

고성능액체크로마토그래프법에 의한 치약속의 사카린분석

리혁철, 리수련

사카린은 합성단맛감의 일종으로서 사탕의 약 500배의 단맛을 가지며 치약속에 단맛감으로 첨가되고있다.[1] 치약은 많은 유기 및 무기물질들을 포함하고있는것으로 하여 화학적방법으로 개별성분들을 분석하는것은 매우 어려우며 액체크로마토그래프를 비롯한 분리분석수단들이 그 분석에 리용되고있다.[2, 3]

우리는 사카린을 고성능액체크로마토그래프(HPLC)로 분리분석하기 위한 조건을 검토하고 각종 치약들에 대한 분석을 진행하였다.

실험 방법

장치로는 고성능액체크로마토그래프(《1220 Infinity II LC》), 자외가시선분광광도계(《UV-2201》), 항온수욕조(《DC-8006》), 초음파수욕조(《KM-410L》), 원심분리기(《Allegra X-12》)를, 시약으로는 사카린표준(>99%), 초산암모니움, 메타놀(크로마토그래프순), 초순수를 리용하였다.

치약 1g(0.1mg의 정확도)을 취하여 50mL의 비커에 넣고 여기에 증류수 5mL를 넣은 다음 유리막대기로 골고루 교반하고 15min동안 초음파추출을 진행한다. 다음 용액을 10mL를 취하여 시험관에 옮기고 실온까지 냉각한 다음 무수에타놀을 한방울 넣고 눈금까지 증류수를 채운다. 용액을 원심분리관에 넣고 6 000r/min에서 10min동안 원심분리한 다음 상등액을 0.45 μ m 러파기로 러파하여 시료병에 넣고 자동시료대에 설치한다. 고성능액체크로마토그래프의 이동상조성을 변화시키면서 사카린의 분리효과를 검토하여 대상물분석을 진행한다.

HPLC측정조건은 분리탑 C18(1.8 μ m, 2.1mm \times 150mm), 분리탑온도 30 $^{\circ}$ C, 이동상 메타놀+0.02mol/L 초산암모니움용액, 이동상류속 1mL/min, 시료주입량 10 μ L, 검출파장 230nm, 측정시간 15min이다.

실험결과 및 해석

사카린표준용액의 자외가시선흡수스펙트르 먼저 사카린의 최대흡수파장을 검토하기 위하여 자외가시선분광광도계를 리용하여 200~400nm에서 자외가시선흡수스펙트르를 측정하였다.(그림 1)

그림 1에서 보는바와 같이 사카린의 최대흡수파장은 230nm이므로 HPLC에서 검출파장을 230nm로 정하였다.

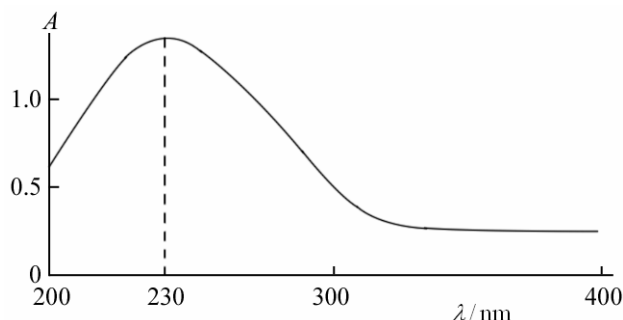


그림 1. 0.1mg/mL 사카린표준용액의 자외가시선흡수스펙트르

이동상선택 이동상을 메타놀, 초순수, 메타놀과 초순수의 혼합용액으로 변화시키면서 액체 크로마토그래프 측정을 진행한 결과 사카린이 잘 분리되지 않았다. 이로부터 메타놀에 이동상첨가제로서 초산암모늄용액을 첨가하여 분리조건을 검토한 결과 메타놀과 0.02mol/L 초산암모늄의 8 : 92혼합용액을 이동상으로 리용할 때 사카린이 정확히 분리된다는것을 확정하였다.

0.5mg/mL 사카린표준용액의 고성능액체 크로마토그램은 그림 2와 같다.

그림 2에서 보는바와 같이 우와 같은 측정조건에서 사카린이 정확히 분리되며 유지시간은 8.3min 정도이다.

