

근육 식품 중의 diethylstilbestrol과 zeranol 분석법

하 재 호
 한국식품개발연구원

Analytical Methods for Diethylstilbestrol and Zeranol in Muscle Foods

Jaeho Ha
 Korea Food Research Institute

Analytical method for diethylstilbestrol (DES) and zeranol, which are growth promoters, in muscle foods was studied. Through selected ion monitoring analysis by GC-MSD for hormones, M^+ 412, 420, 416, and 433 for DES, D_3 DES, β -estradiol, and zeranol, respectively, were selected for quantitative analysis. Removal of interferences in meat was done by passing the meat through 1 cc of strong anion exchange resin, Dowex 2 \times 8, 400 mesh, whereby the recoveries of DES and zeranol were achieved. Recoveries of DES and zeranol were ranged from 85 to 110%, and 75 to 110%, respectively, in meat using D_3 DES as an internal standard, while were 82 to 105%, and 65 to 120%, respectively, using β -estradiol as an internal standard. These results show that both D_3 DES and β -estradiol can be adopted as the internal standard for the analysis of DES and zeranol in muscle foods. Limits of detection of DES and zeranol were 0.05 and 1.0 ng/g, and limits of quantitation were 0.5 and 1.0 ng/g, respectively. The results of this study revealed no DES and zeranol were present in 14 samples of beefs, porks, ducks, chickens, multiplicated flat fish, and trout.

Key words: diethylstilbestrol, zeranol, muscle foods, GC-MSD

서 론

식품을 오염시키는 합성유기화합물은 농약, 의약, 항생제, 공업화합물, 포장재질로 사용되는 화합물, 기술혁신에 따른 제품 등 여러 가지가 있다. 이러한 화합물은 여러 경로를 통하여 농업생산, 식품가공, 포장, 저장 등을 하는 동안 식품에 유입되어 식품 중에 잔류되는 유해물질이 된다. 식품에 유입되는 유해 잔류물질의 또 다른 형태로서는 오염된 물을 농업생산이나 식품가공, 제조에 사용하는 것이다. 수산물의 경우는 강, 호수, 바다 등이 내적, 외적인 요인에 의하여 오염됨으로써 식품으로 이용되는 어류와 패류 등에 먹이 사슬을 통하여 농축된다⁽¹⁻⁴⁾.

식품에 잔류되는 유해물질은 그 종류가 엄청나고, 환경 속에 광범위하게 퍼져있으며 지속성과 독성을 지니므로 전세계를 통하여 공공의 건강을 위협하는 중요한 요인으로 생각된다. 이러한 물질 가운데 diethylstilbestrol(DES)과 zeranol은

가축을 기르는 동안 육질을 개선하고 성장을 촉진시켜 사육기간을 단축시키기 위하여 주로 사용되는 성장 촉진 호르몬제의 일종이다^(5,9). 이 들 성분은 안전성에 대한 논란으로 1988년부터 유럽에서는 그 사용이 전면 금지되었다^(10,11,12).

DES는 역사적으로 내분비교란물질 가운데 처음 알려진 호르몬제제 약품이다. 이 물질은 강력한 합성 여성호르몬인데 임상실험에서 약효와 안전성이 채 확인되지도 않은 상태에서 1948년부터 1972년까지 유산 방지의 목적으로 임산부에게 널리 투여되었다. 그러나 이 약을 복용한 산모에게서 유산 방지의 효과가 있지도 않았을 뿐 아니라 태어난 여아가 사춘기 나이가 되면 그 나이에 매우 희귀한 질암이 다수 발생하고 남아에게서도 성기 기형이 다수 발생한다는 것이 밝혀졌다^(2,11).

DES와 zeranol의 분석법에 관한 연구로는 Jodlbauer 등⁽¹²⁾에 의한 solid phase microextraction에 의한 정제 방법을 이용한 연구와 Heaton 등⁽¹³⁾에 의한 돼지고기 중에 잔류되는 DES 분석법, Smith 등⁽¹⁴⁾에 의한 쇠고기 근육 중의 DES와 zeranol 분석에 관한 연구 등이 있다. 이와 같이 외국의 경우 DES와 zeranol의 분석에 관한 연구⁽¹⁵⁾가 다수 이루어져 왔으나 국내의 경우 doping control을 위하여 노 중의 호르몬 분석에 관한 연구^(17,18)가 대부분이며 근육식품에서 DES와 zeranol의 분석조건에 관한 연구는 거의 없는 실정이다.

