있었다. 이는 향후 수입 농산물 및 국내 농산물에 잔류되어

있는 미량의 농약에 대해 신속히 검정하는데 있어 기존에 발표되어 있는 유기인계, 유기염소계 농약의 다성분 동시분석법에 합성농약들의 다성분 동시분석법을 함께 하므로써 한번에 다수의 농약들을 검출하는데 많이 이용되어 시간적, 경제적 절약을 가져올 것으로 기대된다.

### 인용문헌

- Australia New Zealand Food Authority(ANZFA) (1998) Food Standards Code, Australia.
- Bernadette M. M. (1994) Pesticide Analytical Manual (PAM) Volumn I: Multiresidue Methods, 3rd ed., FDA, USA.
- FAO/WHO (1999) Codex Alimentarius Commission, part 1-26. U.S.
- Pang *et al.* (1995) Modification of AOAC multiresidue method for determination of synthetic pyrethroid residues in fruits, vegetables, and grains. Part I : Acetonitrile extraction system and optimization of florisil cleanup and chromatography, J. of AOAC International 78(6).
- Patricia C. (1995) Official methods of analysis of AOAC international, Pesticide and industrial chemical residues, 16th ed., Carpter 10, USA.

- Robert, M. J. (1976) Convulsive of chlorinated hydrocarbon insecticides in the cat central nervous system, *Toxicol. Appl. Pharma.*, 35:95.
- Sally S. S. (1993) *Electronic pressure control in Gas Chromatography*, Hewlett-Packard Company, USA.
- Wayland, J. H. and R. L. Edward (1993) *Handbook of Pesticide Toxicology*, 1st. ed., Academic Press Inc., New York, pp.301~304.
- Zoonen P. V. and V. Rijksinstituut (1996) *Analytical methods for pesticide residues in foodstuffs*, 6th ed., Ministry of Public Heath, Welfare and Sport, Netherlands.
- 김우성, 이봉헌, 박홍재 (1996) 기체크로마토그래프를 이용한 유기염소계 잔류농약 동시분석방법 개발에 관한 연구. *J. of the Korean Envir. Sci. Soci.*, 5(5):p.561.
- 김택제, 어연유, 김영삼 (1987) 모세관 칼럼기체크로마토그래프에 의한 유기염소계 농약의 분리 정량에 관한 연구. *J. of Korean Chemical Society.*, 31(5):p.425.
- 김택제, 어연우 (1990) 다성분 잔류농약 동시 분석법에 관한 연구 (3차), KIAT 연구보고서.
- 노경아, 김진호, 김형위, 이윤경, 박기문 (1997) 잔류농약 다성분법에 관한 연구(I):GC-ECD 및 NPD를 병렬 사용한 분석, *J. Korean Soc. Food Sci. Nutr.* 29(3):427~431.
- 식품의약품안전청 (1999) 식품공전 pp.37~106.
- 식품의약품안전청 (1999) 식품공전 별책 제7. 일반시험법 pp.110~256.
- 日本食品衛生協會 (1994) 残留農藥基準便覽 p.173.

---

#### Optimization of Gas-Liquid Chromatographic Parameters for the Multi-residue Analysis of 24 Pesticides

Eun-Ju Lee\*, Woo-Seong Kim, Kun-Sang Park, Jae-Ho Oh, Dai-Byung Kim (Pusan Regional Food & Drug Administration, 123-7 Youngdang-dong, Namgu, Pusan, 608-080, Korea)

Abstract : Optimum parameters were investigated for the simultaneous analysis of 24 pesticide residues using gas-liquid chromatography with electron capture detection. Electronic pressure control(EPC) on column enhanced resolution of 24 analytes. Using DB-17, SPB-608, and Ultra-2 capillary column without EPC, incomplete separation was observed in some pairs of pesticides. When EPC function was adopted, no severe overlapping was observed on SPB-608 column in every pesticides except vinclozolin/acetochlor pair. Total running time was 45 min, much shorter than 69~81 min when used without EPC. Limit of determination of each analyte ranged 0.1~12.9 ng/mL.

---

\*Corresponding author(FAX : +82-51-627-2261, E-mail : eunju89@yahoo.com)