초음파추출시간 치약을 증류수에 풀고 초음파수욕조(30℃)에서 각각 5, 10, 15, 20min 동안 초음파추출을 진행하여 최적추출시간을 확정하였다.(그림 3)

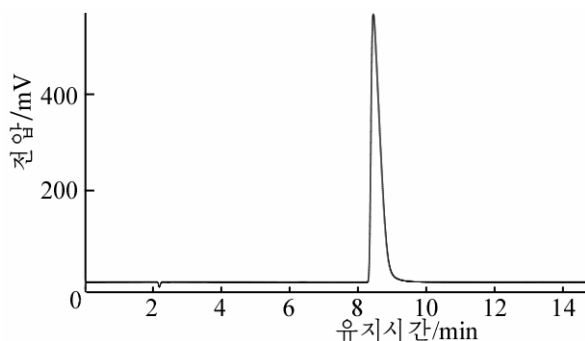


그림 2. 0.5mg/mL 사카린표준용액의 고성능액체 크로마토그램

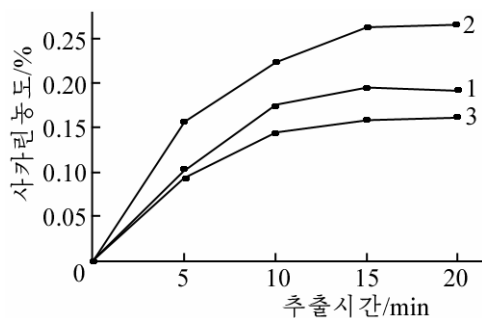


그림 3. 사카린추출에 미치는 초음파추출시간의 영향
1-치약 1, 2-치약 2, 3-치약 3

그림 3에서 보는바와 같이 15min 동안 초음파추출할 때 치약속의 사카린이 충분히 추출된다고 볼수 있다.

검량선 검량선은 0.5~3mg/mL에서 사카린의 표준계렬을 측정하여 작성하였다. 0.5~2.5mg/mL에서 사카린농도와 봉우리면적사이에는 선형관계가 성립하며 회귀방정식은 $y=3 \times 10^8 x + 9 \times 10^6$ 이고 상관결수는 0.999 9이다.

표준첨가법을 리용하여 회수률을 검토하였다. 사카린농도가 알려진 치약추출물 10mL에 적당한 량의 사카린을 첨가하고 분석을 진행한 결과 회수률은 99.1%이다.

대상물분석 우리 나라에서 생산되는 치약(치약 1)과 다른 나라에서 생산되는 치약(치약 2, 3)들을 대상으로 하여 사카린을 분석한 결과는 표와 같다.

표. 치약속에서의 사카린분석결과(%)

구분	치약 1	치약 2	치약 3
측정 값	0.187	0.257	0.153
	0.201	0.270	0.165
	0.198	0.262	0.163
	0.194	0.267	0.159
평균 값	0.195	0.264	0.160
표준편차	0.006 0	0.005 7	0.005 3
변동계수	3.10	2.16	3.31

맺 는 말

고성능액체 크로마토그래프법으로 치약에서 사카린을 분석하기 위한 방법을 확립하였다. 메타놀이 0.02mol/L 초산암모늄용액의 8 : 92 혼합용액을 이동상으로 리용할 때 사카린이 정확히 분리되었다. 0.5~2.5mg/mL에서 사카린농도와 봉우리면적사이에는 선형관계가 성립하며 이 방법의 회수율은 99.1%이다.

이 방법으로 각이한 치약속에서 사카린을 분석한 결과 변동계수는 3.31%이하였다.

참 고 문 헌

- [1] Thitima Kaosa-ard et al.; J. Food Ag-Ind., 5, 4, 270, 2012.
- [2] Swati Bhauso Patil et al.; J. Food Sci. Technol., 48, 6, 661, 2011.
- [3] Riin Rebane et al.; Journal of Chromatography, A 1390, 62, 2015.

주제108(2019)년 7월 5일 원고접수

Analysis of Saccharin in the Toothpaste by High Performance Liquid Chromatography

Ri Hyok Chol, Ri Su Ryon

We established the method to analyze saccharin in toothpaste by high performance liquid chromatography. Using mixture of methanol and 0.02mol/L ammonium acetate with the ratio of 8 : 92 as mobile phase, saccharin was separated exactly. In the range of 0.5~2.5mg/mL, the linear relationship between the concentration of saccharin and the peak area is formed and the recovery is 99.1%.

When we analyzed saccharin in various toothpastes by this method, the coefficient of variation is below 3.31%

Key words: saccharin, HPLC, toothpaste