

수산식품 중의 플로르퀴놀론계 항생제 분석법 개발

조미라 · 김풍호 · 이태식 · 김지희
국립수산과학원 식품위생팀

서론

플로르퀴놀론계 항생제는 기존의 퀴놀론의 6번 위치의 탄소를 불소(F)로 첨가하여 개발한 합성항균제로서 원핵세포에 존재하는 DNA gyrase를 불활성화시켜 그람양성균 뿐만 아니라 그람음성균에도 살균효과가 뛰어난 것으로 알려져 있다(Wolfson and Hooper 1985; Leshner et al., 1962). 따라서 최근 우리나라 수산양식산업계에서 세균성 질병 치료제로서 사용이 빈번하고 사용량도 매년 증가하고 있다. 그러나 어류양식과정 중에 사용된 항생제가 식품 중에 기준치 이상 잔류할 경우 식품 위생상의 위해 인자로 작용할 뿐만 아니라, 오남용할 경우 항생제 내성 세균을 유발할 수 있는 잠재성이 있어 사용상에 있어 각별한 관리가 필요하다. 특히 항생제와 같은 식품위생안전위해를 정확히 확인하고 평가하기 위해서는 식품 중에 존재하는 항생제의 정확한 분석법 확립이 필요하다. 그러나 현재까지 식품 중의 플로르퀴놀론계 항생제 분석법은 축육 및 가금류를 대상으로 한 것이 대부분이었으며, 이러한 분석법으로 어패류 등 수산물 중의 항생제 잔류량을 정확히 확인하고 평가하는데 상당한 문제점이 있는 것으로 확인되어 왔다.

따라서 본 연구에서는 어패류 등 수산식품 중의 플로르퀴놀론계 항생제의 정확한 위생안전위해 확인 및 평가를 위하여 현재 시중에서 수산용으로 판매되고 있는 5종(ofloxacin, norfloxacin, pefloxacin, ciprofloxacin, enrofloxacin)의 플로르퀴놀론계 항생제를 동시에 고 효율로 분석할 수 있는 방법을 개발하였으며, 개발된 분석법을 사용하여 2004년 4월부터 10월 사이에 연안해역 소재 어류양식장의 양식어류를 대상으로 플로르퀴놀론계 항생제 잔류 정도 확인을 위한 현장 조사를 실시하였다.

재료 및 방법

본 연구에서 확립한 플로르퀴놀론계 항생제 분석법은 Nagao et al.(1998)이 사용한 시료 추출법을 수정하고, Gigosos et al.(2000)이 개발한 HPLC이동상의 조성을 전면적으로 변형한 것이며, 특히 형광검출기를 사용하여 항생제를 분석하고자 하는 특징이 있다.

그리고 개발된 분석법을 사용하여 우리나라 주요 양식어류 생산지역인 부산, 통영, 거제, 여수, 완도 및 제주에 소재한 양식장 중 11개소에서 양성 중인 양식어류 4종에 대한 플로르퀴놀론계 항생제 잔류량을 모니터링하였다.

결과 및 요약

본 연구에서 개발된 5종의 플로르퀴놀론계 항생제 동시 분석 최적조건은 다음과 같다. 즉 시료 중의 항생제는 어육 시료 5g에 대하여 0.1M phosphoric acid(pH2.5)와 acetonitrile을 91 : 9(HPLC 이동상)로 혼합한 용액과 acetonitrile을 각각 20ml를 가하여 호모게나이저로 10,000rpm으로 1분간 균질화하여 추출하였다. 시료 추출액은 80℃에서 10분간 열처리하고 5,000rpm에서 10분간 원심분리하여 잔사를 제거하고 상정액에 헥산을 50ml 가하여 지질을 제거하였다. 지질을 제거한 추출액에 n-propanol을 10ml 가하여 회전증발기를 사용하여 40℃에서 완전히 건조시켰다. 그리고 이 건조물에 HPLC 이동상(2.5ml)을 가하여 용해시킨 다음 여과한 후, HPLC로 분석하였다.

시료 추출액에 대한 항생제 분석에는 C18 column (Shiseido UG 120, 250cm×4.6mm i.d., 30℃)을 사용하였으며, HPLC 이동상은 0.1M phosphoric acid(pH2.5)와 acetonitrile을 91 : 9로 혼합한 용액(유속 1ml/min) 그리고 검출기는 형광검출기(Ex. 280nm, Em. 450nm)를 사용하였다.

연안해역에 위치한 주요 양식장에서 양성 중인 어류에 대하여 플로르퀴놀론계 항생제 잔류량을 모니터링한 결과, 플로르퀴놀론계 항생제는 주로 넙치 양식장에서 사용하는 것으로 확인되었으며, 조사 대상 5종의 플로르퀴놀론계 항생제 중 주로 ciprofloxacin과 enrofloxacin이 검출되었으나 검출량은 대부분의 시료에서 0.05ppm 이하로 극히 낮은 것으로 확인되었다.

참고문헌

- Wolfson, J.S. and D.C. Hooper (1985). The fluoroquinolones : Structures, mechanisms of action and resistance, and spectra of activity in vitro. *Antimicrob. Agents Chemother.*, 28, 1647-1650.
- Leshner G.Y., E.D. Forelich, M.D. Gruet, J.H. Bailey and R.P. Brundage (1962). 1, 8-Naphthyridine derivatives. A new class of chemotherapeutic agents. *J. Med. Pharm. Chem.*, 5, 1063-1068.
- Gigosos P.G., P. R. Revesado, O. Cadahia, C. A. Fente, B. I. Vazquez, C. M. Franco, A. Cepeda (2000). Determination of quinolones in animal tissues and eggs by high-performance liquid chromatography with photodiode-array detection. *J. Chromatog. A*, 871, 31-36.
- Nagao, M., T. Tsukagara, S. Jaroenpoj and C. Ardsongnearn (1998) A simple analytical method for residual new quinolones in meats by HPLC. *J. Food Hyg. Society of Japan* 39(5), 229-332.