

HPLC를 이용한 식품중 허용 외 색소의 동시분석에 관한 연구

김천희* · 이민재 · 김경옥 · 이현영 · 양주홍 · 허석¹ · 박종석¹ · 장영미¹ · 김희연¹

한국기능식품연구원, ¹경인지방식품의약품안전청 유해물질분석과

Development of a Simultaneous Analysis Method for Disapproved Coloring Agents in Foods Using HPLC

Cheon-Hoe Kim*, Min-Jae Lee, Keoung-Ok Kim, Hyoun-Young Lee, Joo-Hong Yang, Seok Heo¹, Jong-Seok Park¹, Young-Mi Jang¹, and Hee-Yun Kim¹

Korea Health Supplement Institute

¹Hazard Substances Analysis Division, Center for Food and Drug Analysis, Gyeongin Regional Korea Food & Drug Administration

Abstract This study developed the simultaneous analysis method for efficient safety controls of import food of Orange II, Rhodamine B, Para Red, and Sudan dye I-IV among disapproved coloring agents that use is prohibited in foods. The analysis method was developed according to the sample pre-treatment and HPLC conditions, and a documentary survey was used to establish the detection limit of the method, followed by effectiveness verification and recovery percentage examinations. Recovery percentage examination for 26 products resulted Orange II displayed recovery percentage of 96.46-121.26%, Rhodamine B displayed recovery percentage of 70.86-106.53%, Para Red displayed recovery percentage of 97.00-116.86%, Sudan I displayed recovery percentage of 92.93-112.44%, Sudan II displayed recovery percentage of 96.63-115.10%, Sudan III displayed recovery percentage of 92.21-114.73%, Sudan IV displayed recovery percentage of 93.22-122.91%. Correlation coefficient of gradient of this analysis method exhibited more than 0.999, RSD exhibited fewer than 2 as 0.8-1.39%, exactitude exhibited more than 90%. At this time, detection limit and fixed quantity limit decided by each 0.1 mg/L, 0.3 mg/L.

Key words: disapproved coloring agents, orange II, rhodamine B, para red, sudan dye (I-IV)

서 론

식품은 각기 그 고유의 천연색깔을 가지고 있으며 제조·가공 과정 중 그 일부 또는 전체가 다른 색깔로 전환되거나 퇴색되기도 하여 상품으로서의 가치가 떨어지는 경우가 있다. 따라서 식품제조·가공공정에서는 제품의 색을 아름답게 하여 식욕을 증진시키고 가공·저장 중에 야기되는 변색을 방지하며 제품의 색깔을 균질화하는 등 상품가치를 높이기 위하여 착색료를 사용하고 있다(1,2). 식품의 착색에는 천연색소를 사용하는 것이 바람직하나 화학적 안정성이 우수하고 가격이 저렴한 합성착색료가 널리 사용되고 있으며, 그 중 타르계 색소가 많이 사용되고 있다. 타르색소는 그 종류가 많고 발암성, 유전독성 등 안전성 문제로 각 나라마다 식품 사용에 규제를 하고 있으며 우리나라는 현재 9종을 허용하고 있으며, 외국의 경우 일본 12종, EU 16종, 미국 9종 등을 허용하고 있다(3,4).

식품의 국제화·자유화로 인해 국내로 많은 수입식품이 유입되고 있는 현 상황에서 허용 외 색소나 사용기준에 부적합한 색소류가 첨가된 식품을 철저히 검사할 필요가 있다. 수입식품의

경우 허용되지 않은 합성착색료가 검출되거나 사용할 수 없는 식품으로부터 검출되어 사용기준을 위반하는 사례가 빈번하여 검사를 지속적으로 수행하여야 하나 현재 허용 외 착색료의 시험법이 복잡하여 많은 인력과 시간이 소요되고 있는 실정이며, 특히, 현재의 시험법은 주로 박층크로마토그래피 및 여지크로마토그래피를 이용한 타르색소의 정성분석에 국한되어 있어 허용 외 합성착색료에 대한 명확한 시험법의 개발이 절실히 요구되고 있다. 외국의 경우 최근 자국에서 문제가 되고 있거나 문제의 소지가 있는 착색료에 대해 HPLC 등을 이용한 다양한 분석방법의 연구가 진행되고 있으나 그 범위가 제한되어 검사기관 등에서 광범위하게 적용하기 어려운 실정이다(5-10).

따라서 본 연구에서는 국내에서 사용이 금지된 수용성 및 지용성 색소의 이원화되어 있는 분석방법을 동시분석으로 개선하기 위하여 전처리 방법 및 회수율, 동시분석을 위한 기기 분석조건, 검토와 분석법의 유효성 검증을 실시하여 보다 신속하고 정확한 분석법을 개발하여 분석업무의 효율성을 높여 식품의 안전 관리에 기여하고자 하였다.

