

고속액체크로마토그래피에 의한 계란중의 합성항균제 잔류량

경북대학교 보건대학원
김종배 · 이성국 · 김두희

Residue of Synthetic Antimicrobial Agent in Eggs by High Performance Liquid Chromatography

Jong-Bea Kim, Sung-Kuk Lee, Doohie Kim

Graduate School of Public Health
Kyungpook National University
Taegu, Korea

= ABSTRACT =

A simultaneous determination method by HPLC for egg-residues sulfamerazine, sulfamethazine, sulfadimethoxine, furazolidone and zoalene was assessed. The drugs were extracted by dechloromethane. The extract after solvent evaporation, is partitioning in hexane/water and back-partitioning in dechloromethane and analysis by HPLC.

The average recovery rates of the above microbials from the egg spiked standard solution were approximately 81.2%, 87.6%, 92.5%, 86.1% and 79.3% respectively. The limit of detection of sulfamerazine, sulfamethazine and sulfamethoxine were in the levels of 0.2ppb, furazolidone and zoalene 0.5ppb respectively.

According to this method 84 commercial eggs were examined. Sulfamethazine was detected at levels of 0.005-0.008ppm in 3 eggs. Sulfadimethoxine was detected at levels of 0.012-0.019ppm in 4 eggs. No sulfamerazine, furazolidone and zoalene was detected in every samples. The residues of antimicrobial agent were safty level as food generally.

서 론

오늘날과 같이 고도의 밀집 사육을 하는 축산형태에서 질병을 예방하고, 가축의 생산성을 향상시키기 위하여 많은 동물용약품이 사용되고 있다. 이러한 동물용약품들이 가축의 생체내로 투여되어 축산물(식육, 우유, 계란)에 이행 잔류하게

되면, 축산물을 소비하는 사람들은 뜻하지 않게 동물용 약품을 섭취하게 되며, 이로 인하여 내성 균유발, 성장촉진 호르몬제 등에 의한 신체발육이상, 암의 유발 등 간접적 피해를 받게된다(박종오, 1988).

미국이나 일본 등에서는 이러한 동물용약품에 대한 사용기준과 사료에 첨가할 수 있는 약품의

종류와 양, 도축전 안전 휴약기간 및 축산물 중의 잔류허용량을 정하고 있을 뿐만 아니라(Booth, 1982: 日本厚生省, 1986: Code of Federal Regulation, 1988: 日本農林水産省, 1990), 이에 대한 연구도 많이 이루어지고 있다.

우리나라에서는 90.12.1일부터 식품위생법에 의거 시판되고 있는 유통육류에 대하여 항생물질, 합성항균제, 성장호르몬제 등의 잔류검사를 실시하고 있으며(保健社會部, 1989), 기준초과 제품에 대해서는 판매가 금지되고 해당제품은 폐기처분되며, 가축의 출하자를 추적 예방적차원에서 제제를 받게하고 있다.

실제로 1989년 일본으로 수출한 돈육 중 331톤이 설파메타진의 일본 검사기준치인 0.05ppm을 초과하여 반송되어 왔으며, 이중 1.3톤은 국내기준치 0.1ppm을 초과하여 폐기처분한 바도 있다.

한편 대부분의 연구에서 이러한 항균성 약제 등은 동물체내 투여된 후 대사과정을 통해 체외로 배설 되어지지만(Seuden, 1983: 金教俊 등, 1985: botsoglow, 1989: 永田知子 등, 1989: 大石義也 등, 1989: Germain, 1990), 계란은 오랜 성숙기간을 가지고, 물질대사가 거의 일어나지 않으므로(Card, 1952), 투여된 항균성물질이 잔류할 가능성이 있을 뿐만 아니라(Nickos, 1988), 육류에서와 같은 피해를 받을 가능성도 있다. 또한 외국의 Giovanni 등(1987)은 시판계란 중에서 일부 합성항균제의 잔류를 보고한 바도 있다.

현재 우리나라에서 시판 식품제품의 합성항균제 잔류량에 관한 조사는 소고기, 돼지고기, 닭고기 등을 대상으로 하여 일부 합성항균제의 연구(김영철 등, 1990; 배기린 등, 1991)가 이루어졌을 뿐이고, 시판계란에 대한 잔류실태조사는 아직 까지 거의 보고된 바 없다. 또한 식품공전(1991)의 합성항균제 분석방법은 단일 합성항균제에 대한 분석방법으로 단지 소고기, 돼지고기, 닭고기를 대상으로 하고 있다.

