

# 돈육의 설파메타진 잔유량 측정에 관한 연구

박 전 흥  
(영양생리연구실)

## I. 서 론

설파제는 염산의 생합성에 필요한 p-aminobenzoic acid 와 2-amino-4-hydroxy tetrahydropteridine 의 축합반응을 억제함으로써 항균효과를

갖고 있으며, 동물용으로 오래전부터 사용되고 있으나 조혈장기의 이상과 요로결석 과민반응 등의 부작용도 알려져 있다(Bevill, 1988).

국내에서는 사료중의 첨가수준과 육류에 잔유 허용한도를 정하여 설파제의 사용을 규제하고 있으며,

표 1. 수육중 잔유물질 허용기준(농림수산부 고시 제 89-33호)

(단위 : ppm 이하)

구 분	쇠고기	돼지고기	비 고	구 분	쇠고기	돼지고기	비 고
○ 항생물질				— 니트로빈	0.1	0.1	
— 옥시테트라사이클린	0.1	0.1		— 카바독스	—	0	
— 클로로싸이클린	0.1	0.1		— 치암페니콜	0.5	0.5	
— 타일로신	0.2	0.2		— 올라퀸독스	0.05	0.05	
— 페니실린	0.05	0		— 옥소린산	0.05	0.05	
— 스트렙토마이신	—	0		○ 홀몬제			
— 바시트라신	0.5	0.5		— DES	0		
— 모넨신	0.05	—		— 제라놀	0.002	—	
— 에리스로마이신	0	0.1		— 트레볼론 아세테이트	0.00014	—	
— 클로람페니콜	0	0		○ 농 약			
— 살리노마이신	0	0		— DDT	5(지방)	5(지방)	
○ 합성 항균제				— 디엘드린	0.3(지방)	0.3(지방)	
— 설파모노메톡신	0.1	0.1		— 헵타크롤	0.3(지방)	0.3(지방)	
— 설파디메톡신	0.1	0.1		○ 중금속			
— 설파메타진	0.1	0.1		— 비 소	—	0.5	
— 후라슬리돈	—	0		— 카드뮴	0.1	0.1	

표 2. 대일 수출 돈육 잔류물질 검사기관

검사 기관	검사가능 잔류물질
서울대학교 수의과 대학 수의과학연구소 (주)미원 축산과학기술연구소 한국과학기술원 도평 콘트롤 센터 선진축산(주) 제일제당(주)종합연구소 한국식품개발연구원	항생물질, 합성항균제, 농약류, 성장촉진 홀몬제 합성항균제 합성항균제, 농약류, 성장촉진 홀몬제  합성항균제 항생물질, 합성항균제 합성항균제

돼지고기의 경우 설파메타진, 설파모노메톡신, 설파디메톡신으로 각각 0.1ppm 으로 고시되었다(농림수산부 고시 제 89-33호). 설파메타진 외에도 항생물질, 홀몬제, 농약과 중금속의 고기중 허용한도는 표 1과 같다.

일본에 수출되는 돼지고기의 경우에는 설파메타진의 잔유 허용 농도는 0.05ppm 으로 국내의 검사기관에서 검사한 후에 허용한도 이하인 경우에만 수출이 가능하다. 이런 미량물질을 정량 분석하는 방법으로는 고속액체크로마토그래피에 의한 분석법이 사용되는데 시료의 추출, 분배, 정제, 기기분석에 이르는 과정에서 여러가지 변법이 사용되고 있다.

근래에는 여러가지 잔유물질을 동시에 분석하는 방법과 스크리닝을 목적으로 한 간편한 분석방법이 보고되고 있다. 국내에는 이런 공인 검사기관이 6기관이 있으나(표 2), 설파메타진의 경우 1. 고기중의 잔유량이 허용한도 이상인 경우가 어느 정도인지, 2. 가축에 주사하는 경우에는 안전 휴약기간이 얼마나 되는지 등 기초적인 연구자료는 부족한 실정이다. 이와 관련하여 돼지고기중의 설파메타진 잔유량을 고속액체크로마토그래피에 의해 분석하고, 휴약기간에 따른 잔유량 등을 조사하였기에 그 결과를 소개한다.