재료 및 방법

허용 외 색소

본 실험에 사용된 허용 외 색소로는 수용성 색소인 Orange II (Sigma Chemical Co., St. Louis, MO, USA), Rhodamine B (Sigma Chemical Co.)와 지용성 색소인 Para Red(Sigma Chemical Co.), Sudan I(Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Osaka,

*Corresponding author: Cheon-Hoe Kim, Korea Health Supplement Institute, Seoul 137-840, Korea
Tel: 82-2-3479-2141
Fax: 82-2-592-9304
E-mail: ch1000@hfood.or.kr
Received December 24, 2007; revised July 12, 2008;
accepted July 14, 2008

Japan), Sudan II(Wako Pure Chemical Industries, Ltd.), Sudan III (Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) 및 Sudan IV(Wako Pure Chemical Industries, Ltd.)를 구입하여 사용하였다.

분석조건 검토

허용 외 색소 분석에 사용된 HPLC는 Agilent 1100(Agilent Technologies, Foster City, CA, USA)을 사용하였고, 검출기는 DAD(G1315B, Agilent Technologies)를 사용하였으며, 분석조건으로 컬럼의 종류, 이동상의 조성, 측정파장 등을 검토하였다.

추출조건 검토

추출조건은 허용 외 색소 동시분석을 위해 기존의 수용성 분석법과 지용성 분석법을 참조하여 전처리 조건을 설정하였다. 수용성색소의 전처리 조건인 70% 메탄올부터 지용성색소의 전처리 조건인 100% 메탄올까지의 범위에서 메탄올 농도를 각각 70, 80, 90, 100%로 하여 회수율을 측정하였다. 또한 유지를 많이 함유하고 있는 제품에 지용성 색소를 사용하였을 경우를 고려하여 또 다른 추출용매의 사용여부를 검토하였다.

회수율 검토

허용 외 색소가 함유되어 있지 않은 시료에 각각의 허용 외 색소를 최종농도 100 ppm이 되게 첨가하고 검토한 전처리 방법을 이용하여 각 시료의 회수율을 시험하였다.

분석법의 유효성 검증

최종적으로 검토한 분석법을 ICH Guide line Q2B에서 제시하는 방법(11)을 근거로 하여 특이성(specificity), 직선성(linearity), 범위(range), 정확성(accuracy), 정밀성(precision), 검출한계(LOD) 및 정량한계(LOQ) 등으로 유효성 검증을 실시하였다.

결과 및 고찰

분석조건 검토

수용성 및 지용성 허용 외 색소의 동시분석을 위하여 검토한 HPLC 분석조건은 Table 1과 같다. Lee 등(2), Park 등(12) 및 Park 등(13)의 연구결과를 참고로 컬럼은 역상계 C18 컬럼을 선택하였고, 이동상으로는 pH 조절을 위하여 0.05 M tetra-butylammonium bromide, 1% acetic acid를 사용하였으며, 유기용매로는 메탄올 사용이 적합하였다. 이때 컬럼온도는 35°C, 유속은 1.0 mL/

Table 1. Analysis condition of HPLC

Column	Capcell Pak C18, 5 μ m, 250 \times 4.6 mm
Mobile phase	A : 0.005 M tetra-butylammonium bromide, 1% acetic acid B : Methanol
Column temp.	35°C
Flow rate	1.0 mL/min
Detector	DAD 520 nm

Table 2. Gradient condition of HPLC

Time (min)	Mobile phase A (%)	Mobile phase B (%)	Flow rate (mL/min)
0	60	40	1.0
10	20	80	1.0
15	10	90	1.0
20	5	95	1.0
38	5	95	1.0

min이었다. 검출기로는 DAD를 사용하였고, 분석파장 선택은 각 색소의 스펙트럼을 190 nm에서 700 nm까지 측정하여 이 중 7종의 색소 분석이 가능하며, 가장 높은 감도를 나타내는 파장 520 nm를 선택하였다. 분석파장은 520 nm로 하였다. 또한 분리도 향상, 분석시간 단축 등을 위하여 이동상 조건을 설정하였다. 허용 외 색소 이외에 식용 가능한 색소가 사용될 수 있으므로 허용 외 색소의 동시분석 뿐만 아니라 식용 색소와의 분리가 명확할 수 있도록 이동상 조건을 Table 2와 같이 설정하였다. 분석시간 38분 동안 이동상 A와 이동상 B의 비율을 60:40(0 min) \rightarrow 20:80(10 min) \rightarrow 10:90(15 min) \rightarrow 5:95(20 min) \rightarrow 5:95(38 min)로, 유속 1.0 mL/min 조건으로 설정하였으며 표준품에 대한 분석결과는 Fig. 1과 같다.

추출조건 검토

수용성 및 지용성 색소의 동시분석을 위한 추출조건은 Fig. 2와 같다. 시료에 약 10배의 추출용매를 넣고 5분간 초음파 처리하여 추출하였으며, 상등액을 여과하여 이를 HPLC 분석용 시료로 사용하였다. 또한 추출용매 선택을 위하여 추출용매에 따른 회수율을 검토하였다.