이에 본 저자는 고속액체 크로마토그래피를 이용하여, 계란 중의 합성항균제 잔류량에 관한 신속하고 간편한 동시분석법을 검토하는 동시에, 일부지역 시판계란 중의 합성항균제 잔류실태를 조사하여, 약간의 성적을 얻었기에 보고하는 바이다.

재료 및 방법

1. 시료

분석방법의 검토 및 회수율 시험에 사용된 계란은 예비실험을 통하여 대상 합성항균제가 포함되지 않는 계란을 사용하였으며, 시판계란의 잔류실태 조사에 사용된 계란은, 1992년 4월 6일 부터 1992년 4월 8일 사이에 대구 시내 각 7區에서 3개 슈퍼마켓을 무작위로 선택하고, 한곳에서 4개씩 84개를 구입하여, 5℃로 냉장보관 하면서, 구입한 시료는 2일내에 분석을 완료하였다.

대상 합성항균제는 설파메라진(sulfamerazine), 설파메타진(sulfamethazine), 설파디메톡신(sulfadimethoxine), 후라졸리돈(furazolidone), 조렌(zoalene) 등 5종을 택하였다.

2. 시험용액의 조제

호모게나이저(일본니산: ACE-AM-9)로 균질화된 계란시료 50g을 100ml 비이커에 취하고 2.5N 염산으로 pH 4-4.2로 산성화시킨 후 그 중 10g을 100ml 원심분리용 시험관에 취한다. 여기에 디클로로메탄 30ml를 가하고, 10분동안 진탕 혼합한 후 1200rpm에서 5분간 원심분리(제일과학: Max 2000rpm, Volumn 100ml)한 다음, 디클로로메탄층 25ml를 무수황산나트륨 10g을 넣은 G, 유리여과기(glass filter) 속으로 통과시켜 250ml 농축플라스크에 여액을 받는다. 유리여과기를 디클로로메탄 5ml로 2회 세정한 후, 합한 여액을 진공회전농축기(Buchi RE 121 rotaovapor, Buchi 461 water bath)로 35℃에서 감압하여 증발건고시킨다.

잔류물에 핵산 40ml를 넣어 1분간 흔들어 녹인 후 증류수 40ml를 넣어 2분간 진탕 혼합하고, 이를 분액여두에 옮겨 5분간 정치한다. 다시 증류수 중 35ml를 정확히 취하여 다른 분액여두에 옮기고, 디클로로메탄 30ml를 넣어 2분간 진탕 혼합하여 정치한 후, 분리된 디클로로메탄층 25ml를 무수황산나트륨 10g을 채운 G, 유리여과기속으로 통과시켜 50ml 농축플라스크에 받는다. 유리여과기를 디클로로메탄 5ml로 2회 세정한 후, 합한 여액을 진공회전 농축기로 35℃에서 감압 농축하여

증발 건조시킨다. 잔류물을 移動相溶液 500 μ l로 충분히 녹인 후, 이 중 10 μ l를 HPLC(액체크로마토 그래피: Spectra physics 사(PUMP: sp 8810-010 ternary gradient pump, INJECTOR: Rheodyne injector valve 7125, DETECTOR: spectra 200 programable wavelength detector, INTEGRATOR: datajet integrator)에 주입한다.

3. 시약

가. 합성항균제 표준품은 sigma사 제품을, 아세트니트릴과 디클로로메탄은 독일 Merck사의 HPLC 용을 사용하였으며, 핵산, 초산암모늄, 무수황산나트륨, 초산, 염산 등은 외산 실험용시약 특급을 증류수는 비저항계수를 18M Ω 이상의 순수한 물을 사용하였다.

나. 합성항균제 표준원액은 각 표준품 0.1g을 정확히 취하여 아세트니트릴 100ml에 녹여 조제하였으며(1mg/ml), 표준용액의 제조는 표준원액을 일정량 취하여 이동상용액으로 희석하여 사용하였는데, 그 농도는 설파메라진 0.9ppm(μ g/ml), 설파메타진 1.22ppm, 설파디메톡신 1.3ppm, 후라졸리돈 3.2ppm, 조렌 3.0ppm 이었다.

