

## 도축우 부산물의 음이온 계면활성제의 잔류조사

축산물위생검사소

정경태 · 김홍태 · 이우원 · 이강록 · 김금향

## Detection of Anionic Surfactants in by-products of Slaughtered Cows

*Veterinary Service Laboratory*

Kyung-Tae Chung, Hong-Tae Kim, Woo-Won Lee, Gang-Log Lee and Gum-Hyang Kim

### Abstract

A detection of anionic surfactants in by-products of slaughtered cows was possible to using methylene blue method in water. The residue in by-products of slaughtered cows was dissolved with distilled water, allowed to complex formation by adding the methylene blue and extracted with chloroform. The final was analysed by spectrophotometry. All of 11(2.19%) and 23(4.57%) anionic surfactant residues from 503cases of omasum and jejunum. The mean recovery rate were 75.5~91.3%. This method makes enforce for quantified determination of anionic surfactant residues in by-products of slaughtered cows.

Key Words : anionic surfactants, methylene blue method, by-products, cows

### 서 론

음이온 계면활성제란 계면활성제의 일종으로 수중에서 이온으로 해리하여 계면활성을 나타내는 부분이 음이온으로 되는 것이다. 계면활성제는 세제의 주성분으로

국내에서 사용되는 대부분의 합성세제가 음이온계를 함유하고 있다. 일반적으로 계면활성제는 세정작용 뿐만 아니라 미생물의 발육저해 및 살균작용을 지니고 있어 낙농농가에서도 착유기나 우유통의 세척에 많이 사용되고 있다. 그러나 이런 세제 본래의 목적과 관계없이 동물의 배

설물(분뇨) 중에는 메틸렌블루와 착체를 만들어 클로르포름에 추출되어 유리하기 때문에 음이온 계면활성제의 오염과 관계 없이 높은 측정치를 나타낼 수도 있다<sup>7)</sup>.

도축우 부산물에 대한 음이온 계면활성제에 관한 기준이나 잔류분석법이 국내·외를 통하여 확립되어져 있지 않고, 이에 대한 연구도 극히 미미한 실정으로 이에 대한 잔류분석법 개발 및 잔류조사의 필요성이 제기되고 있다.

일반적인 계면활성제 분석법으로는 효소반응을 이용한 acid phosphate 분석법<sup>1)</sup>, HPLC를 이용한 분석법<sup>2)</sup>, TLC법<sup>3)</sup> 등이 보고되었고, 이중 음이온 계면활성제의 분석법으로 음용수나 하천수 또는 하수나 오수를 대상으로 한 방사성 측정법<sup>4)</sup>, 흡광도법<sup>5)</sup>, 전기영동법<sup>6)</sup>, 메틸렌블루법<sup>7)</sup> 등이 이용되고 있다.

이에 본 조사에서는 수질검사에서 가장 널리 사용되고 있는 메틸렌블루법을 응용하여 도축우 부산물중 가장 널리 섭취되고 있는 제3위 부분과 공장 부분을 채취하여 음이온 계면활성제의 잔류분석 방법 확보 및 잔류량 조사를 목적으로 다음의 시험을 실시하였다.

## 재료 및 방법

### 1. 공시재료

관내 작업장에서 도축되는 소의 부산물중 작업(세척) 처리를 거쳐 경매되기 직

전의 상태에서 제3위 부위와 공장 부위 각 503건을 위생적으로 채취하여 냉장상태로 시험실로 운송 시험재료로 사용하였다.

### 2. 공시약제

#### 1) 메틸렌블루 용액

메틸렌블루(methylene blue :  $C_{16}H_{18}SCl \cdot 3H_2O$ ) 0.025g을 증류수 100ml에 녹여 사용하였다.

#### 2) 표준용액

Sodium dodecylsulfate(SDS) 표준시약(Wako, Japan)을 일정량 증류수에 녹여 사용하였다.

#### 3) 알칼리성 붕산나트륨 용액

붕산나트륨(Sodium tetraborate :  $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ ) 9.45g을 증류수에 녹여 500ml로 하고 0.4% 수산화나트륨 500ml와 혼합하여 사용하였다.

### 3. 시험방법

#### 1) 시험준비 조작

두 개의 250ml 분액깔때기(A, B)를 준비하여 분액깔때기(A)에는 물 50ml, 분액깔때기(B)에는 물 100ml를 넣고 알칼리성 붕산나트륨용액 10ml, 0.025% 메틸렌블루 용액 5ml 및 클로르포름 10ml씩을 넣어 흔들어 섞고 정치하여 클로르포름층을 버린다. 분액깔때기(B)에는 황산(1+35) 3ml를 넣어 둔다.

#### 2) 시액준비

제3위 및 공장부위 10g을 가위로 세절하여 비이커에 넣고, 증류수 100ml를 넣어 계면활성제를 녹여 내는 방법을 사용하였다.