수용성 색소와 지용성 색소의 추출방법을 통일하기 위해 각각의 방법을 혼합하여 적용하였다. 메탄올의 농도가 70-100%에서

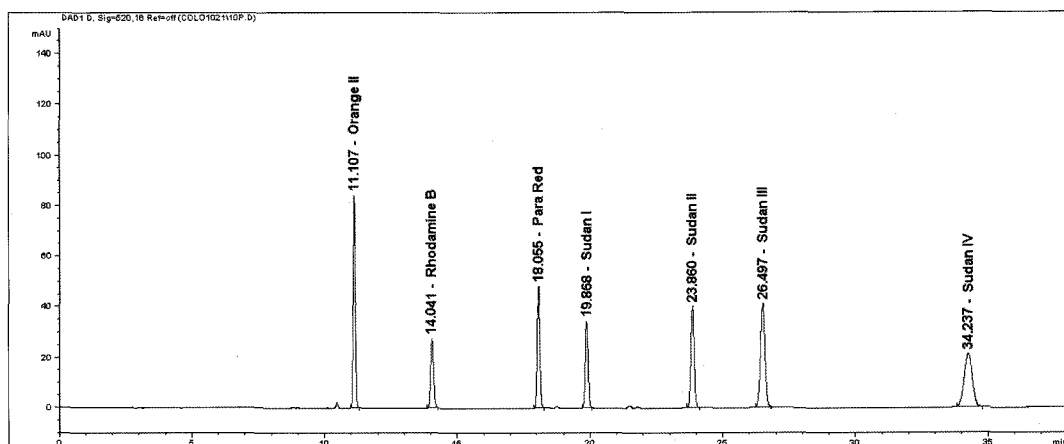
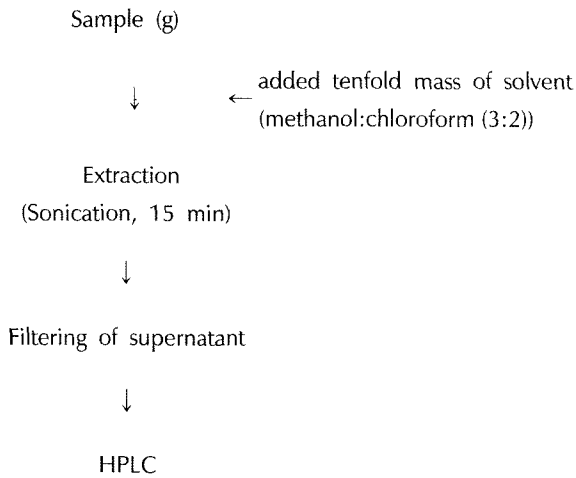


Fig. 1. HPLC chromatogram of mixed standard solutions.



수용성 색소의 추출회수율은 큰 변화가 없지만, 지용성 색소는 메탄올의 농도가 높을수록 그 추출회수율이 높아졌으나 Sudan 색소의 경우는 메탄올 100%에서도 추출회수율이 70% 미만으로 저조하였다. 따라서 기존의 추출용매로는 회수율이 떨어지는 단점을 보완하고자 메탄올과 클로로포름을 혼합하여 적용한 결과는 Table 3에 나타나있다. 회수율 검토에는 고추기름과 고춧가루를 사용하였다. 메탄올 100%로 추출 시 고춧가루에서는 69.83-105.22%의 회수율을 보였으나 고추기름에서는 지용성 색소의 경우 58% 이하의 회수율을 보였다. 따라서 수용성 색소와 지용성 색소의 회수율을 높이면서 동시에 전처리 할 수 있는 메탄올과 클로로포름의 최적 혼합비율은 메탄올:클로로포름 3:2의 비율임을 확인하였다.

회수율 검토

허용 외 색소의 동시분석을 위하여 설정된 전처리 조건 및 추출용매의 확인을 위하여 향신료류 6종, 소스류 7종, 기타식품 13종에 대하여 회수율을 측정된 결과는 Table 4에 나타나있다. 이

Fig. 2. Flow diagram of the sample preparation for analysis of disapproved coloring agents in foods.

Table 3. Recovery rates of disapproved coloring agents in red pepper oil and powder at various extraction solvents

(Unit: %)

Food colors		Orange II	Rhodamine B	Para Red	Sudan I	Sudan II	Sudan III	Sudan IV
Blend rate (%)								
Methanol	Chloroform							
<Red Pepper Oil>								
100	0	124.33±1.35	84.47±0.88	57.88±2.48	57.68±3.27	41.36±1.36	22.02±0.42	6.06±0.27
75	25	121.45±2.88	79.88±1.35	73.78±1.47	72.70±2.47	61.81±0.82	44.53±0.54	30.28±0.67
60	40	106.11±3.03	70.86±2.01	102.69±2.27	100.40±1.92	99.61±1.37	92.21±3.71	94.55±2.19
50	50	105.91±2.53	66.42±0.75	98.85±1.50	98.41±1.46	95.23±1.68	96.70 ±2.72	98.62±3.53
<Red Pepper Powder>								
100	0	105.22±1.00	97.83±0.59	91.14 ±0.77	94.02±0.87	91.41±0.85	85.40±1.59	69.83±1.36
60	40	114.17±3.44	104.15±2.59	109.15±1.42	106.24±1.52	105.87±1.37	104.78±1.77	109.42±1.47