4. HPLC 측정조건

Table 1. Condition of HPLC

Column	:	Spheri-5 RP-18(220*4.6mm, 5micron)
Guard column	:	RP-18 NEWGUARD 7micron, 15*3.2mm
Mobile phase	:	actonltile : water : 0.1M ammonuim actate (25 : 65 : 10)
Column temperature	:	30 $^{\circ}$ C
Flow rate	:	0.8ml/min
Wavelength	:	270nm
Sencitivity	:	0.01AUF
Injection volumn	:	10 μ l
attenuation	:	4
chart speed	:	0.5cm/min

은 그림 3과 같았다.

성 적

1. 시료 전처리에 의한 Peak 분리 시험

본 분석에 적용된 시험용액의 조제방법은 屈義宏(1984), Botsoglow(1988), 永田知子(1989), 食品公典(1991), 日本衛生檢査指針(1991), 韓國科學技術研究院 도핑콘드롤센타(1991) 등의 분석방법을 참고로 하여 이루어 졌는데, 본 시료 전처리 방법에 의해 분리된 각 합성항균제의 遲延時間(Retention time: t_r)은 설파메라진 5.11분, 설파메타진 6.66분, 설파디메톡신 8.24분, 후라졸리돈 10.11분, 조렌 12.61분대 등으로 나타났으며, 합성항균제 표준용액의 크로마토그램은 그림 1과 같았다.

그리고 공시험으로 사용한 계란시료의 크로마토그램은 그림 2에서 볼 수 있듯이, 대상 합성항균제와 같은 t_r 에서는 아무런 피크도 나타나지 않았으나, 7.80분과 11.20분대에 동일한 t_r 값을 가지는 피크가 분리되었는데, 이는 모든 계란에서 동일하게 나타나는 것으로 보아, 계란 자체에서 유래되는 고유물질의 피크로 추정되었다.

또한 공시험으로 사용한 계란에 합성항균제 표준용액 0.5ml를 첨가하여, 위의 실험방법으로 시험용액을 조제하여 분리된 계란의 크로마토그램

2. HPLC 흡수파장 시험

설파메라진, 설파메타진, 설파디메타진, 설파디메톡신, 후라졸리돈, 조렌의 자외선 흡수파장시험

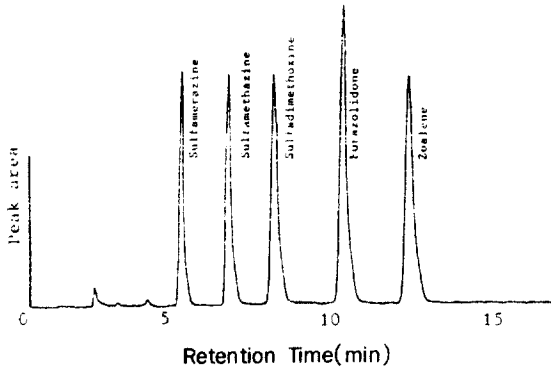


Fig. 1. Typical chromatograms of standard solution.

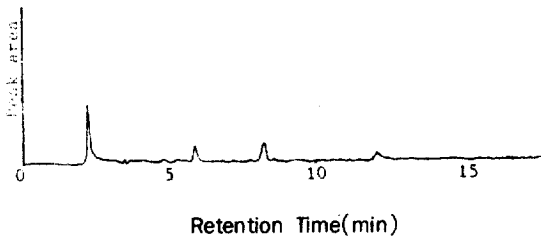


Fig. 2. Typical chromatograms of blank eggs.

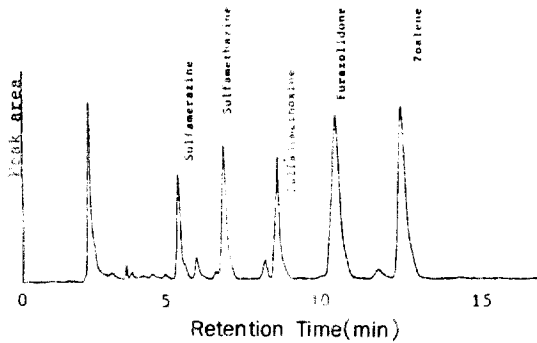


Fig. 3. Typical chromatograms of antimicrobial agents in egg spiked standard solution.

은 각 합성항균제 표준원액을 이동상용액으로 일정농도로 희석하여, 자외선파장 230nm에서 380nm사이의 흡수율을 시험하였는데, 설파메라진은 263nm, 설파메타진은 262nm, 설파디메톡신은 267nm, 후라졸리돈은 365nm, 조렌 242nm에서 최대 흡수파장으로 나타났고, 각 파장에서의 자외선 흡수율은 Fig. 4와 같다.