3) 시험방법

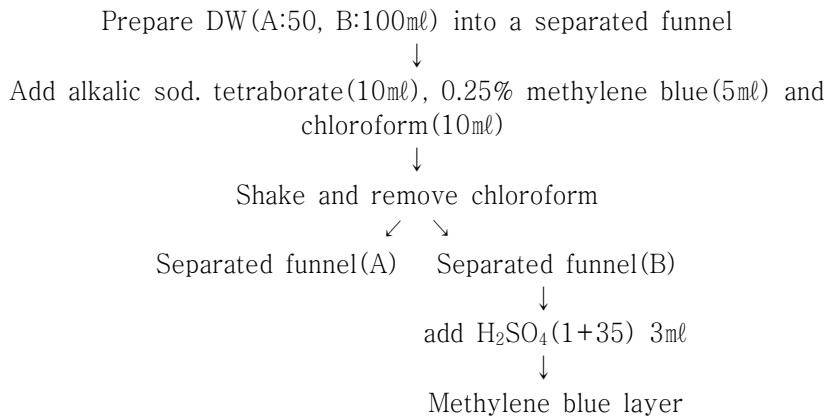
시액 50ml를 취하여 분액깔때기(A)에 넣고 클로르포름 10ml를 넣어 1분간 흔들어서 섞은 다음 정치하고 클로르포름층을 취하여 분액깔때기(B)에 옮겨 1분간 쉬고 정치한다.

클로르포름층을 미리 클로르포름으로 씻어 둔 탈지면을 이용 여과하여 여액을 25ml 용량플라스크에 옮긴다. 클로르포름으로 표시선까지 채워 이 액의 일부를 650nm에서 spectrophotometer의 흡광도를 측정하였다.

이와는 별도로 증류수 50ml를 취하여 시료의 시험방법에 따라 시험하여 바탕시험액으로 사용하였다.

검량선은 계면활성제 표준액을 일정 농

<Stage I>



<Stage II>

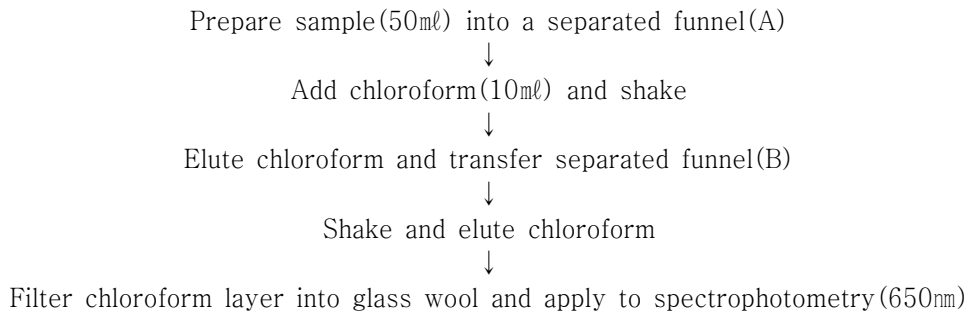


Fig. 1. Flow diagram of sample preparation for anionic surfactants in by-products of slaughtered cows by methylene blue method.

도로 단계적으로 취하여 시료의 시험방법에 따라 시험하여 계면활성제의 양과 흡광도와와의 관계선을 작성하였다.

메틸렌블루법을 응용한 계면활성제 표준액 SDS를 0.2, 0.4, 0.8, 1.6 및 3.2ppm 농도로 각 3회 반복분석한 결과  $Y = 0.01038X + 0.04420(r=0.99089)$ 의 회귀방정식을 산출할 수 있었다.

## 결과 및 고찰

### 1. 시료의 전처리 방법

시료의 전처리 방법으로 수질검사에서의 메틸렌블루법을 응용하여 시험하였다. 즉, 수질검사에서는 공시시료로 물을 바로 시액으로 공하는 반면 이 시험에서는 공시시료가 도축우 부산물인 제3위와 공장부위의 고체상이기 때문에 이를 일정량 채취하여 증류수에 일정시간 담구어 잔류하는 음이온 계면활성제를 증류수에 녹여 내어 추출하는 방법을 사용하였다. 물이나 우유 등 액상물질의 경우와 달리 고체상에서 추출해야 하는 시험이므로 계면활성제가 물에 잘 녹아 나온다는 점을 이용하였으며, 부산물 시료나 기타 식품 시료에서의 전처리 방법이 다각적으로 연구되어야 할 부분으로 사료된다.

### 2. 표준검량선 작성

Table 1. Recovery rates of anionic surfactants in fortified samples by methylene blue spectrophotometry.

Fortified concentration	No. of sample	Recovery rate(%)	
		Mean ± SD	CV
0.4	5	75.5 ± 9.8	13.0
0.8	5	84.2 ± 7.5	8.9
1.6	5	91.3 ± 6.7	7.3

### 3. 회수율 시험

음이온 계면활성제 무잔류로 판정된 시료를 이용 음이온 계면활성제 표준액을 0.4~1.6ppm의 농도가 되게 하여 메틸렌블루법을 응용하여 시험한 결과 회수율은 평균 75.5~91.3%의 수준으로 나타나 수질검사에서의 메틸렌블루법을 응용하여 도축우 부산물이나 기타 식품에 적용하여도 무방하리라고 사료된다.