Table 4. Recovery rates of disapproved coloring agents in spices

(Unit: %)

Food colors		Orange II	Rhodamin B	Para Red	Sudan I	Sudan II	Sudan III	Sudan IV
Samples								
Red pepper powder	114.17±3.44	104.15±2.59	109.15±1.42	106.24±1.52	105.87±1.37	104.78±1.77	109.42±1.47	
Red pepper oil	106.11±3.03	70.86±2.01	102.69±2.27	100.40±1.92	99.61±1.37	92.21±3.71	94.55±2.19	
Spice 1	98.23±2.41	99.47±1.37	93.80±1.07	94.93±1.22	98.00±1.38	94.76±1.09	93.22±2.05	
Spice 2	118.33±2.48	104.46±1.82	115.59±2.65	110.29±3.21	113.54±5.82	112.65±4.14	122.91±5.99	
Spice 3	115.25±2.96	103.49±1.33	107.09±1.07	102.61±0.98	105.08±1.03	103.16±2.84	107.02±2.87	
Spice 4	113.59±3.52	106.10±1.75	110.23±2.04	103.86±1.15	109.97±2.31	101.02±1.50	101.93±1.07	

Table 5. Recovery rates of disapproved coloring agents in sauces

(Unit: %)

Food colors		Orange II	Rhodamin B	Para Red	Sudan I	Sudan II	Sudan III	Sudan IV
Samples								
Ketchup	103.31±1.33	98.68±0.82	100.30±1.15	100.25±1.35	100.68±1.56	102.87±2.02	105.91±2.43	
Curry	99.50±2.62	97.56±1.84	97.37±1.63	97.19±2.05	96.63±0.87	99.09±0.98	101.54±0.72	
Hot sauce	98.70±1.36	96.76±1.54	96.61±0.88	97.41±1.04	97.37±0.82	95.63±0.99	93.41±1.35	
Oyster sauce	96.46±1.80	96.95±1.24	97.52±1.63	97.25±1.45	98.21±1.72	100.60±1.33	103.26±2.08	
Red pepper sauce	106.65±2.61	90.04±1.84	111.21±3.94	106.96±2.84	109.62±2.96	107.06±2.74	112.22±4.52	
Sauce	115.28±3.71	103.89±1.03	108.21±2.55	103.64±1.37	106.08±1.52	106.33±4.55	112.46±4.08	

Table 6. Recovery rates of disapproved coloring agents in several foods

(Unit: %)

Samples	Food colors						
	Orange II	Rhodamin B	Para Red	Sudan I	Sudan II	Sudan III	Sudan IV
Pickled radish	97.26±0.89	95.17±1.33	97.00±1.05	98.13±1.81	98.04±1.38	96.78±2.54	95.97±1.92
Strawberry powder	104.24±2.68	100.98±1.27	102.86±2.08	103.23±3.38	103.50±1.87	103.53±2.59	106.48±3.33
fried snack	100.80±2.67	91.95±3.61	94.58±3.87	92.93±2.53	95.14±1.88	100.57±2.39	94.70±2.75
Spice of instant noodle	120.34±5.45	105.77±3.20	116.49±3.42	111.54±4.48	114.95±4.09	114.73±3.97	123.58±5.42
Instant noodle	111.73±2.43	96.73±3.84	109.02±2.54	105.87±1.18	107.35±2.99	102.82±2.84	107.50±3.46
Cereal	113.34±2.37	98.56±1.08	110.94±2.13	106.82±2.47	109.35±3.71	107.84±4.41	114.63±5.07
Perilla	112.38±1.38	80.77±1.84	104.45±2.52	100.30±1.86	102.78±1.46	97.83±1.87	101.82±1.94
Lemon powder	121.26±2.65	106.53±2.49	116.82±2.47	112.44±2.06	115.10±2.17	112.91±2.59	119.85±2.43
Alcoholic beverage	113.40±4.36	102.90±2.24	102.24±1.38	105.78±2.97	103.84±2.87	101.60±2.18	95.32±3.88
Candy	119.19±2.14	115.82±3.27	101.74±1.09	101.00±2.11	100.95±2.53	102.25±2.71	96.85±3.46
Beverage	100.22±1.50	90.55±3.75	94.78±2.64	96.05±2.14	95.77±2.22	93.17±2.81	86.69±4.43
Kimchi	108.17±2.66	112.54±2.04	103.82±2.13	102.64±2.80	102.81±2.75	100.90±2.49	90.80±4.77
Syrup	114.71±2.31	108.23±2.76	95.74±2.41	105.86±2.17	104.32±2.75	99.32±2.84	87.78±4.09