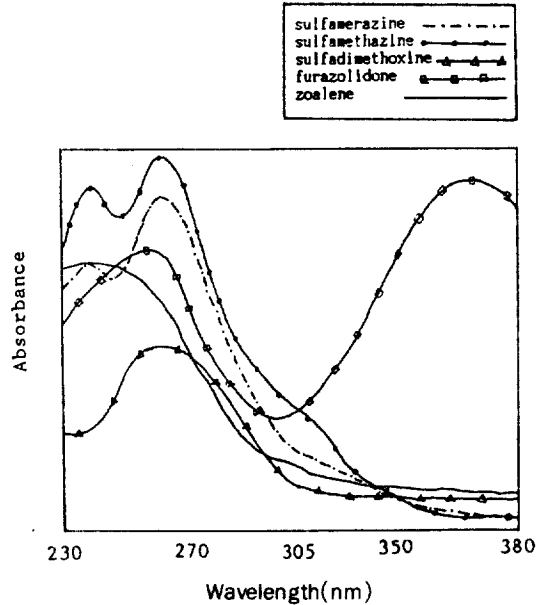


Fig. 4. Absorption spectra of sulfamerazine, sulfamethazine, sulfadimethoxine, furazolidone and zoalene.

3. 검량선의 작성

합성항균제 표준용액을 100 μ l, 300 μ l, 500 μ l, 1ml를 정확히 취한 후 이동상으로 1 ml로 만든다. 이를 HPLC에 각각 10 μ l씩 3회 주입하여 나타난 피크면적으로 얻은 평균과 표준편차는 표 2와 같다. 이를 이용하여 각 합성항균제의 회귀방정식을 구한 결과, 설파메라진 $Y=61.97X-2579(r=0.992)$ 설파메타진 $Y=73.45X-981(r=0.999)$, 설파디메톡신 $Y=91.87X-2993(r=0.979)$, 후라졸리돈 $Y=144.0X+2559(r=0.993)$, 조렌 $Y=146.6X+8369(r=0.985)$ 이었고, 그림 4와 같은 검량선을 얻었다.

4. 회수율 시험

실험에 사용한 계란은 예비실험을 통하여 대량 합성항균제가 잔류되지 않은 계란을 사용하였으며, 합성항균제 표준용액 0.3ml, 0.9ml, 1.5ml를 계란시료 10g에 각각 넣어 10분간 흔들어 섞은 후 상기 시험용액의 조제와 같이 3회 처리하여 분석하였는데, 회수율은 설파메라진 81.2%, 설파메타

Table 2. Peak area of standard solution of antimicrobial agents

Volumn of standard solution	Peak area				
	Sulfa-merazion (Mean ± SD)	Sulfa-methazion (Mean ± SD)	Sulfa-dimethoxine (Mean ± SD)	Furazolidone (Mean ± SD)	Zoalene (Mean ± SD)
0.1ml	5395 ± 38	6886 ± 34	8853 ± 106	13106 ± 147	12683 ± 676
0.3ml	15895 ± 18	20187 ± 905	26672 ± 585	40373 ± 602	33873 ± 752
0.5ml	25375 ± 66	36019 ± 772	35206 ± 1299	67397 ± 1022	55903 ± 2067
1.0ml	60769 ± 62	72541 ± 810	91844 ± 1213	142375 ± 3206	142682 ± 588

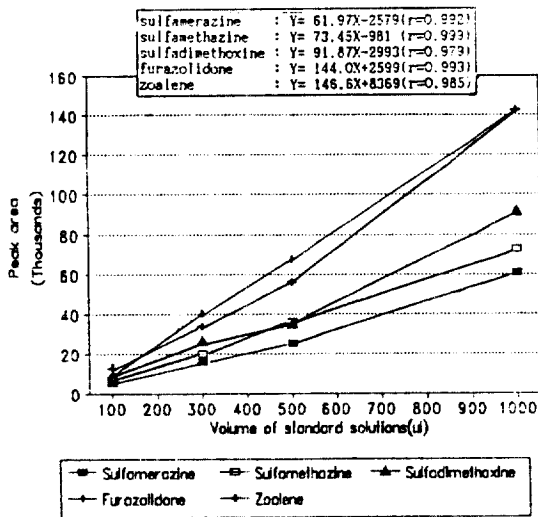


Fig. 5. Calibration curves of sulfamerazine, sulfamethazine, sulfadimethoxine, furazolidone and zoalene.