## II. 재료 및 방법

실험동물로는 출하기의 랜드레이스 교잡종 돼지 12두를 사용하여(체중 80-100kg) 설파메타진이 함유되지 않은 사료를 급여하였으며, 3일간 설파메타진 복합제제인 metamerazine 40%(Fatro s.p.a Italy, sulfamethazine sodium 32%, sulfamerazine sodium 2%, sulfathiazole sodium 2% solution)를 치료 용량으로 3일간 근육 주사하였다.

휴약기간 5주, 3주, 1주의 처리구에서 근육과 신장을 취하여 냉동시킨 후 설파메타진 잔유량은 HPLC 분석방법으로 측정하였다. 서울, 수원, 안양, 부천에서 돈육과 신장을 각각 24점을 취하여 시료로 사용하였다. 설파메타진을 100mg/kg 으로 정맥주사한 후 휴약기간을 두지 않고 다음날 도축하여 근육을 취하여 시료로 하였다.

시료의 추출과 분석은 공정분석법에 준하여(농림수산부 고시 제 89-33호) 변법을 사용하였다. 아세톤으로 추출시 3N 염산을 5ml 첨가하였으며, alumina 를 사용하여 정제하였다. 칼럼은  $\mu$ Bondapak C<sub>18</sub>(Waters, USA)을 사용하고 이동상 용매는 메탄올과 물의 혼합액(3:1)에 PIC B<sub>6</sub>을 사용하여 254nm 에서 측정하였다.

### III. 결 과

설파메타진을 HPLC로 분석하여 1ng 수준까지 측정할 수 있었으며, 이는 시료중에 20ng/g 수준을 측정하는 정도이다(그림 1).

돈육의 설파메타진 잔유량은 휴약 5주에서는 측정되지 않았으나 휴약 3주와 1주에서는 각각 0.07 ppm 과 0.10ppm 으로 측정되었다(그림 2).

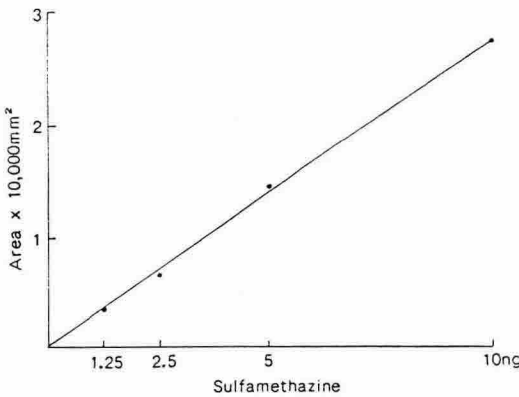


그림 1. HPLC에 의한 설파메타진의 표준 곡선

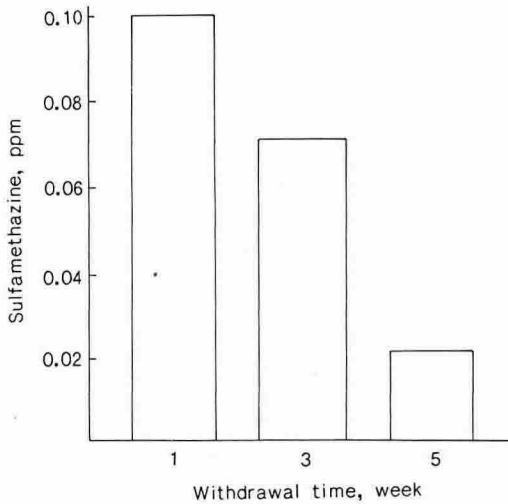


그림 2. 휴약기간에 따른 돈육의 설파메타진 잔유량 (3번 측정된 평균 값)