때 사용된 시료는 국내외에서 검출사례가 있는 제품을 대상으로 그 유형을 결정하였다. 국내의 경우는 고춧가루에서의 검출사례가 보고되었고 외국의 경우는 각종 소스류에서 검출사례가 가장 많았다. 따라서 제품이 적색을 가지고 있는 향신료류와 소스류, 절임류, 분말류, 잼류, 과자류, 주류, 시럽류, 캔디류 등을 시료로 하였다. 향신료류에 허용 외 색소를 첨가하여 회수율을 검토한 결과(Table 4) 회수율은 70.86-122.91%를 보였으며, 고추기름에서의 Rhodamine B가 가장 낮은 회수율을 보였고, 향신료 2에서의 Sudan IV 색소의 회수율이 가장 높게 나타났다. 소스류에 허용 외 색소의 회수율 검토 결과(Table 5)는 전반적으로 90% 이상의 회수율을 보였으며, 고추소스에서 Rhodamine B가 90.04%로 가장 낮은 회수율을 보였고 소스의 Orange II가 115.28%로 가장 높은 회수율을 나타냈다. 기타 식품에서의 허용 외 색소의 회수율을 보면(Table 6) 들깨에서의 Rhodamine B 회수율이 80.77%로 낮은 값을 보였으며 라면스프의 Sudan IV 색소의 회수율이 123.58%로 가장 높은 값을 보였다. 26가지 제품에 대하여 7종의 허용 외 색소 표준용액의 회수율을 검토한 결과 Rhodamine B의 회수율이 전체적으로 낮은 값을 보였으나 특정제품을 제외하면 90% 이상의 값으로 분석결과가 양호한 것으로 사료된다.

분석법의 유효성 검증

특이성(specificity)은 존재할 것으로 예상되는 다른 물질의 영향을 받지 않고 목적 성분을 분석할 수 있는지를 검증하는 항목으로 상기 회수율 결과에 나타나있듯이 7종의 허용외 색소를 미지의 시료에 첨가하여 분석한 결과 특이성을 보이는 것으로 나타났다. 직선성(linearity)은 분석의 정확도 및 범위의 관련이 있는 것으로 기기분석 시 측정농도와 반응값의 상관성을 측정하는 것으로 직선성을 확인하기 위하여 표준용액을 각각 1, 5, 10, 50, 100 mg/L의 농도를 조제하여 상관관계값을 3회 측정한 결과는 Fig. 3-4에 나타나 있다. 5개 농도범위로 표준용액을 3회 제조하여 각각의 검량선을 작성한 결과 수용성 및 지용성 허용 외 색소 모두 1-100 mg/L이 범위 내에서 농도와 반응값의 상관계수가 0.999 이상이었다. 범위는 특정 실험방법의 측정범위를 말하는 것으로 정밀성과 정확성을 나타내며, 직선성이 유지되는 범위를 말한다. 본 연구과제에서 설정한 실험방법의 측정범위는 직선성과, 정확성, 정밀성을 모두 감안하여 1-100 mg/L를 범위로 설정하였다. 정확성을 검증하기 위한 가장 좋은 방법은 인증표준물질(certified reference material)을 이용하여 회수율을 측정하는 것이다. 그러나 현재 공업용 색소에 대한 인증표준물질은 존재하지

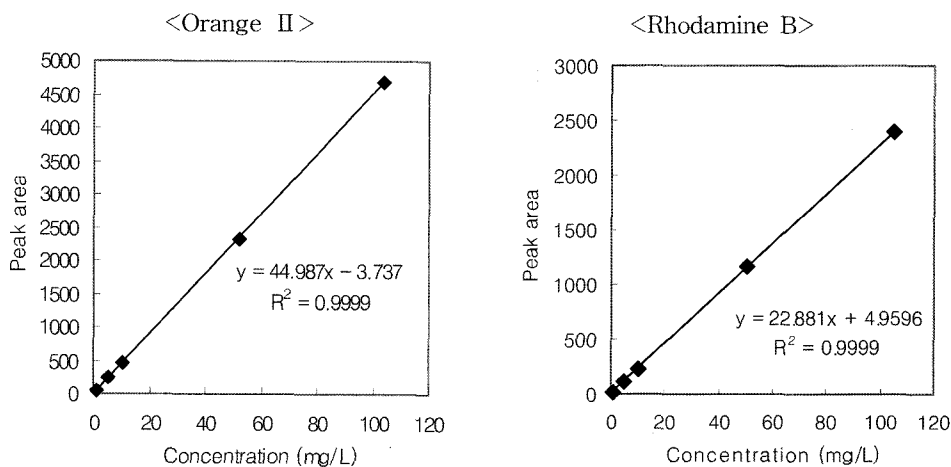


Fig. 3. Linearity of standard curves for determining soluble disapproved coloring agents.