진 87.6%, 설파디메톡신 92.5%, 후라졸리돈 86.1%, 조렌 79.3%로 나타났으며 Table 3과 같다.

5. 시판 계란 중의 합성항균제 잔류량 시험

실험에 사용된 시판 계란 84개의 평균 중량은 64.7 ± 7.9g 이었으며, 합성항균제 5종의 잔류량 분석에서 17번, 18번, 20번 계란에서 0.006ppm, 0.005ppm, 0.008ppm의 설파메타진이 검출되었고, 32번, 33번, 35번, 64번 계란에서 각각 0.016ppm, 0.016ppm, 0.019ppm, 0.015ppm, 0.012ppm의 설파디메톡신이 검출되었으나, 설파메라진, 후라졸리돈, 조렌은 모든 계란에서 검출되

지 않았다.

Table 4. Concentration of Aatimicrobial agents residues in Market eggs.

	Sample number	Concentration of residues (ppm; μg / g)
Sulfamerazine	No.1 - No.16	* ND
	No.17	0.006
	No.18	0.005
	No.19	ND
	No.20	0.008
Sulfadimethoxine	No.21 - No.84	ND
	No.1 - No.31	ND
	No.32	0.016
	No.33	0.019
	No.34	ND
Furazolidone	No.35	0.015
	No.36 - No.63	ND
	No.64	0.012
	No.65 - No.84	ND
	No.1 - No.84	ND
Zaalene	No.1 - No.84	ND
	No.1 - No.84	ND

ND : Not Detected

고 찰

합성항균제의 동시 분석법 관한 대부분의 연구

Table 3. Recovery data for the determination of antimicrobial agents in eggs.

	Added (μg)	Found (μg)	Found (μg) (Mean \pm SD)	Recovery (%)
Sulfa-merazine	0.28	0.26, 0.24 0.25	0.25 \pm 0.01	83.3
	0.85	0.73, 0.65 0.68	0.71 \pm 0.04	78.9
	1.38	1.27, 0.65 1.20	1.22 \pm 0.04	81.3
Sulfa-mthazine	0.37	0.33, 0.30 0.31	0.31 \pm 0.02	83.8
	1.10	0.95, 1.62 1.01	0.99 \pm 0.04	90.0
	1.50	1.27, 1.19 1.23	1.22 \pm 0.04	89.1
Sulfa-dimethoxine	0.39	0.37, 0.33 0.36	0.35 \pm 0.02	89.7
	1.17	1.12, 1.10 1.10	1.10 \pm 0.03	94.0
	1.95	1.80, 1.86 1.80	1.83 \pm 0.03	93.8
Furazolidone	0.96	0.87, 0.82 0.83	0.84 \pm 0.03	87.5
	2.88	2.47, 2.30 2.35	2.45 \pm 0.14	85.1
	4.80	4.10, 4.02 4.24	4.12 \pm 0.11	85.8
Zovalene	0.90	0.75, 0.72 0.76	0.74 \pm 0.02	82.2
	2.70	2.20, 1.89 2.58	2.03 \pm 0.16	75.2
	4.50	3.60, 3.82 3.57	3.62 \pm 0.2	80.4

* replicated of three

에서 미량잔류물질 분석시 나타나는 방해물질의 제거를 위하여, 흡착제를 충전한 칼럼 크로마토그래피 과정이나, C_{18} 카트리지를 이용한 분배과정을 이용하여 정제를 하고 있다(Weiss 등, 1987; Park, 1988; 屈義宏, 1989; 永田知子 등, 1989; 韓國科學技術研究院 도핑콘트롤 센터, 1991). 그러나 이러한 정제과정은 시료에서 추출된 방해물질의 제거나 분석코사 하는 성분만을 추출하는데

는 매우 효과적이지만, 분석시 많은 주의를 요하고 시간과 경비가 많이 소모된다. 따라서 본 분석에서는 HPLC의 검출기 중 현재 가장 많이 보급되어 있는 UV/VIS 검출기를 이용하여, 설파메라진, 설파메타진, 설파디메톡신, 후라졸리돈, 조렌의 동시 분석방법을 연구하는데 있어서, 황성알 루미나와 같은 흡착제나 C_{18} 카트리지를 이용한 정제과정을 생략함으로써, 시험용액조제를 위한

과정을 최소화 하였으며, 유기용매의 최소량을 사용한 간편하고, 신속, 정확한 분석방법의 검토에 초점을 두었다.