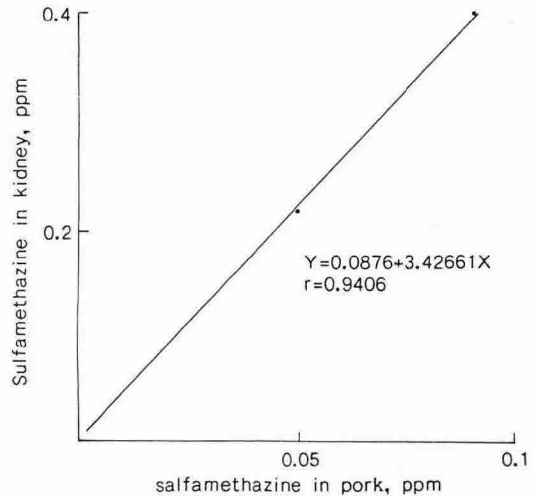


그림 3. 돼지고기와 간의 설파메타진 잔유량의 상관관계

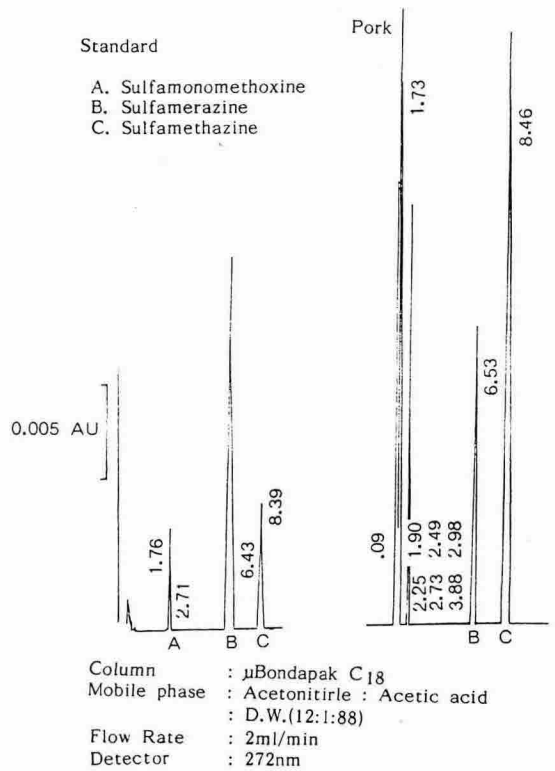


그림 4. 돼지고기에 잔유된 설파메타진의 HPLC 크로마토그램

신장의 설파메타진 잔유량은 돈육보다 높은 수준으로 양의 상관관계를 나타냈다(그림3). 휴약기간을 두지 않은 돈육의 설파메타진 잔유량은 1.0ppm 이상이었다(그림 4). 시중에 유통되는 돈육과 신장 각각 24점의 설파메타진 잔유량을 측정 한 결과, 0.05 ppm 이상인 경우는 각각 8점과 10점 이었으며 이중 0.10ppm 이상인 경우는 각각 5점과 10점 이었다(표 3).

#### IV. 고 찰

셀폰아미드제 중에서 설파메타진을 분리 정량하기 위한 방법으로는 양면전개에 의한 박층 크로마토 그래피법(이와 이, 1981), HPLC(Malisch and Huber, 1988)나 GC법 이(Holtmannspoetter and Thier, 1982) 사용되고 있다.

비색법의 경우 *o*-aminobenzoic acid(트립토판의 대사물)와 같은 간섭 물질이 있음이 보고되었다(Parks and Kimoto, 1982). HPLC법으로 설파메타진을 분석하는 데는 추출과 정제방법에 여러 방법이 있으며, 분석 하한치와 회수율에 많은 차이가 있다.