*Corresponding author : Jaeho Ha, Korea Food Research Institute, San 46-1, Baekhyun-dong, Bundang-gu, Seongnam-si, Kyonggi-do 463-746, Korea
 Tel: 82-31-780-9127
 Fax: 82-31-780-9280
 E-mail: jhkfri@kfri.re.kr

본 연구에서는 환경호르몬으로 분류되어 안전성에 논란이 되고 있는 호르몬류 가운데 근육식품 중에 잔류되는 DES와 zeranol의 분석조건에 관한 결과를 보고하고자 한다.

재료 및 방법

재료 및 시약

본 실험에 사용된 재료는 성남시 소재의 대형 백화점에서 구입하여 사용하였다. 쇠고기와 돼지고기는 기름을 제거한 육 전체, 닭고기와 오리고기는 뼈를 제거한 육 전체, 양식 광어와 송어는 가식부를 취한 다음 Buchi mixer-400(Buchi, Swiss)로 5분간 마쇄 후 사용하였다.

Diethylstilbestrol(D-4628, DES)는 Sigma사, zeranol(262-01461)은 Wako사, β -estradiol(E-8875)은 Sigma사, diethyl-1,1,1',1'-d₄-stilbestrol 3,3',5,5'-d₄(98.2 atom% D, D-2849, D₈DES)는 CDN Isotope사(Canada)에서 구입하여 사용하였다.

bis(trimethylsilyl)- trifluoroacetamide(BSTFA, T-1506)와 N-trimethyl-silylimidazole(TMSI, T-7510), β -glucuronidase (G-8885)는 Sigma사에서 구입하여 사용하였다. Trimethylsilyl 유도체를 만들기 위하여 BSTFA와 TMSI는 98:2(v/v)의 비율로 혼합하여 사용하였다.

표준용액의 제조

DES와 zeranol의 표준물질을 각각 20.0 mg과 10.0 mg을 정확히 달아 100 mL의 methanol에 녹인 다음 stock solution을 만들고 stock solution 1 mL를 methanol에 녹여 100 mL을 만든 후 working solution으로 하였다.

내부표준물질로 D₈DES 10.4 mg과 β -estradiol 10.0 mg을 methanol 100 mL에 녹여 stock solution을 만들고 stock solution 1 mL를 methanol에 녹여 100 mL을 만든 후 working solution으로 하였다⁽¹⁶⁾.

LOD와 LOQ 측정

DES와 zeranol 표준물질을 methanol로 희석하여 각각 0.05 ng/mL, 0.1 0.2 ng/mL, 0.5 ng/mL 및 1.0 ng/mL로 한 후 GC-MSD로 분석하였다. 그 결과 signal에 대한 noise 비율이 3 이상이 되는 농도의 3배수가 되는 농도를 기기의 LOD (Limit of detection)로 정하였다. LOQ(Limit of quantitation)를 결정하기 위하여 시료 5 g에 대하여 0.5, 1.0, 2.0, 5.0 ng/g 수준으로 가하여 얻어지는 최소량을 LOQ로 설정하였다^(19,20).

DES와 zeranol의 추출

충분히 마쇄된 시료육 약 5 g을 50 mL coming tube에 취하고 여기에 일정량의 내부표준물질을 가한다. 10 mL의 0.04 M sodium acetate buffer를 넣은 다음 acetic acid를 3 방울 가하여 pH를 약 4.25~4.75로 조절하였다. 여기에 β -glucuronidase를 70 μ L(약 10,000 unit에 해당) 가하고 37°C에서 12~16시간 동안 반응시켰다. 반응이 끝나면 16 mL의 아세토니트릴을 가한 다음 150 rpm에서 약 30분간 진탕하였다. 이것을 2,500 rpm에서 약 2분간 원심분리하여 시료육과 액층을 분리하였다. 분리한 액층은 다른 50 mL의 coming tube에 넣고 여기에 2 mL의 dichloromethane과 8 mL의 hexane을 가

하여 잔류 호르몬이 녹아있는 아세토니트릴 층(중간층, A)을 분리하여 50 mL 둥근 플라스크에 모았다. 남은 액층에 4 mL의 아세토니트릴과 2 mL의 dichloromethane을 다시 가한 다음 충분히 흔들어주고 아세토니트릴 층(중간층, B)을 분리하여 두 아세토니트릴 층(A, B)을 합하고 이것을 50°C 이하에서 감압건조시켰다.

