

분광광도법에 의한 우유제품속의 과산화물가결정

최선애, 김동일, 황광진

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《우유제품의 가지수는 여러가지입니다. 우리는 우유가공기술을 높이고 여러가지 우유 가공품을 질적으로 만들어야 합니다.》(《김정일선집》 증보판 제21권 146페이지)

우유제품 및 식료품속의 과산화물가를 정확히 결정하는것은 어린이들을 비롯하여 사람들의 건강을 증진시키는데서 매우 중요하다.

최근에 암, 동맥경화증, 뇌혈전증을 비롯한 질병들을 발생시키고 노화를 촉진시키는 과산화지질과 유리라디칼의 생성과 위험성에 대하여 밝혀지면서 그것을 제거하기 위한 여러가지 항산화제들이 개발되고 측정방법이 연구되고있다.[1-4] 그러나 분광광도법으로 우유제품속의 과산화물가를 분석한 자료는 발표된것이 거의 없다.

우리는 클로로포름-메타놀매질에서 과산화물에 의한 철(III)티오시안산착체형성반응에 기초하여 우유제품속의 과산화물가를 분광광도법으로 정량하기 위한 연구를 하였다.

실험 방법

장치로는 자외-가시선분광광도계(《UV-2201》), 원심분리기(《Allegra X-12 Centrifuge》), 눈금이 새겨진 10mL 뷰렛, 마개달린 눈금시험관, 10mL 눈금플라스크, 분석천평을 리용하였다.

시약으로는 클로로포름-메타놀혼합용액(클로로포름과 메타놀을 체적비로 7 : 3으로 섞어 만든다.), 염화철(II)용액(0.35g의 $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 를 일정한 량의 증류수에 풀고 10mol/L 염산 2mL를 넣은 후 100mL 되게 증류수를 넣는다.), 30% 티오시안산암모늄용액, 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 염화철(III)표준용액(0.500 0g의 철가루 혹은 철선을 10mol/L 염산 50mL에 풀고 30% 과산화수소용액 1~2mL를 넣는다. 이것을 5min동안 끓이여 과산화수소를 없앤다. 방온도까지 식히고 500mL의 눈금플라스크에 용액을 넣은 다음 눈금까지 증류수를 넣는다. 이 용액 1mL를 100mL의 눈금플라스크에 넣고 눈금까지 클로로포름-메타놀혼합용액을 넣은 다음 흔들어 섞는다.), 0.2mol/L 염산용액을 리용하였다.

시험감 0.1~0.5g을 0.000 1g의 정확도로 달아서 갈아맞춘 마개가 있는 시험관에 넣고 9mL정도의 클로로포름-메타놀용액을 넣는다.

시험감이 폴리도록 흔들어준 다음 여기에 티오시안산암모늄용액 0.05mL와 염화철(II)용액 0.05mL를 넣고 클로로포름-메타놀용액으로 10mL 되게 희석한다.

5min후 염화철(II)용액을 넣지 않은 공백을 비교용액으로 하여 500nm의 파장에서 흡광도를 측정한다.

실험결과 및 해석

과산화물가의 결정 과산화물가는 무수우유지방 1kg속에 들어있는 산소의 물질량수 (mmol)로 정의한다.

시험관을 클로로포름-메타놀혼합용액으로 용해시킬 때 생기는 과산화물은 혼합용액에 첨가된 Fe(II)를 Fe(III)으로 산화시키며 한편 첨가된 티오시안산암모니움은 화학량론적으로 생긴 Fe(III)과 반응하여 500nm에서 최대흡수를 주는 붉은색의 Fe(III)티오시안산착화합물을 형성한다.

분광기로 이 착체의 흡광도를 측정하여 과산화물가를 결정한다.

$$\text{과산화물가} = \frac{m}{55.84 \cdot m_0}$$

여기서 m 은 Fe^{3+} 의 질량(μg), m_0 은 시험관의 질량(g), 55.84는 철의 원자량이다.

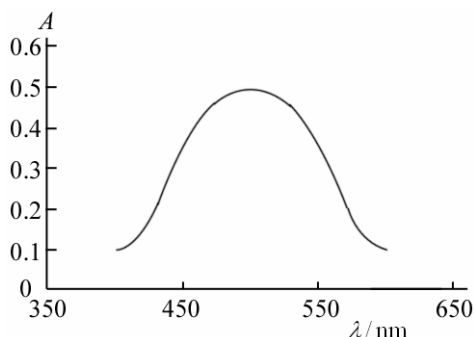


그림 1. 클로로포름-메타놀매질에서 Fe(III) 티오시안산착화물의 흡수스펙트르
Fe(III)의 량 $5\mu\text{g}$

클로로포름-메타놀매질에서 Fe(III)티오시안산착화물의 흡수스펙트르 클로로포름-메타놀매질에서 Fe(III)티오시안산착화물의 흡수스펙트르는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 클로로포름-메타놀매질에서 Fe(III)티오시안산착화합물의 흡수스펙트르는 490~510nm에서 최대흡수를 준다.