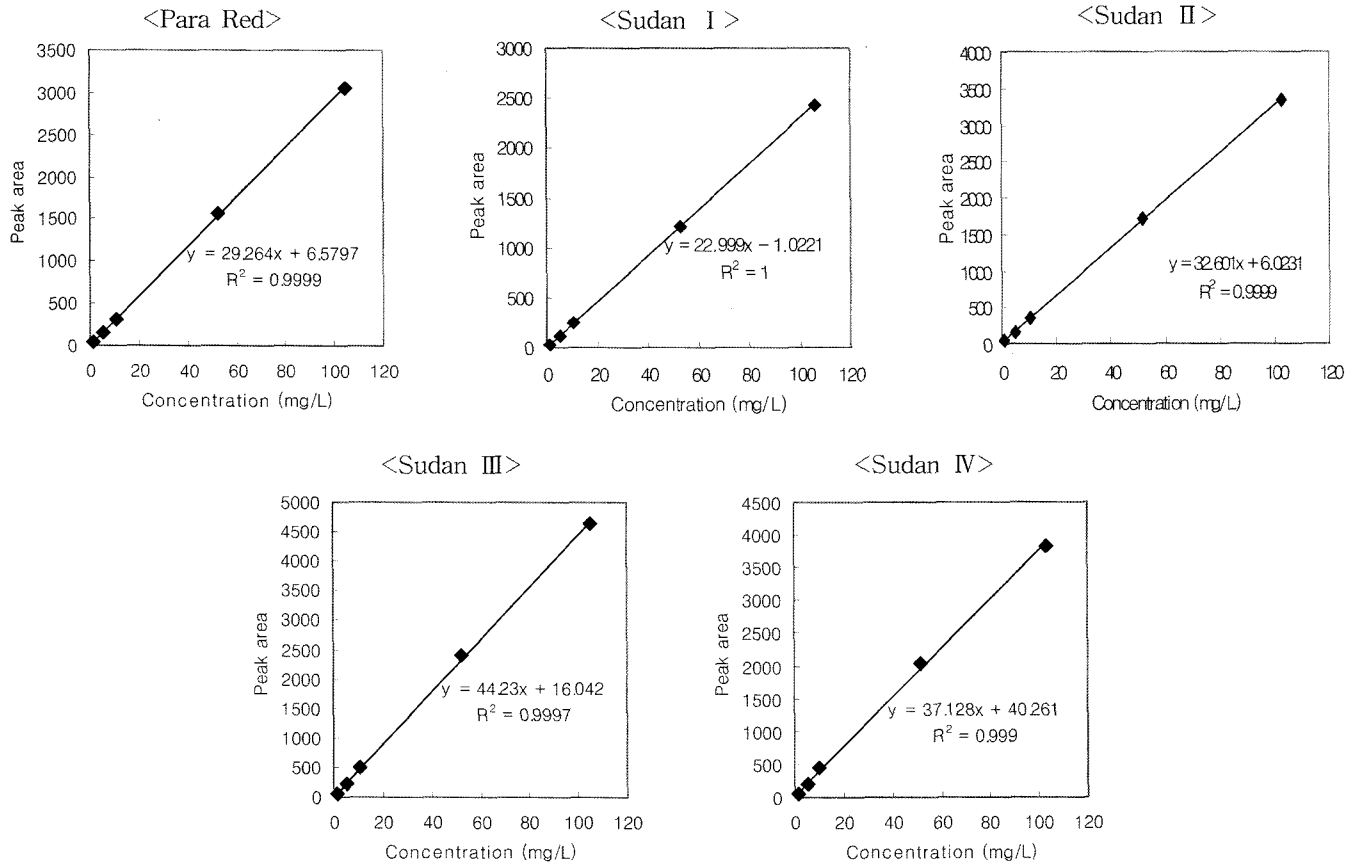


Fig. 4. Linearity of standard curves for determining fat-soluble disapproved coloring agents.

Table 7. Repeatability of analysis results for determining disapproved coloring agents

(Unit: mg/L)

	Orange II	Rhodamine B	Para Red	Sudan I	Sudan II	Sudan III	Sudan IV
1	10.22	9.97	10.26	10.31	10.30	10.74	10.51
2	10.40	10.30	10.41	10.48	10.50	11.01	10.73
3	10.36	10.28	10.36	10.43	10.44	10.98	10.67
4	10.39	10.32	10.37	10.45	10.48	10.98	10.66
5	10.21	10.04	10.18	10.29	10.29	10.71	10.36
6	10.38	10.28	10.35	10.46	10.47	10.95	10.69
7	10.38	10.40	10.40	10.44	10.48	11.01	10.73
8	10.38	10.33	10.35	10.44	10.47	10.97	10.71
9	10.20	10.16	10.18	10.26	10.28	10.74	10.45
Mean	10.33	10.23	10.32	10.39	10.41	10.90	10.61
SD	0.09	0.14	0.09	0.08	0.09	0.13	0.14
RSD(%)	0.83	1.39	0.88	0.80	0.89	1.17	1.30

않으므로 회수율 측정에서 얻은 결과를 바탕으로 정확성을 검증하였다. 약 20여 가지의 제품별 회수율은 70-123%로 측정되었으며, 지방함량이 높은 기름과 종실류를 제외한 나머지는 90% 이상의 정확도를 나타냈다. 반복실험간에 정밀성을 확인하기 위하여 7종의 혼합표준용액을 9회 제조하여 각각의 농도를 측정하였다(Table 7). 약 10 mg/L의 농도가 되도록 각 색소를 반복 제조하여 분석한 결과 RSD(%)는 각 색소에서 0.80-1.39%로 모두 2% 미만을 측정되어 반복실험간 오차가 낮은 것으로 나타났다. 또한 시험일자별 정밀성을 측정하기 위하여 유탄스넥에 표준용액을 일

정량 첨가하고 이를 일자별로 3회 반복실험 결과 RSD(%)는 색소별로 1.74-5.86%로 나타났다.

