

자외가시선분광광도법에 의한 약물속의 미량셀렌정량

최선애, 김동일, 림복남

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《과학을 연구하고 발전시키는 목적은 혁명과 건설에서 나서는 과학기술적문제들을 해결하여 나라의 부강발전과 인민의 유족한 물질문화생활을 보장하는데 있습니다.》

(《김정일선집》 증보판 제15권 489페이지)

셀렌은 여러가지 물질새로 생물체에 흡수 및 동화되어 생체내에서 과산화물들을 분해하고 그 발생을 억제함으로써 유리라디칼과 과산화물에 의하여 발생되거나 약화되는 심장혈관계통질병, 간장질병, 암, 염증들을 비롯한 여러가지 질병들과 로화방지, 어린이들의 성장발육에서 반드시 필요한 원소로 되고있다.

그러나 그 함량이 초과되면 부정적인 영향을 주므로 약물과 식료품을 비롯한 여러가지 대상시료속에서 셀렌의 함량을 정확히 결정하는것은 매우 중요한 문제로 나선다. 미량의 셀렌을 정량하는데 수소화물발생원자흡광법이 널리 리용되고있으며 고상추출법[2], 침전-공침법[1] 등과 같은 분리농축법이 감도높은 정량수단들과 함께 리용되고있다.

우리는 간편하고 설비원가가 낮으며 감도와 선택성이 높은 자외가시선분광광도법으로 여러가지 약물속의 미량의 셀렌을 정량하기 위한 연구를 하였다.

실험 방법

기구로는 자외가시선분광광도계(《UV-2201》), 마이크로파시료분해장치(《MD6C-6H》), 원심분리기(《Allegra-X-12 Centrifuge》), 분액깔때기를, 시약으로는 셀렌표준용액(100 μ g/mL), 1% *o*-페닐렌디아민용액(OPDA), 3% 과산화수소용액, 0.25mol/L EDTA용액, 질은질산, 질은염산, 0.1mol/L 염산, 톨루올, 2차증류수를 리용하였다.

일정한 량의 셀렌표준용액 또는 시료용액을 취하여 시험관에 넣고 pH가 1.5~2 되게 1mol/L 염산을 넣는다. 여기에 과산화수소 2~3방울, EDTA용액 1mL, OPDA용액 1mL를 넣고 증류수로 10mL 되게 맞춘 다음 1h동안 놓아두었다가(70℃의 물욕에서 5~30min) 10mL의 톨루올로 추출하고 추출액을 0.1mol/L 염산으로 씻은 다음 336nm에서 흡광도를 측정한다.

실험결과 및 해석

Se⁴⁺은 pH 1~2인 용액속에서 OPDA 및 그것의 유도체와 반응하여 톨루올 등에 추출되는 착화합물을 형성하는데 그것의 최대흡수파장은 336nm이다.

흡수스펙트럼 톨루올용매에 추출된 Se-OPDA착체의 흡수스펙트럼은 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 셀렌착체의 흡수스펙트럼은 334.0~338.0nm에서 최대흡수

를 준다. 따라서 우리는 336nm를 측정파장으로 선택하였다.

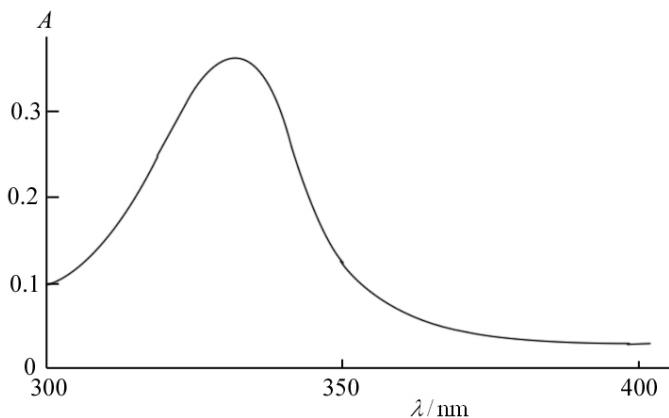


그림 1. Se-OPDA착체의 흡수스펙트럼(톨루올에서)
Se의 농도 $3\mu\text{g/mL}$

pH의 영향 Se-OPDA착체형성에 미치는 pH의 영향은 그림 2와 같다.