분석과정에서 유리여과기(G_1)와 핵산, 증류수, 무수황산나트륨 등을 이용하여 방해물질을 제거한 결과, 계란에 설파메라진, 설파메타진, 설파디메톡신, 후라졸리돈, 조렌을 인위적으로 첨가하여 나타난 크로마토그램과 공시험계란에서 나타난 크로마토그램에서 볼 수 있듯이 대체적으로 깨끗한 피크가 분리되었다.

또한 시료 추출용매로 디클로로메탄을 사용하였을 때 아세톤, 메탄올, 초산에칠, 아세토니트릴 등 기타 다른 유기용매들 보다 비등점이 낮고, 낮은 온도에서도 휘발성이 좋아 분석시간을 단축할 수 있었고, 핵산, 증류수 등과의 분리가 좋아 합성항균제의 분석을 위한 시료 추출용매로 적합한 것으로 생각되었다. 그러나 디클로로메탄의 감압 증발 건조시 기포의 발생은 회수율을 저하시키므로 주의를 요하여야 한다. 그리고 분석칼럼의 오염은 때때로 각 합성항균제의 분리능을 나쁘게 하고, 분석결과의 오류를 가져다 주므로, 본 분석에 있어서는 이를 방지하기 위하여, 분석하기 전에 표준물질로 재현성 있는 t_R 값과 피크면적을 얻을때 까지 충분히 이동상용매를 흘려 주었으며, 이동상용매는 분석할 때마다 새로이 조사하여 사용하였다.

각 합성항균제 동시분석을 위한 자외선 흡수파장선택에 있어서, 설파메라진은 263nm, 설파메타진은 262nm, 설파디메톡신은 267nm, 후라졸리돈은 365nm, 조렌 242nm에서 최대 흡수파장을 나타내었으나, 본 HPLC의 분석파장인 270nm에서도 각 합성항균제들은 대체적으로 높은 흡광율을 나타내었고, 피크의 분리도 좋았다.

그리고 본 실험방법에 의하여 분석할 수 있는 검출한계(noise valuelx2)는 계란시료 10g에 대하여 설파메라진 0.2ppb, 설파메타진 0.2ppb, 설파디메톡신 0.2ppb, 후라졸리돈 0.5ppb, 조렌 0.5ppb였으며, 검출한계와 시료주입량을 높일 경우, 검출한계를 더욱 높일 수 있을 것이므로, 본 시험방법은 계란 중의 합성항균제 잔류량을 모니터링 하는데 좋은 분석방법이라고 생각되어졌다.

미량 잔류물질의 분석에 있어서, 원하지 않은

피크의 출현이나 위양성 피크의 출현 등으로 인하여 분석결과에 많은 영향을 미칠 수 있는데 (Beek, 1985), 이는 어떤 이동상 용매에서 특정 화합물들의 분리가 이루어지지 않거나 중첩되어 나타나기 때문이다. 이러한 분석상 오류를 피하기 위하여 이동상용매의 조성의 변화로 지연시간을 연장시켜 좋은 분리능을 유도해내거나, 이동상 성분비의 변화로 특정화합물의 분리를 유도해내거나, 유사 칼럼의 교체, 또는 GC Mass를 이용한 성분확인이 이루어져야 할 것으로 생각되었다.

시판계란 중의 합성항균제 잔류량시험에 있어서 미량 검출된 설파메타진과 설파디메톡신의 성분확인을 위해, 아세토니트릴 : 0.1M 초산(30 : 70)과 아세토니트릴 : 증류수 : 0.1M 암모늄아세테이트(25 : 60 : 15)를 초산으로 pH 5.0로 조제한 후 이동상용액으로 사용하였다. 후자를 사용하였을 때 설파디메톡신이 19.05분대로 가장 나중에 분리되어, 이동상 용매의 pH 변화에 의한 각 합성항균제들의 분리시간 차이를 확인할 수 있었다.