설파메타진 분석시 Conway(1988)는 acetonitrile-water(7:3)으로 추출하고 양이온 교환수지를 사용함으로써 100ppm 수준의 분석 하한치와 회수율 90% 이상을 보고하였으며, Malisch와 Huber(1988)는 acetonitrile로 추출하고 hexane과 liquid-liquid partition으로 정제하여 0.001-0.05 ppm의 분석 하한치를 나타냈다.

Johnson 등(1975)는 acetone-chloroform(1:1)으로 추출하여 회수율 57% 이상을 보고하였으며, Nukiyama 등(1981)은 methanol로 추출하고 silica gel을 사용함으로써 2ppm의 분석 하한치와 회수율 83% 이상을 보고하였다.

본 실험에서는 acetone으로 추출하여 alumina를 사용함으로써 1ng의 분석 하한치와 회수율 90% 이상을 나타냈다.

돈육의 설파메타진 잔유량은 사료중의 설파메타진 첨가 수준이나 휴약기간에 따라 변하게 되므로,

미국 FDA에서는 설파메타진을 첨가한 사료의 경우 15일간의 휴약기간을 두도록 정하고 있다. 설파메타진을 사료에 첨가하여 급여하다 휴약 6일 후에 돈육의 설파메타진 잔유량을 조사한 결과, 0.02 ppm 이하이며(Randecker 등, 1987), 설파메타진을 경구투여한 소의 6시간과 8일 후 근육의 설파메타진 농도는 각각 47ppm과 0.04ppm 이하로 보고된 바 있다(Johnson 등, 1975).

양에 설파메타진을 정맥주사한 1일과 6일 후 근육의 설파메타진 농도는 각각 4.10ppm과 0.09ppm 이었다(Bevill 등, 1977).

본 실험에서 설파메타진을 근육주사 후 3주와 1주의 휴약기를 지난 경우와 1회 정맥주사 후 휴약기를 갖지 않은 경우의 돈육의 설파메타진 잔유량은 각각 0.07ppm, 0.10ppm과 1.10ppm으로 측정된 것은 Bevill 등(1977)의 결과와 같은 수준이며, 설파메타진의 경구투여 보다 주사하는 경우 근육의 설파메타진 잔유량이 높은 수준임을 나타낸다.

설파메타진의 체내 잔유량은 근육, 혈청, 뇨, 간장과 신장의 잔유 수준을 측정하여 추정할 수 있다. 설파메타진을 경구투여한 경우 뇨와 혈청의 농도가 가장 높았으며, 간장, 신장, 근육의 순으로 농도가 높았으며(Randecker 등, 1977), 정맥주사한 경우는 신장, 간장, 근육의 순으로 농도가 높았다(Bevill 등, 1977). 설파메타진을 근육주사한 본 실험에서 신장에서의 설파메타진 잔유량은 근육보다 높은 수준이었으며, 휴약기간에 따른 감소 경향을 나타내고 있다.

시판 돈육의 설파제 잔류 실태는 이 등(1982)이 비색법으로 조사한 바에 의하면, sulfadimethoxine disodium 로써 0.1ppm 이상인 경우는 근육은 53.5%이며, 간장과 신장은 97%로 보고하였다.

본 실험에서는 HPLC법으로 조사하여 sulfamethazine으로 0.1ppm 이상인 경우는, 근육은 20.8%, 신장은 41.7% 이었다. 이와 같은 차이는 비색법으로는 여러 설파제를 분리 정량하기 어려운 점과 간섭물질이 있는 경우 높은 흡광도를(Parks and Kimoto, 1982) 나타내기 때문인 것으로 추정된다.

근육에 잔유된 설파메타진은 조리시 열에 의하여 분해되는 정도가 7% 이내로 낮으므로(Moats, 1988) 근육의 설파메타진 잔유량을 낮추기 위한 노력이 필요하다. 본 실험의 결과는 설파메타진의 근육주사 후 휴약기간을 3주로 하여야 함을 나타내고, 앞으로는 여러 설파제의 분리 정량기법과 스크리닝 기법의 개발이 필요한 것으로 생각된다.