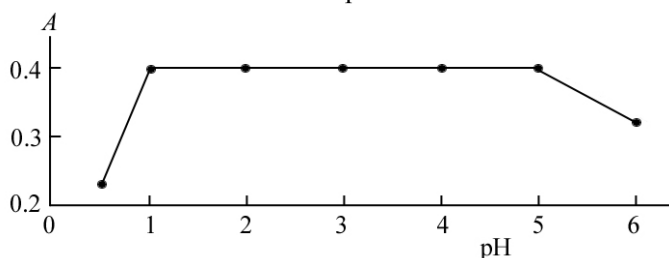


그림 2. Se-OPDA착체형성에 미치는 pH의 영향
Se의 농도 $3\mu\text{g/mL}$

그림 2에서 보는바와 같이 흡광도는 pH 1~5에서 일정하다. 실험에서는 pH 1~5로 보장하였다.

OPDA시약첨가량의 영향 $3\mu\text{g/mL}$ 의 셀렌표준용액에 대하여 1% OPDA의 첨가량을 변화시키면서 셀렌착체의 흡광도를 측정한 결과는 그림 3과 같다.

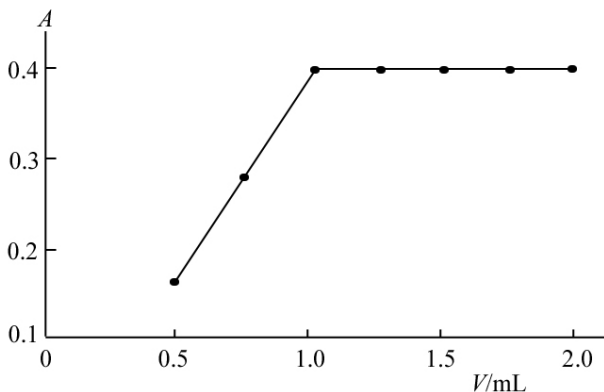


그림 3. OPDA의 첨가량에 따르는 셀렌착체의 흡광도변화

그림 3에서 보는바와 같이 1% OPDA용액의 첨가량 0.8mL 이상에서 흡광도변화가 없다. 따라서 1% OPDA의 첨가량을 1mL로 하였다.

온도와 시간의 영향 각이한 온도에서 시간에 따르는 셀렌착체의 흡광도변화는 그림 4와 같다.

그림 4에서 보는바와 같이 셀렌착체형성 반응은 70°C에서 10min, 40°C에서 40min, 25°C에서 60min이상 지나야 완성된다는것을 알수 있다. 따라서 반응시간을 방온도(20~30°C)에서 1h로 하였다.

방해성분의 영향검토 일반적으로 약품시료와 식료품시료속에 들어있는 금속원소들이 셀렌정량에 미치는 영향을 검토하기 위하여 셀렌표준용액에 여러가지 금속이온을 일정한 량씩 첨가하고 첨가하지 않았을 때의 흡광도와 비교하였다.

결과 20 μ g정도의 셀렌을 정량할 때 $\pm 5\%$ 오차범위내에서 Ba²⁺, Ca²⁺, Mn²⁺들은 500mg; Al³⁺, Ni²⁺, Cd²⁺, Co²⁺들은 200mg; As⁵⁺, Te⁴⁺들은 10mg; 용액속에 EDTA가 들어있는 경우 Cu²⁺, Fe³⁺들은 50mg; W⁶⁺, Mo⁶⁺들은 10mg 있어도 셀렌정량에 영향을 주지 않았다. 한편 0.1mol/L 염산으로 추출액을 씻으면 Cu²⁺은 10mg, V⁴⁺은 5mg 첨가해도 영향을 주지 않았다.

