

동시러기형광광도분석법에 의한 버짚우림물속의 살리칠산과 안식향산의 동시정량

윤정호, 조광원, 리덕환

살리칠산과 안식향산은 의학과 식료공업에서 해열, 살균제로 리용된다. 농업부문에서 살리칠산과 안식향산이 포함되어있는 버짚우림액은 생물농약으로 리용되고있다.[4]

살리칠산과 안식향산은 형광분석법[1], 미분분광광도법[5], 액체크로마토그래프법[2] 등으로 분석하고있는데 동시러기형광광도법으로 동시에 정량한 결과는 발표되지 않았다.

우리는 동시러기형광법[3, 6, 7]을 리용하여 버짚우림물속에서 살리칠산과 안식향산을 동시에 정량분석하기 위한 연구를 하였다.

실험 방법

기구로는 분광형광광도계(《RF-5000》), 석영큐베트(1cm)를, 시약으로는 살리칠산표준용액($10\mu\text{g/mL}$), 안식향산표준용액($10\mu\text{g/mL}$), 5mol/L 류산용액, 2차증류수를 리용하였다.

일정한 량의 살리칠산과 안식향산표준용액 또는 시료용액을 10mL 눈금플라스크에 넣고 5mol/L 류산용액 2mL를 첨가한 다음 증류수로 눈금까지 채운다.

용액의 동시러기형광스펙트르를 측정하여 살리칠산과 안식향산의 량을 결정한다.

실험결과 및 해석

수용액에서 살리칠산과 안식향산의 러기 및 형광스펙트르 수용액에서 측정한 살리칠산과 안식향산의 러기 및 형광스펙트르는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 살리칠산과 안식향산의 러기 및 형광스펙트르파장(미보정)은 각각 302, 304nm와 414, 404nm로서 큰 차이가 없다.

두 물질의 형광스펙트르는 심하게 겹치므로 보통의 방법으로는 두 물질을 동시에 분석할수 없다. 따라서 매질을 다르게 하여 살리칠산과 안식향산의 러기 및 형광스펙트르를 측정하였다.

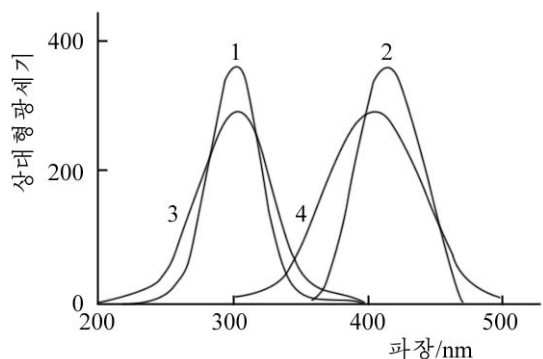


그림 1. 살리칠산과 안식향산의 러기 및 형광스펙트르(미보정)

1-살리칠산의 러기스펙트르, 2-살리칠산의 형광스펙트르, 3-안식향산의 러기스펙트르, 4-안식향산의 형광스펙트르

류산매질에서 살리칠산과 안식향산의 러기 및 형광스펙트르 여러가지 산매질에서 살리칠산과 안식향산의 러기 및 형광스펙트르를 측정 한 결과 파장변화가 나타나지 않았지만 류산매질에서는 변화가 나타났다.

류산매질에서 류산농도에 따르는 안식향산과 살리칠산의 러기 및 형광스펙트르는 표 1과 같다.

표 1. 류산농도에 따르는 안식향산과 살리칠산의 러기 및 형광스펙트르

류산농도 (mol · L ⁻¹)	안식향산			살리칠산		
	러기파장/nm	형광파장/nm	상대세기	러기파장/nm	형광파장/nm	상대세기
0	304	404	290	302	414	350
0.25	300	390	190	310	454	350
0.50	284	388	200	310	454	350
1.00	284	380	280	310	454	350
1.50	284	380	283	310	454	350
2.00	284	380	283	310	454	350

표 1에서 보는바와 같이 류산매질에서 살리칠산과 안식향산의 러기 및 형광파장은 차이 나며 류산농도 1.0~2.0mol/L에서 러기파장, 형광파장, 상대세기는 일정하였다.

그러나 안식향산의 형광스펙트르폭이 넓으므로 이러한 차이로는 두 물질을 보통의 형광분석법으로 동시에 분리분석하기 어렵다.

동시러기형광분석법에 의한 살리칠산과 안식향산의 분리 1mol/L 류산용액에서 러기파장과 형광파장의 차 $\Delta\lambda$ 를 변화시키면서 살리칠산과 안식향산혼합물의 동시러기형광스펙트르를 측정 한 결과는 그림 2와 같다.