DES와 Zeranol의 정제

감압건조된 시료에 2 mL의 isopropyl alcohol/methanol(1:1, v/v)용액을 가하고 약 5분간 잘 녹인 다음 0.5 mL의 2N NaOH를 가하였다. 이것을 정제용 칼럼에 Dowex 2×8(400 mesh)을 충전시킨 다음 3차 증류수로 수세하고 시료용액을 분주하였다. 방해물질을 제거하기 위하여 4 mL의 methanol, 2 mL의 증류수, 2.75 mL의 5% acetic acid, 1.75 mL의 25% methanol을 가하여 흘러 보내고 최종적으로 3 mL의 methanol로 DES와 zeranol을 용출하였다. 용출된 것은 질소기류 하에서 완전 건조시킨 다음 BSTFA/TMSI 혼합액을 20 μ L 가하여 trimethylsilyl 유도체를 만든 후 GC-MSD로 분석하였다.

GC-MSD에 의한 분석

분석에 사용된 기기는 Hewlett-Packard 6890GC/5973MSD 이었으며 칼럼은 HP-5MS(0.32 mm, i.d.×30 m in length×0.25 μ m in film thickness)를 사용하였다. 분석 조건으로 GC 오븐의 초기온도는 240°C에서 2분간 유지시킨 다음 분당 10°C 씩 280°C까지 상승시키고 280°C에서 5분간 유지하였다. 주입부는 280°C, interface는 325°C로 설정하였다. 운반기체는 헬륨을 분당 1.8 mL로 하였고 주입기에서 분할비율은 1:2로 하였다⁽¹⁶⁻¹⁸⁾.

결과 및 고찰

DES와 zeranol의 질량분석 스펙트럼의 특성

DES와 zeranol의 질량스펙트럼 상의 분자 특성을 Table 1에 나타내었다. DES는 ethyl group의 위치에 따라서 두개의 이성체(cis, trans)가 가능하며 mass spectrum에서 m/e가 412, 397, 383인 이온이 상대적으로 높은 양을 차지하고 있을 뿐만 아니라 다른 호르몬의 peak와도 중첩이 되지 않았다. 412의 경우는 M⁺이고 397은 M⁺로부터 methyl group(-CH₃)이 떨어져 나간 것이며, 383은 M⁺에서 ethyl group(-CH₂CH₃)이 한개 떨어져 나간 것이다. 이들 이온이 차지하는 상대적 intensity가 가장 강하여 정량분석을 위한 특성이온으로 가능하였다. 실제 분석에 있어서는 이 중 intensity가 가장 강한 412이온을 선정하였다.

DES의 수소원자를 중수소원자로 치환시킨 D₈DES의 경우 DES를 정량적으로 분석하기 위하여 내부표준물질로 사용되는데 화학적인 성질은 DES와 동일하지만 mass spectrum에서는 DES보다 m/e가 8 증가하여 420, 399, 385가 특성이온으로 나타났다. 이중 정량분석을 위한 이온은 420을 선택하였다⁽¹⁾.

Zeranol의 경우는 M⁺가 538로 나타났고 523, 433, 397이 상대적으로 높은 intensity를 나타내어 정량분석을 위한 특성이온으로 정하였다. 실제 분석에 있어서는 433의 intensity가

Table 1. Characteristics of DES, D₈DES, zeranol and β-estradiol

Components	M.W. ¹⁾	M.W. of silyl derivatives	Retention Time (min)	Charateristic Ion	Selected Ion	Remarks
DES	268	412	3.1	412, 397, 383	412	
D ₈ DES	276	420	3.1	420, 399, 385	420	IS ²⁾
Zeranol	322	538	6.2	538, 523, 433, 379	433	
β-Estradiol	272	416	5.3	416, 285, 326	416	IS

¹⁾M.W.: Molecular weight.