### 4. 각 시료별 음이온 계면활성제 잔류 분석 결과

#### 1) 제3위 부위의 잔류분석 결과

도축우의 부산물 중 제3위 503건에 대한 조사 음이온 계면활성제 잔류분석 결과 모두 11건에서 음이온 계면활성제가 잔류되어 2.19%의 잔류치를 나타내었으

며, 이중 0.1~0.99ppm이 8건 및 1.0ppm 이상 3건이 검출되었다.

## 2) 공장 부위의 잔류분석 결과

도축우의 부산물 중 공장 503건에 대한 조사 음이온 계면활성제 잔류분석 결과 모두 23건에서 음이온 계면활성제가 잔류되어 4.57%의 잔류치를 나타내었으며, 이중 0.1ppm 미만인 12건, 0.1~0.99ppm이 10건 및 1.0ppm 이상 1건이 검출되었다.

본 시험에서 도축우의 축종별, 성별, 연령별 차이는 인정되지 않았으며, 부위별로는 제3위 부위보다 공장 부위에서 더 높은 검출률을 나타내었으나 검출치의 차이는 인정되지 않았다.

수질검사에서의 음이온 계면활성제의 한가지 분석법인 메틸렌블루법은 음이온 계면활성제가 메틸렌블루와 착체를 형성하고 클로르포름 등의 유기용매에 의해 추출되는 것을 이용하여 스펙트로포토미터에 의해 정량하는 방법으로 본 시험에서는 수질검사의 물과 달리 시료의 전처리 필요하여 그 방법의 하나로 도축우 부산물 중의 음이온 계면활성제를 증류수에 녹여 내는 방법이 실제 적용이 가능한지에 대하여 조사해 보고자 하였다.

도축우 부산물에서의 음이온 계면활성제 잔류에 관한 국내외 연구가 거의 없었고, 검사법 및 기준이 확립되어 있지 않아 타 연구자의 시험과 비교할 수 없었으나, 2001년 이 등<sup>8)</sup>이 메틸렌블루 비색

법을 이용하여 원유중 음이온 계면활성제를 분석한 결과 원유에서의 음이온 계면활성제 분석에 메틸렌블루법이 정성 및 정량검사에 적용 가능하다고 보고하였고, 본 시험에서도 회수율이 평균 75.5~91.3%로 CODEX의 권장기준에 적합한 것으로 나타나 도축우 부산물의 음이온 계면활성제의 잔류분석에 사용 가능한 방법으로 사료되었다.

## 결 론

도축우 부산물에서의 음이온 계면활성제를 분석하기 위한 방법으로 수질검사에서의 메틸렌블루법을 응용하여 스펙트로포토미터를 이용 잔류 분석한 결과 도축우 제3위와 공장 부위를 일정량 채취 증류수에 녹여 검출하는 방법이 적용 가능하였으며, 음이온 계면활성제의 검출율은 각 503건 중 제3위에서 11건으로 2.19%, 공장에서 23건으로 4.57%의 잔류치를 나타내었고, 회수율은 각 첨가군에서 평균 75.5~91.3%로 CODEX의 권장기준에 적합하였다.

## 참고문헌

1. Tanaka, H, Huriuchi, Y, Konishi, K : Determination of surfactants by use of acid phosphate. *Anal. Biochem.* 66:489~497, 1975.

2. Huber, JFK, Kolder, FFM, Miller, JM : Rapid separation and determination of nonionic surfactants of the polyethylene glycol-monoalkyl phenyl ether type by column liquid chromatography. *Anal. chemistry*, 44(1): 105~110, 1972.
3. Yamaoka, K, Nakajima, K., Moriyama, H : Determination of sodium dodecyl sulfate in hydrophilic ointment by thin-layer chromatography with flame ionization detection. *J. Pharm Sci.*, 75(6):606~607, 1986.
4. Taylor, CG, Waters, J : Radiometric determination of trace amounts of anionic surfactants in ground water and potable water. *Analyst*, 97: 533~541, 1972.
5. Hirai, Y, Koka, N, Hasegawa, T, Tomukuni, K : Dynamics of the anionic surfactants in river and creek water of Saga city. *Jpn. J. Hyg.*, 39:787~791, 1984.
6. Heinig, K, Vogt, C, Werner, G : Separation of anionic surfactants using aqueous and nonaqueous capillary electrophoresis. *J. Capillary Electrophor*, 3:261~270, 1996.
7. 김종택 : 수질오염공정시험방법해설, 신광출판사, 378~382, 1992.
8. 이희수, 이명현, 정갑수, 조병훈, 이광직, 이승환, 김정임, 김문배, 박종명, 조준형, 김옥경 : 메틸렌블루 비색법을 이용한 원유중 음이온 계면활성제의 분석. *한국수의공중보건학회지*, 25(4) :253~256, 2001.