크로마토그래피에서 검출한계란 base-line의 잡음으로부터 3배 이상인 농도로 정의하고 있으며, 검출한계를 설정하기 위한 방법은 이론적인 계산치를 통한 방법도 있지만 실제의 농도로 확인하는 것이 더욱 정확하므로 검출한계로 예상되는 농도를 분석하였다(Fig. 5). 0.03 mg/L의 농도에서는 Orange II만이 base-line 잡음과 구별될 뿐 나머지 색소는 base-line 잡음과 구별이 어려웠으며, 0.10 mg/L의 농도에서는 7종의 모든 색소가 base-line보다 3배 이상 구별이

Table 8. Intermediate precision of analysis results for determining disapproved coloring agents

(Unit: %)

	Orange II	Rhodamine B	Parared	Sudan I	Sudan II	Sudan III	Sudan IV
1 day	103.35	96.19	98.47	99.67	99.44	95.92	91.43
2 day	109.96	94.04	105.78	104.11	107.20	102.28	102.81
3 day	115.90	97.33	108.12	106.45	108.83	98.14	97.53
Mean	109.74	95.85	104.12	103.41	105.16	98.78	97.26
SD	6.28	1.67	5.03	3.44	5.02	3.23	5.69
RSD(%)	5.72	1.74	4.83	3.33	4.77	3.27	5.86

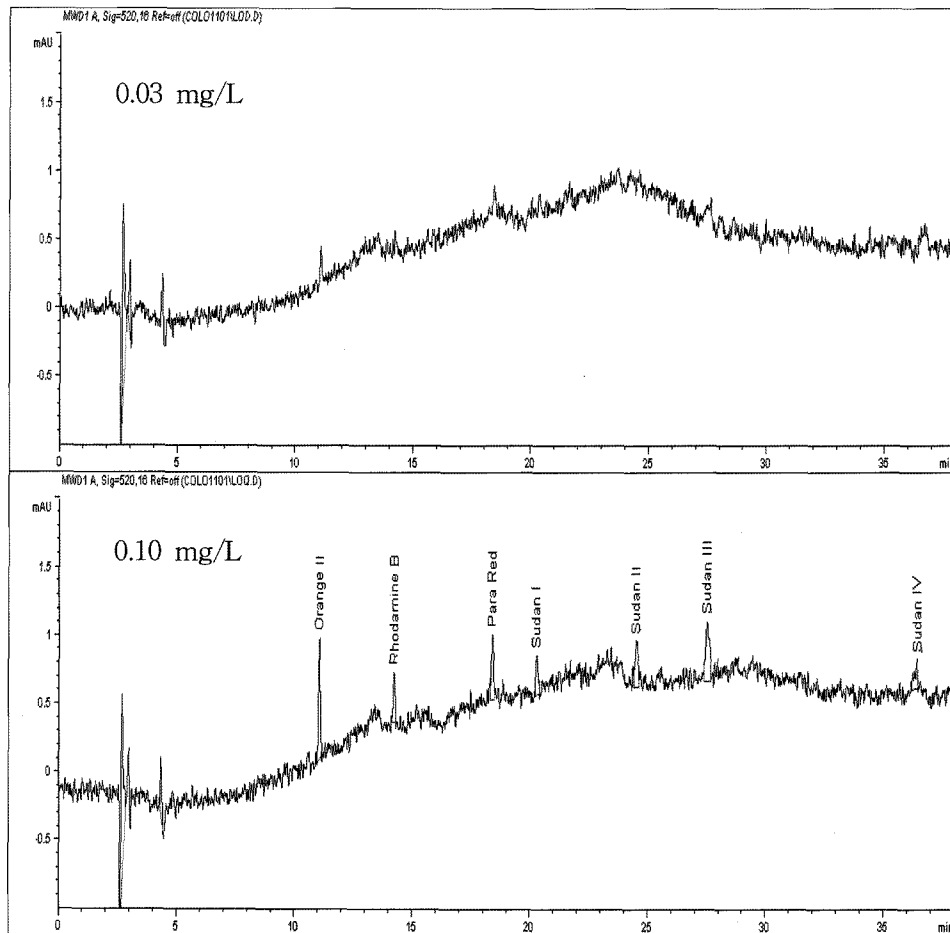


Fig. 5. LOD of disapproved coloring agents.