²⁾IS: Internal standard.

가장 강하게 나타나 433을 선정하였다.

머무름 시간에 있어서는 DES와 D₈DES은 약 3.1분으로 동일한 시간에 용출되었고 zeranol의 경우 6.2분에 용출되어 두 성분은 매우 잘 분리됨을 알 수 있었다.

한편, 현재 DES의 정량을 위하여 사용되는 D₈DES과 zeranol의 정량을 위하여 사용되는 zeralane은 상업적으로 시판되지 않고 특별한 요청에 의하여 주문 생산되고 있다. D₈DES의 경우 특별 주문생산에 의하여 구입이 가능하지만 가격이 매우 비싸기 때문에 일상적인 분석을 위하여 β-estradiol을 내부표준물질로 사용하였다⁽¹⁶⁾.

β-estradiol의 경우 분자량이 272이었고 TMS유도체를 만든 경우 M⁺가 416이었으며 285, 326이 특성이온으로 나타났다. 이 중 M⁺인 416을 선정한 경우 DES와 zeranol의 특성이온과 중복되지 않았고 머무름 시간 역시 5.2분으로 다른 성분과 잘 분리되었다. 따라서 D₈DES과 β-estradiol를 내부표준물질로 사용하여 DES와 zeranol의 분석을 시도하였다.

DES와 zeranol의 정제조건

육 중에 잔류되는 DES와 zeranol을 추출하기 위하여 acetonitrile이 주로 사용되는데 이때 일부 지용성 성분과 수용성 성분이 함께 육으로부터 추출된다⁽¹⁶⁻¹⁸⁾. 이를 정제하기 위하

Table 2. Recovery of hormones as a function of resin volume (%)

resin volume (cc)	DES ¹⁾	D ₈ DES ²⁾	β-Estradiol ³⁾	Zeranol ⁴⁾
0.8	84	68	33	23
1.6	40	34	33	14
2.4	17	12	24	4

^{1,2,3,4)}Added Conc.: DES, D₈DES and β-Estradiol-1 ppb, Zeranol-2 ppb.

Table 3. Recovery of DES and zeranol without an internal standard

Components	Added Conc. (ng/g)	Number of trial	Recovery (%)
DES	0.5	3	43-98
	1.0	3	25-102
	2.0	3	20-95
	5.0	3	30-85
Zeranol	1.0	3	10-95
	2.0	3	15-96
	5.0	3	23-110
	10.0	3	35-103

여 강한 음이온 교환수지를 사용하여 호르몬 성분을 정제한 다. 음이온 교환수지는 흡착되는 성분과 불순물의 양에 따라 사용하는 양을 달리하여야 하는데 본 연구에서는 음이온교환수지를 직경이 0.5 cm인 칼럼에 충전하여 충전시킨 resin의 양에 따른 DES와 zeranol의 흡착 및 교환능력을 측정하였다.

Table 2는 resin의 양을 0.8 cc, 1.6 cc 및 2.4 cc로 하여 DES 1 ppb수준, zeranol 2 ppb수준으로 loading 한 다음 회수되는 정도를 상대적으로 측정하여 나타내었다. resin의 양이 0.8 cc인 경우가 가장 높은 회수율을 보였고 resin의 높이를 1.6 cc로 하였을 경우 0.8 cc에 비하여 DES와 zeranol은 약 1/2의 회수를 보였다. resin의 양을 2.4 cc로 한 경우는 0.8 cc로 한 경우에 비하여 약 1/5의 회수를 보여 resin의 양은 0.8 cc정도로 하는 것이 적절하였다.

DES와 zeranol의 회수율 측정

DES와 zeranol의 회수율을 측정하기 위하여 호르몬이 검출되지 않는 쇠고기에 DES는 0.5, 1.0, 2.0, 5.0 ppb수준으로 하고, zeranol은 1.0, 2.0, 5.0, 10.0 ppb수준으로 가한 다음 분석하여 그 결과를 Table 3에 나타내었다. DES의 회수율은 차이가 매우 커 20~102% 정도의 회수율을 나타내었다. zeranol의 경우도 회수율은 차이가 매우 커 10~110%를 나타내었다. 따라서 zeranol과 DES의 함량을 측정하는데 있어 내부표준물질은 반드시 필요한 것으로 나타났다.