우리는 500nm를 측정파장으로 선정하였다.

착화합물의 형성에 미치는 산도의 영향 클로로포름-메타놀매질에서 착체형성반응을 진행시킬 때 염산의 농도를 변화시키면서 Fe(III)티오시안

산착화물을 형성시킨 다음 최대흡수파장에서 흡광도를 측정하였다.(그림 2)

그림 2에서 보는바와 같이 염산의 농도가 0.1mol/L로부터 0.8mol/L로 변할 때 흡광도변화는 매우 작다.

발색시약첨가량의 영향 클로로포름-메타놀매질에서 발색반응을 진행시킬 때 $5\mu\text{g}$ 의 Fe(III)에 대하여 30% 티오시안산암모니움의 첨가량을 0.01~0.1mL로 변화시키면서 흡광도를 측정한 결과 0.03mL이상에서는 착화합물의 흡광도값이 일정하였다. 따라서 우리는 발색시약첨가량을 0.05mL로 하였다.

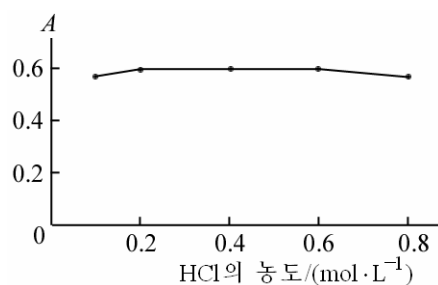


그림 2. 염산농도에 따르는 착화합물의 흡광도변화
Fe(III)의 량 $5\mu\text{g}$

착화합물의 안정성 클로로포름-메타놀매질에서 발색시약첨가량을 0.05mL로 하여 착화합물을 형성시키고 시간을 일정한 간격으로 유지하면서 착화합물의 흡광도를 측정한 결과 발색시약을 작용시킨 후 5min사이에 착화합물이 완전히 형성되며 30min동안 안정하게 존재하였다.

방해성분의 영향 과산화물가를 결정할 때 티오시안산착염을 형성하는 금속들과 철이온과 착화합물을 만드는 음이온들이 방해하는데 수은(II), 카드미움, 아연이온들의 방해작용은 티오시안산염을 과잉으로 넣어 없앨수 있으며 산성매질에서 철이온과 착화합물을 만드는 불소이온, 린산이온, 류산이온은 매질을 클로로포름-메타놀혼합용액으로 하여 없앨수 있다.

분석방법의 특성 및 대상물분석 우의 방법으로 표준염화철(III)용액을 리용하여 작성한 검량선의 선형구간은 $0.2 \sim 20 \mu\text{g/mL}$ 이며 검량선의 회귀방정식은 $A = 0.0237C_{\text{Fe}} + 0.017$, 상관계수는 0.9987이다.

방법의 상대표준편차(RSD)는 3.8%(철의 농도 $5.0 \mu\text{g/mL}$)이하이며 정량아래한계는 $0.008 \mu\text{g/mL}$ 이다.

애기젓가루와 소젓가루에 대한 과산화물가를 우의 실험방법대로 결정하고 체적분석법과 비교한 결과는 표와 같다.

표. 우유제품속의 과산화물가(mmol/kg)			
시료	구분	분광광도법	체적분석법
애기젓가루	평균	0.08	0.09
	표준편차	0.11	0.19
	상대표준편차	2.8	3.6
소젓가루	평균	0.25	0.29
	표준편차	0.21	0.51
	상대표준편차	3.4	4.5

표에서 보는바와 같이 두 방법의 정밀도와 정확도에서는 차이가 거의 없으며 변동계수는 4%이하이다.

맺는 말

분광광도법으로 우유제품속의 과산화물가를 결정하기 위한 최적조건은 측정파장 500nm, 발색시약의 첨가량 0.05mL, 반응시간 5min이며 우유제품속의 과산화물가를 상대표준편차 4%이하로 정량하였다.

참고 문헌

- [1] W. M. Loke et al.; Biochem. Pharmacol, **75**, 1045, 2008.
- [2] Francesco Caponio et al.; Journal of Oleo Science, **63**, 1125, 2014.
- [3] Malgorzata Tanska et al.; Journal of Oleo Science, **65**, 111, 2016.
- [4] Said Gharby et al.; Journal of Taibah University for Science, **10**, 01, 10, 2016.

Determination of Peroxide Value in Dairy Products by Spectrophotometry

Choe Son Ae, Kim Tong Il and Hwang Kwang Jin

The measurement conditions for determining the peroxide value in dairy products by spectrophotometry are as follows: the measurement wavelength is 500nm, the additive amount of colorant is 0.05mL and the reaction time is 5min.

We can determine the peroxide value in dairy products with the relative standard deviation lower than 4%.

Key words: spectrophotometry, peroxide value