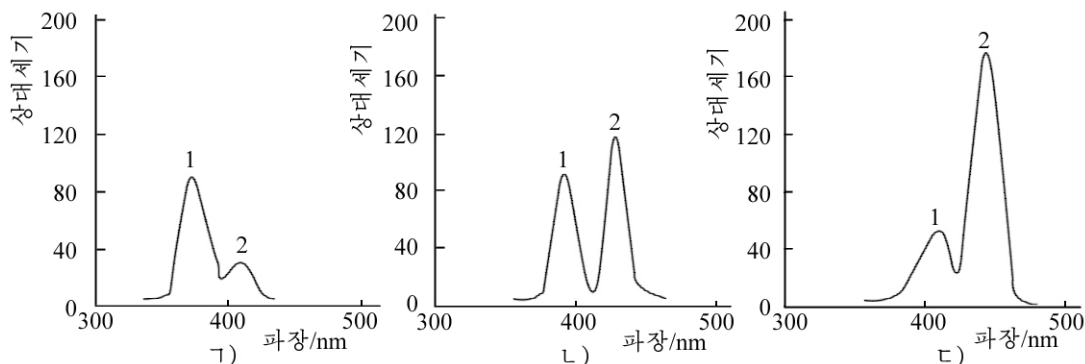


그림 2. 살리칠산(2)과 안식향산(1)혼합물의 동시러기형광스펙트르

㉠)-㉡)는 $\Delta\lambda$ 가 각각 90, 110, 130nm인 경우

그림 2에서 보는바와 같이 $\Delta\lambda$ 110nm에서 두 물질이 잘 분리되면서도 상대세기도 제일 크다. 따라서 살리칠산과 안식향산을 동시정량하기 위한 러기파장과 형광파장의 차를 110nm로 하였다.

$\Delta\lambda$ 110nm에서 동시러기형광스펙트르에서 살리칠산과 안식향산의 최대동시러기형광파장은 각각 428, 390nm이다.

공존성분의 영향 $1\mu\text{g/mL}$ 살리칠산과 안식향산을 동시정량할 때 $\pm 5\%$ 의 상대오차를 주는 공존성분들의 허용량을 첨가법으로 결정하였다.(표 2)

표 2. 공존성분들의 허용량

성분	허용량/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$
푸마르산	200
계피산	50
<i>p</i> -히드록시안식향산	15
트립토판	50
티로신	90
페닐알라닌	100

표 2에서 보는바와 같이 *p*-히드록시안식향산의 영향이 제일 크지만 버짚우림물에는 안식향산의 량보다 적으므로 방해영향을 무시할수 있다.

따라서 두 성분을 동시정량할 때 첨가법을 리용하면 방해성분들의 영향을 없앨수 있다.

버짚우림물에서 안식향산과 살리칠산의 동시정량 버짚우림물시료에서 안식향산과 살리칠산을 동시정량한 결과는 표 3과 같다. 이때 정량은 첨가법으로 하였다.

표 3. 버짚우림물속에서 안식향산과 살리칠산의 동시정량결과

동시러기형광법				UPLC법	
살리칠산	안식향산	살리칠산함량	안식향산함량	안식향산함량	안식향산함량
함량/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	변동결수/%	함량/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	변동결수/%	$/(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	$/(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$
920	3.15	121	4.18	926	118
126	3.78	15.4	4.74	129	14.9

분석결과는 5회 분석의 평균값

표 3에서 보는바와 같이 동시러기형광법으로 정량한 결과를 초고성능액체크로마토그라프법과 대비하였는데 95%의 믿음성을 가지고 정밀도와 정확도에서 차이가 없었다.

시료에 살리칠산과 안식향산을 첨가하고 회수률을 결정한 결과 각각 평균 99.2, 98.1%였다.

맺는말

1mol/L 류산용액, $\Delta\lambda$ 110nm에서 동시러기형광광도분석법으로 버짚우림물의 안식향산과 살리칠산을 4.74%이하의 변동결수와 98%이상의 회수률로 동시정량분석하였다.

참고문헌

- [1] 김일성종합대학학보(자연과학), 47, 5, 105, 주체90(2001).
- [2] 김일성종합대학학보(자연과학), 54, 7, 110, 주체97(2008).
- [3] 조광원; 화학전서 25 (분자분광분석), 김일성종합대학출판사, 304, 1996.
- [4] 리승춘; 과학의 세계, 5, 17, 주체101(2012).
- [5] 박정수 등; 분석, 3, 26, 1995.
- [6] J. Dasiva et al.; Analyst, 123, 2067, 1998.
- [7] T. Ruiz et al.; Talanta, 45, 969, 1998.

**Simultaneous Determination of Salicylic Acid and Benzoic Acid
in Rice Straw Exudates by Synchronous
Excitation Fluorometric Analysis**

Yun Jong Ho, Jo Kwang Won and Ri Tok Hwan

We established analytical conditions for simultaneous determination of salicylic acid and benzoic acid by synchronous excitation fluorometric analysis.

We could determinate salicylic acid and benzoic acid simultaneously by synchronous excitation fluorometric analysis in the conditions of 1~2mol/L sulfuric acid and $\Delta\lambda=110\text{nm}$.

Salicylic acid and benzoic acid in sample could be determined with variation coefficient of below 4.74% and recovery yield of above 98%.

Key words: synchronous excitation fluorometric analysis, salicylic acid, benzoic acid