한편, Table 4는 D₈DES을 사용하여 DES와 zeranol의 회수율을 측정하여 그 결과를 나타내었다. D₈DES을 내부표준물질로 사용한 경우 DES와 Zeranol의 회수율을 보면 DES가 zeranol에 비하여 전반적으로 회수율이 좋은 것으로 나타났다. DES의 경우 85~110% 정도이었고 zeranol의 경우 75~110% 범위의 회수율을 나타내었다.

Table 4. Recovery of DES and zeranol using D₈DES as an internal standard

Components	Added Conc. (ng/g)	Number of trial	Recovery (%)
DES	0.5	3	86-102
	1.0	3	95-105
	2.0	3	96-104
	5.0	3	85-110
	1.0	3	76-87
Zeranol	2.0	3	75-95
	5.0	3	83-104
	10.0	3	85-110

Table 5. Recovery of DES and zeranol using β -estradiol as an internal standard

Components	Added Conc. (ng/g)	Number of trial	Recovery (%)
DES	0.5	3	82-95
	1.0	3	90-105
	2.0	3	95-105
	5.0	3	90-104
Zeranol	1.0	3	65-92
	2.0	3	78-95
	5.0	3	80-110
	10.0	3	82-120

Table 6. Comparison of correlation coefficient of response on GC-MSD/SIM by the different internal standard

	D ₈ DES as IS		β -Estradiol as IS	
	DES ³⁾	Zeranol ⁴⁾	DES ³⁾	Zeranol ⁴⁾
W/LLF ¹⁾	0.9970	0.9923	0.9675	0.9864
W/O LLF ²⁾	0.9998	0.9980	1.0000	0.9996

¹⁾W/LLF: with liquid-liquid fractionation.

²⁾W/O LLF: without liquid-liquid fractionation.

^{3,4)}Added Conc.-DES: 0.5, 1.0, 2.0 ppb, zeranol: 1.0, 2.0, 4.0 ppb.

β -Estradiol을 zeralane과 D₈DES대신에 내부표준물질로 사용가능함을 측정하여 Table 5에 나타내었다. DES의 경우 0.5, 1.0, 2.0, 5.0 ppb수준으로 가하였을 때 회수율은 82~105%이었고 zeranol의 경우 1.0, 2.0, 5.0 및 10.0 ppb수준으로 가하였을 때 65~120%의 회수율을 나타내었다.

이 결과는 현재 식품공전의 성장호르몬제 분석법에서 내부표준물질로 제시되어 있는 D₈DES과 비교하였을 때 DES와 zeranol의 회수율은 거의 차이가 없었다¹⁶⁾.

한편, Table 6은 표준물질인 DES와 zeranol의 농도를 각각 0.5, 1.0, 2.0 ppb 및 1.0, 2.0, 4.0 ppb로 하고 GC-MSD/SIM에서 농도에 대한 response의 상관관계를 측정하여 나타내었다. DES와 zeranol은 GC-MSD/SIM에서 D₈DES을 내부표준물질로 사용하였을 경우 0.9998과 0.9980으로 매우 높은 상관관계를 나타내었고 β -estradiol을 내부표준물질로 사용하였을 경우 1.0000 및 0.9996으로 매우 높은 상관관계를 나타내었다.

DES와 zeranol을 농도별로 가한 용액을 liquid-liquid fractionation한 다음 이를 GC-MSD/SIM으로 분석하였다. 그 결과 D₈DES을 내부표준물질로 하였을 때 0.9970과 0.9923으로 높은 상관관계를 보여주었고 β -estradiol을 내부표준물질로 사용한 경우 0.9675와 0.9864로 DES와 비슷한 수준의 높은 상관관계를 나타내었다. 따라서 DES와 zeranol을 분석할 경우 D₈DES 대신에 β -estradiol을 내부표준물질로 사용하여 두 물질을 정량하는 것이 가능하였다.