## V. 적 요

돈육의 설파메타진 잔유량에 미치는 휴약기간의 영향을 조사하였다. HPLC 분석법의 측정 한계는 1 ng 이었으며, 설파메타진을 근육주사 하는 경우 휴약 3주와 1주의 근육의 설파메타진 잔유량은 각각 0.07ppm, 0.10ppm 이었으며, 정맥주사 하는 경우 휴약기간을 24시간 이내로 하였을 때 1.0ppm 이상이었다.

신장의 설파메타진 잔유 수준은 근육보다 높았으며, 휴약기간에 따른 감소경향을 나타냈다. 시판 돈육의 설파메타진 잔유량이 0.10ppm 이상인 경우는 20.8%이며, 신장의 경우는 41.7%이다. 설파메타진의 휴약기간은 근육주사의 경우 3주가 필요하다고 사료된다.

## VI. 참 고 문 헌

1. Bevill, R.F.: Sulfonamides, In Veterinary pharmacology and therapeutics 6 ed, Eds Booth, N.H. and McDonalds, L.E. Ames, Iowa State University Press, P.785-795(1988)
2. Bevill, R.F., R.M. Sharma, S.H. Meachum, S.C. Wozniak, D.W.A. Bourne and L.W. Dittert: Disposition of sulfonamides in food-producing animals: concentrations of sulfamethazine and its metabolites in plasma, urine, and tissues of lambs following intravenous administration, *Am. J. Vet. Res.*, **38**, 973-977(1977)
3. Conway, B.: Determination of sulphadimidine in animal feeds by high-performance liquid chromatography, *Analyst* **113**, 1397-1400(1988)
4. Holtmannspoetter, V.H. and H.P. Thier.: Analysenmethode fuer Rueckstaende von sechs Sulfonamiden und Chloramphenicol durch Gaschromatographie an Glaskapillaren, *Deutsche Lebensmittel-Rundschau*, **78**, 347-350(1982)
5. Johnson, K.L., D.T. Jeter and R.C. Claiborne.: High-pressure chromatographic determination of sulfamethazine bovine tissue, *J. Pharmaceutical Sci.*, **64**, 1657-1660(1975)
6. Malisch, R. and L. Huber.: Determination of residues of chemotherapeutic and antiparasitic drugs in food stuffs of animal origin with liquid chromatography and UV/VIS diode-array detection, *J. Liquid Chromatography*, **11**, 2801-2827(1988)
7. Moats, W.A.: Inactivation of antibiotics by heating in foods and other substrates, A review *J. Food Prot.*, **51**, 491-497(1988)
8. Nukiyama, M., S. Watanabe and K. Ito.: Determination of sulfanilamides residues in foods by high performance liquid chromatography, *Bull. Kanagawa, P.H. Lab.*, **11**, 61-62(1981)
9. Parks, O.W. and W.I. Kimoto.: Investigations on nonsulfonamide Bratton-Marshall positive compounds porcine liver, *J. Assoc. off. Anal. Chem.*, **65**, 1285-1287(1982)
10. Randecker, V.W., J.A. Reagan, R.E. Engel, D.L. Soderberg and J.E. McNeal.: Serum and urine as predictors of sulfamethazine levels in swine muscle, liver and kidney, *J. Food Prot.*, **50**, 115-122(1987)

11. 박용호·이장락: 서울 근교에서 출하되는 닭고기의 가식부위에서의 술폰아미드제 잔유실태 조사, 서울대 수의대 논문집, **6**, 15-23(1981)
  12. 이창업·이장락·한수남·이문한: 시판 돼지고기중의 술폰아미드제 잔류실태 조사, 서울대 수의대 논문집, **7**, 1-7(1982)
  13. 이창업·이장락: 축산식품중의 잔류 설펜제 분별정량법에 관한 비교연구 1, Thin-layer chromatography, 서울대 수의대 논문집, **6**, 167-172(1981)
-