한편, 본 실험의 대상 합성항균제로 이용된 설파메라진, 설파메타진, 설파디메톡신과 같은 설파제는 동물의 성장촉진, 사료효율제고, 위축성 비염, 폐렴, 세균성 장염 등의 치료 및 예방을 목적으로 사용되고 있다(Code of Federal Regulation, 1988). 그러나 식품 중에 잔류하는 설파제는 인체내에서 각종 효소를 유도할 수 있어 세균과 인체의 생리에 변화를 줄 수 있고, 인체에 내성균 유발, 조혈장기이상, 신장장애, 과민반응, 간장염, 갑상선 기능부조, 면역체 형성저해 및 관절염 등의 부작용을 일으킬 수 있는 것으로 알려져 있다(Van Houweling, 1978; Berill, 1978; Goodman, 1980). 후라졸리돈은 닭에 있어서 coccidiosis, paratyphoid, paracolon감염, hexamitiasis 등의 발병을 억제하고, 스트레스 방지를 위해 투여되는 니트로후란 계통의 합성항균제로서, 외국에서는 동물의 질병정도에 따라 사료에 8.3ppm에서 125ppm을 사용하도록 하고 있으나, 우리나라에서는 8.3ppm-11ppm의 사료첨가량을 규정하고 있어(農林水産部, 1986) 그 기준은 외국보다 엄격하다. 그러나 후라졸리돈은 TA 100 Sallomonella typhi murium Drosophila, Escherichia coli wp2에서 돌연변이를 일으키고, 쥐에게 장기간 투여시

발암물질로 작용한다(McCalla 등, 1974). 조렌은 닭의 폭삭듬병의 치료와 예방을 위해 사료첨가제로 45-125ppm정도 투여되며, 우리나라에서의 잔류 허용기준은 닭 근육에서 3ppm으로 정하고 있다(보건사회부, 1989).

시판계란 중의 설파메라진, 설파메타진, 설파디메톡신, 후라졸리돈, 조렌의 잔류시험에 있어서, 일부 시료에서 미량 검출된 설파메타진과 설파디메톡신의 계란내 잔류는 충분한 휴약기간을 갖지 않아 잔류된 것으로 추정되었으나, 설파디메톡신의 경우 日本衛生検査指針(1991)의 계란에서의 정량한계 0.04ppm을 고려할 때, 극히 미량수준이고, 설파메타진도 극미량이 검출된 것으로 보아, 시판 계란 중의 합성항균제 5종에 대한 잔류는 거의 없는, 대체적으로 안전한 수준으로 생각되었다.

한편 후라졸리돈 등 니트로후란 계열의 합성항균제는 빛에 매우 약하므로 분석시 자연광 및 형광의 차단 및 주의가 요구되고(Park, 1988), 그 안정성에 있어서도 생체내에서 효소의 작용에 의해 일부 소실되어 진다고 알려지고 있다. Carignan(1990) 등은 돼지의 근육에 후라졸리돈 표준용액을 첨가하여 7.59ppb를 회수하였으나, 실온에서 4시간 경과 후 2.10ppb가 검출된다고 보고하고 있고, Botsoglou(1988)도 후라졸리돈 표준용액 5.0ppb를 첨가한 계란에서 일별로 3일간 분석한 결과 4.8ppb, 4.6ppb, 43ppb로 각각 줄어듦을 보고하고 있어 생체내 효소의 작용으로 인한 후라졸리돈 소실 메카니즘은 앞으로 계속 연구되어야 할 과제로 생각되었다.

요 약

고속액체크로마토그래피를 이용하여 계란 중의 합성항균제 설파메라진, 설파메타진, 설파디메톡신, 후라졸리돈, 조렌 등의 잔류량에 관한 신속하고 간편한 동시분석법을 검토하였는데, 각 합성항균제 표준용액을 첨가하여 나타난 회수율은 설파메라진 81.2%, 설파메타진 87.6%, 설파디메톡신 92.5%, 후라졸리돈 86.1%, 조렌 73.9%로 나타났으며, 검출한계는 설파메라진, 설파메타진, 설파디메톡신이 0.2ppb 수준으로 나타났고, 후라졸리돈과 조렌 0.5ppb 수준으로 나타났다.

본 분석방법으로 대구지역 시판계란 84개에 대한 잔류량을 조사한 결과, 설파메타진 3개 계란, 설파디메톡신이 4개 계란에서 각각 0.005-0.008 ppm과 0.012-0.019ppm 정도 검출되었으며, 설파메라진, 후라졸리돈, 조렌은 모든 시료에서 검출되지 않았다. 이상의 결과로 추정해 볼 때 설파메라진, 설파메타진, 설파디메톡신, 후라졸리돈, 조렌의 계란내 잔류정도는 비교적 안전한 수준으로 나타났다.