DES와 zeranol의 LOD 및 LOQ의 설정

잔류 호르몬을 분석하기 위하여 HP5-MS칼럼을 사용하였을 때 분석대상인 DES와 zeranol 및 내부표준물질로 사용되는 D₈DES과 β -estradiol에 대한 검출한계(LOD) 및 정량한계

Table 7. LOD and LOQ of DES and zeranol using a HP5-MS column

Components	S/N Ratio ¹⁾	LOD (ng/g)	LOQ (ng/g)
DES	3.0	0.05	0.5
D ₈ DES	3.0	0.05	0.5
β -Estradiol	3.0	0.05	1.0
Zeranol	3.0	0.2	1.0

¹⁾S/N Ratio: signal to noise ratio.

(LOQ)는 Table 7과 같다. S/N비를 3.0으로 한 경우 DES와 D₈DES의 LOD와 LOQ는 0.05 ppb와 0.5 ppb이었고, β -estradiol의 LOD와 LOQ는 각각 0.05 ppb, 1.0 ppb이었으며 zeranol의 LOD와 LOQ는 0.2 ppb와 1.0 ppb로 다른 호르몬에 비하여 다소 높게 나타났다.

근육 식품 중의 DES와 zeranol 잔류량 분석

시중에 유통되는 재료를 구입하여 DES와 zeranol이 잔류되지 않는 것을 확인한 다음 분석 대상 시료에 zeranol의 경우 1.0, 2.0, 4.0 ppb수준으로 첨가하고 DES는 0.5, 1.0, 2.0 ppb수준으로 첨가한 다음 내부표준물질을 가하여 대조시료와 함께 분석하였다. 국내에 유통되는 축산물 가운데 국내산 쇠고기 2점, 수입산 쇠고기 3점, 돼지고기 3점, 닭고기 3점, 오리고기 3점과 양식 어류 중 양식광어 3점, 양식 송어 3점을 각각 다른 장소에서 수거하여 분석한 결과 검출한계 이상으로 호르몬은 검출되지 않았다.

요 약

성장 촉진 호르몬제인 DES와 zeranol의 분석을 위한 조건을 검토한 결과는 다음과 같다. 질량분석기의 SIM에서 선택한 이온 중 DES는 M⁺ 416, D₈DES은 M⁺ 420, β -estradiol은 M⁺ 416, zeranol은 M⁺ 433이 가장 좋은 응신비를 나타내었고 이들 이온을 선택할 경우 효율적으로 분석이 가능하였다.

강 음이온 교환수지인 Dowex 2×8, 400 mesh 칼럼 1 cc에 통과시킨 경우 방해물질이 효율적으로 제거되었고 회수율이 가장 높았다. D₈DES을 내부표준물질로 사용하여 회수율을 측정된 결과 DES는 85~110%이었고, zeranol은 75~110%이었으며 β -estradiol을 내부표준물질로 사용한 경우 DES의 회수율은 82~105%, zeranol은 65~120%이었다. 또한 D₈DES 대신에 β -estradiol을 내부표준물질로 사용하여 DES와 zeranol을 분석하는 것이 가능하였다.

DES와 zeranol의 LOD를 측정된 결과 각각 0.05 ng/g, 0.2 ng/g였으며 LOQ를 측정된 결과 DES는 0.5 ng/g, zeranol은 1.0 ng/g이었다. 국내산과 수입산 쇠고기, 국내산 돼지고기, 닭고기, 오리고기, 양식광어와 양식 송어를 분석한 결과 DES와 zeranol은 잔류되지 않았다.