검량선의 선형범위 확립한 셀렌정량방법의 검량선선형구간은 0.2~25 μ g/mL, 검량선의 회귀방정식은 $A = 0.037 \ 2C + 0.016$, 회귀결수는 0.997 9이다. 방법의 상대표준편차(%)는 5.8%(셀렌농도 3 μ g/mL, n=5)이며 정량아래한계는 0.02 μ g/mL이다.

대상물분석 스피셀교잡알약, 비타셀을 비롯한 셀렌약품속에는 비교적 많은 량의 유기물질이 포함되어있으므로 쉽게 분해되지 않는다. 우리는 시료분해능력이 세고 특히 난용성시료와 생물시료인 경우 분해시간이 짧으며 시료분해과정에 오염이 적고 측정원소의 손실이 없는것으로 하여 시료전처리에 널리 리용되고있는 마이크로파시료분해방법으로 약품속의 셀렌을 정량하기 위한 가장 합리적인 마이크로파시료분해조건을 찾고(표 1) 자외가시선분광광도법으로 셀렌을 정량하였다.(표 2)

표 1. 마이크로파시료분해조건

시료량/g	질산의 량/mL	단계	온도/°C	유지시간/min	회수률/%
0.1~0.5	4~6	1	80	3	99.98
		2	120	5	
		3	180	4	

표 2. 약품시료에서 셀렌의 정량결과

시 료	자외가시선분광광도법			수소화물발생원자흡광법		
	셀렌의 량/ μ g	표준편차	변동결수/%	셀렌의 량/ μ g	표준편차	변동결수/%
스피셀교잡알약	15.99	0.43	2.69	16.03	0.28	1.75
비타셀교잡알약	10.89	0.36	3.31	11.02	0.35	3.18

표 2에서 보는바와 같이 두 방법의 정밀도와 정확도에서는 차이가 거의 없으며 변동결수는 3.31%이하이다.

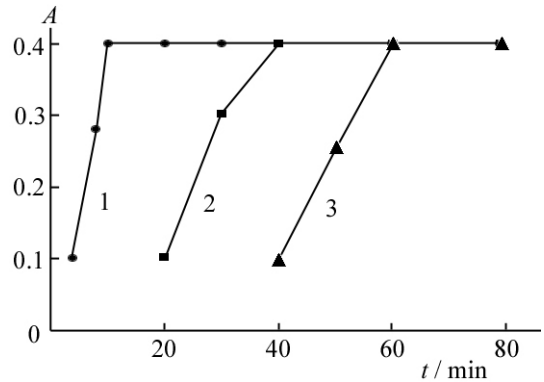


그림 4. 시간에 따르는 셀렌착체의 흡광도변화
1-3은 온도가 각각 70, 40, 25°C인 경우
Se의 농도 3 μ g/mL

맺 는 말

자외가시선분광광도법으로 미량의 셀렌을 정량하기 위한 측정조건을 검토하여 최적 분석조건을 밝혔으며 약품시료속에 존재하는 셀렌을 정량하기 위한 분석방법을 확립하였다.

측정파장 336nm, pH 1~5, OPDA의 량 1mL, 방치시간 1h(방온도에서)의 조건을 보장할 때 약품속에 들어있는 미량의 셀렌을 변동결수 3.31%이하로 정량할수 있다.

참 고 문 헌

- [1] C. M. Gonzalez et al.; J. Microchem., 324, 96, 2010.
- [2] An Myong Il et al.; Talanta, 95, 31, 2012.

주체107(2018)년 1월 5일 원고접수

Determination of the Trace Selenium in Drugs by UV-Vis Spectrophotometry

Choe Son Ae, Kim Tong Il and Rim Pok Nam

The optimum analytical condition for determination of trace selenium was illuminated by UV-Vis spectrophotometry and the analysis method to quantify the trace selenium in drugs with the variation coefficient lower than 3.31% was established.

Key words: UV-Vis spectrophotometry, selenium, drugs