참고문헌

- 1) 김교준, 김상근, 강오동: Sulfadimethoxine의 계육 및 계란내 이행잔류에 관한 연구, 농업기술연구소보, 12(2) : 349-355, 1985.
- 2) 김영철, 이용욱: 일부지역 돈육 중의 설파메타진 잔류량에 관한 연구, 식품위생학회지, 5(4): 197-204, 1990.
- 3) 배기근, 이영근: 테트라사이클린계 항생물질 잔류량과 가열분해에 관한 연구, 식품위생학회지, 6(2): 83-87, 1991.
- 4) 박종오: 축산식품 중의 잔류물질 검사법, 현대출판사, 서울, 1991, 쪽 12
- 5) 보건사회부: 항생물질 등의 잔류허용기준, 보건사회부 고시 제89-67호, 1989.
- 6) 식품공전: 보건사회부, 일지분화사, 서울, 1991, 쪽 548-567.
- 7) 한국과학기술연구원 도핑콘트롤센터: 식품 중 인체 유해물질 검정교육과 분석방법 개발에 관한 연구, 1991, 쪽 145-166.
- 8) 屈義宏: 高速液體ケロマトグラフィによる養殖魚類中 合成抗菌劑の 定量法, 食衛誌, 25(2): 158-156, 1989.
- 9) 大石義也, 小田陸弘: ナイカルシンの微量攝取時における鶏卵中への残留と消失, 食衛誌, 30(5): 542-547, 1989.
- 10) 永田知子, 佐伯政信, 飯田哲也, 片岡實, 伊能林平: 級與飼料添加及しにスルワウシメトキシンの鶏卵への移行及び 消失について, 食衛誌, 30(5): 375-383, 1989.
- 11) 日本衛生検査指針: 日本食品衛生協會, 1991, pp. 417-459.
- 12) 日本厚生省: 畜産食品 中の残留物質 検査法, 第2集の 8, 昭和 63年.
- 13) Beek WMJ, Aerts MML: Determination of

- furazolidone residues in eggs by HPLC followed by confirmation with a diode-array UV/Vis detector, Z Lebensm Unters Forsch, 80: 211-214, 1985.*
- 14) Berill RF: *Sulfonamides, veterinary pharmacology and therapeutics, 5th ed, Iowa State, 1982, pp. 717-726.*
 - 15) Booth NH: *Drug and chemical residues in the edible tissue of animals, Veterinary pharmacology and therapeutics, 5th ed, Iowa State, 1982.*
 - 16) Botsoglou NA: *Determination of furazolidone in eggs by HPLC, J Agric, Food Chem, 36: 1224-1227, 1988.*
 - 17) Card LM: *Poultry production, Lea Febiger Eds, Philadelphia, 1952.*
 - 18) Code of Federal Regulation: *Tolerances for residues of new animal drugs in food Code of Federal Regulation, 21 CFR, 556, 1988, pp. 452-478.*
 - 19) Corgnan G, MacIntosh AI, Sved S: *An assay for furazolidone residues by liquid chromatography with electrochemical detection applicable to depletion studied in pigs, J Agric Food Chem, 38: 716-720, 1990.*
 - 20) Giovanni FD, Cortesi ML, Catellani G: *Chloramphenicol and Furazolidone in retail eggs, Industrie Alimentari, 26(248): 362-364, 1987.*
 - 21) Goodman LS, Gilman A: *The pharmacological basis of therapeutics, 16th ed, MacMillan Pub, New York, 1980, p. 1113.*
 - 22) McCalla DM, Voutsinos D: *On the mutagenicity of nitrofurans, Mutat Res, 26: 3-16, 1974.*
 - 23) Parks OW, Kubens LF: *Liquid chromatography electrochemical detection of furazolidone and metabolite in extracts of incurred tissues Journal of Association of Official Analytical Chemists, 73(4): 526-528, 1990.*
 - 24) Sugden EA, McIntosh AI, Villim AB: *High pressure liquid chromatographic determination of nitrofurazone and furazolidone in chicken and pork tissues, J Agric Food Chem, 66(4): 874-880, 1983.*
 - 25) Van Houweling CD: *Subtherapeutic antibacterial agents in animal feeds, FDA, 1978, pp. 58-69.*
 - 26) Vroomen LHM, Berghmanns MCJ, Van Leeuwen P, Van DER, Struijs T, Devries PHU, Kuiper HA: *Kinetics of ¹⁴C-furazolidone in piglets upon oral administration during 10 days and its interaction with tissue macromolecules, Food Addit Contam, 4: 331-346, 1986.*
 - 27) Weiss G, Duke PD, Gonzales L: *HPLC method for the simultaneous analysis of sulfadimethoxine and ormetoprim in tissues and blood of cattle, chickens, and catfish, J Agric Food Chem, 35: 905-909, 1987.*