문 헌

- Ha, J., Seog, H., Nam, Y. and Hawer, S.W. A study on the safty methods of imported foodstuffs. Report of Korea Food Research Institute E1058-0089: 117-192 (1990)
- Ha, J., Seog, H., Hawer, W. and Park, Y. A study on the analyti-

- cal methods for detrimental residues in food. Report of Korea Food Research Institute B0020-0157: 19-108 (1991)
3. Ha, J., Hawer, W., Shin, W., Kim, Y. and Kim W. Research on the analytical methods for hazardous contaminants and GMO in foods. Report of Korea Food Research Institute E00405-0013 (2000)
 4. Ha, J., Hawer, W., Namkung, B., Yang, M. and Lee, Y. Research on the analytical methods for hazardous residues in foods. Report of Korea Food Research Institute E1403-0116 (2001)
 5. Wilson, L.L. Smith, J.L. Swanson, D.L. and Mills, E.W. Implant sequence effects in intact male-Holstein veal calves. *J. Anim. Sci.* 77: 3133-3139 (1999)
 6. Paisley, S.I., Horn, G.W., Ackerman, C.J., Gardner, B.A. and Secrist, D.S. Effects of implants on daily gains of steers wintered on dormant native tallgrass prairie, subsequent performance, and carcass characteristics. *J. Anim. Sci.* 77: 291-299 (1999)
 7. Jones, B.A., Naery, M.K., Hancock, D.L., Berg, E.P., Huffman, J. and Flanders, J.R. Effect of zeranol implantation and yeast supplementation on performance and carcass traits of finishing wether lambs. *J. Sheep and Goat Research* 13: 15-19 (1997)
 8. O'Keeffe, M., Nugent, A., Cadogan, A., Hopkins, J.P., Daeseleire, E. and Peterhen, C. van P.Y. Development of bovine muscle, liver and urine reference materials for zeranol-preparation, homogeneity and stability. *J. Anal. Chem.* 357: 1029-1034 (1997)
 9. Shantha, N.C., Moody, W.G. and Tabeidi, Z. Conjugated linoleic acid concentration in semimembranous muscle of grass- and grain-fed and zeranol-implanted beef cattle. *J. Muscle Foods* 8: 105-110 (1997)
 10. Kennedy, D.G., Hewitt, S.A., McEvoy, J.D.G., Currie, J.W., Cannavan, A., Blanchflower, W.J. and Elliot, C.T. Zeranol is formed from *Fusarium spp.* toxins in cattle *in vivo*. *Food additives and contaminants* 15: 393-400 (1998)
 11. Masood, E. Vote on growth hormones in meat sparks row with
FAO. *Nature* 376: 207 (1995)
 12. Jodlbauer, J., Zoellner, P. and Lindner, W. Determination of zeranol, taleranol, zearalenone, alpha- and beta-zearalenol in urine and tissue by high-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry. *Chromatophia* 51: 681-687 (2000)
 13. Heaton, K.L., Smith, G.C., Sofos, J.N., Aaronson, M.J. and Jones, D.K.P.Y. Analysis of pork products for chemical residues. *J. Muscle Foods* 7: 213-224 (1996)
 14. Smith, G.C., Sofos, J.N., Aaronson, M.J., Morgan, J.B., Tatum, J.D. and Schmidt, G.R.P.Y. Incidence of pesticide residues and residues of chemicals specified for testing in U.S. beef by the European Community. *J. Muscle Foods* 5: 271-284 (1994)
 15. Chappell, C.G., Creaser, C.S., Shepherd, M.J. On-line high performance liquid chromatography-multidimensional gas chromatography and its application to the determination of stilbene hormones in corned beef. *HRC.* 16: 479-482 (1993)
 16. Korea Food Industry Association. Korea Food Code. pp. 908-912, Munyoung Publishing Co., Seoul (2001)
 17. Han, M.H., Park, J.S., Jung, T.W., Noh, D.S. and Jung, B.C. A study on Doping Control (III), Report of Korea Advanced Institute of Science and Technology N192-2845-6 (1987)
 18. Han, M.H., Park, J.S., Jung, T.W., Noh, D.S. and Jung, B.C. A study on Doping Control (IV), Report of Korea Advanced Institute of Science and Technology N305-2993-6 (1987)
 19. Atuma, S.S., Aune, M. Method for the determination of pcb congeners and chlorinated pesticides in human blood serum. *Bull. Environ. Contam. Toxicol.* 62: 8-15 (1999)
 20. Hansen, B.G. and Paya-Perez, A.B., Mohammed, R. and Lasen, B.R. QSARs for PCB congeners: A critical examination of data, assumptions and statistical approaches. *Chemosphere* 39: 2209 (1999)

(2002년 2월 8일 접수)