됨을 확인할 수 있었다. 따라서 7종의 공업용 색소의 검출한계는 0.1 mg/L로 설정하였으며, 정량한계는 0.3 mg/L로 설정하였다.

요 약

식품에 사용이 금지된 허용 외 색소 중 Orange II, Rhodamine B, Para red, Sudan I-IV 색소의 효율적인 수입식품 안전관리와 수용성 착색료 및 지용성 착색료로 이원화되어 있는 허용 외 착색료의 신속하고 정확한 분석을 위하여 동시 분석법을 개발하고자 하였다.

문헌조사를 바탕으로 분석을 위한 컬럼, 이동상 조건, 분석과장, 전처리 조건 등을 검토하여 분석법을 개발하였으며, 개발된 분석법의 검출한계 설정, 유효성 검증 및 회수율을 검토하였다.

26가지 제품에 대한 회수율 검토결과 Orange II는 96.46-121.26%, Rhodamine B는 70.86-106.53%, Para red는 97.00-116.86%, Sudan I은 92.93-112.44%, Sudan II는 96.63-115.10%, Sudan III는 92.21-114.73%, Sudan IV는 93.22-122.91%의 회수율을 나타냈다. 본 분석법 검량선의 상관계수는 0.999 이상을 보였으며 정밀성의 RSD는 0.8-1.39%로서 모두 2 이하의 값을 보였으며, 정확성은 90% 이상을 나타냈다. 이때, 검출한계 및 정량한계는 각각 0.1 mg/L, 0.3 mg/L로 결정하였다.

감사의 글

본 연구는 2006년 식품의약품안전청에서 시행한 연구개발사업에 의해 수행된 결과로 연구비 지원에 감사드립니다.

문헌

1. Yang HC, Heo NC. Determination of synthetic food colours by HPLC with photodiode array detector. *Korean J. Food Sci. Technol.* 31: 30-35 (1999)
2. Lee JO, Kim SH, Yoon HJ, Lee CH, Park SK, Park JS, Jung YH, Chae SY, Kim EJ, Lee CW. Study for systematic analysis of synthetic colors additives in foods (II). *The Annual Report of KFDA, Korea* 3: 129-148 (1999)
3. Yoon MH, Kim KJ, Kim CY, Hwang SI, Moon SK, Jeong EJ, Kim JK. Evaluation of tar dyes in commercial foods. *J. Food Hyg. Safety* 15: 108-113 (2000)
4. Kim KJ, Hu SJ, Ryeom TK, Kim SY, Kim MH, Lee HM. Risk assessment on the tar dyes in children foods. *The Annual Report of KFDA, Korea* 9: 111-112 (2005)
5. Daood HG, Biacs PA. Simultaneous determination of Sudan dyes and carotenoids in red pepper and tomato products by HPLC. *J. Chromatogr. Sci.* 43: 461-465 (2005)
6. Di Donna L, Maiuolo L, Mazzotti F, De Luca D, Sindona G. Assay of Sudancontamination of foodstuff by atmospheric pressure chemical ionization tandem mass spectrometry and isotope dilution. *Anal. Chem.* 76: 5104-5108 (2004)
7. Zhang Y, Zhang Z, Sun Y. Development and optimization of an analytical method for the determination of Sudan dyes in hot chilli pepper by high-performance liquid chromatography with on-line electrogenerated BrO⁻-luminol chemiluminescence detection. *J. Chromatogr. A* 1129: 34-40 (2006)
8. Tateo F, Bononi M. Fast determination of Sudan by HPLC/APCI-MS in hot chilli, spices, and oven-baked foods. *J. Agr. Food Chem.* 52: 655-658 (2004)
9. Comet V, Govaert Y, Moens G, Van Loco J, Degroodt JM. Development of a fast analytical method for the determination of sudan dyes in chilli-and curry-containing foodstuffs by high-performance liquid chromatography-photodiode array detection. *J. Agr. Food Chem.* 54: 639-644 (2006)
10. Zhang YP, Zhang YJ, Gong WJ, Gopalan AI, Lee KP. Rapid separation of Sudan dyes by reverse-phase high performance liquid chromatography through statistically designed experiments. *J. Chromatogr. A* 1098: 183-187 (2005)
11. ICH, ICH Topic Q 2 (R1) Validation of Analytical Procedures: Text and Methodology. European Medicines Agency. CPMP/ICH/381/95 (1995)
12. Park SK, Lee CH, Park JS, Yoon HJ, Lim SH, Hong Y, Lee JO, Lee CW. Simultaneous analytical techniques for determination of 9 synthetic food colors in foods by HPLC. *Anal. Sci. Technol.* 13: 378-384 (2000)
13. Park SK, Hong Y, Jung YH, Lee CH, Yoon HJ, Kim SH, Lim JO. Optimization of HPLC method and clean-up process for simultaneous and systematic analysis of synthetic color additives in foods. *Korean J. Food Sci. Technol.* 33: 33-39 (2001)