

Amberlite IRC-50 에 의한 Alkaloid 의 微量檢出法

金根泳 · 李允中 · 孫允子*

(Received November 15, 1966)

Keun Young KIM, Yoon Joong LEE and Yun Ja SOHN:
The microdetection of alkaloids with amberlite IRC-50

Cation exchange resin particles amberlite IRC-50) were used as a medium for a identic test of alkaloids with dragendorff reagent. The procedures were as follows; A few particles of amberlite IRC-50 were added to the small portion of sample solutions on a spot plate or in a test tube. After 20 minutes-an hour, a drop of dragendorff reagent were added to particles of resin that were adsorbed. When alkaloid was present, the original color of the resin particles changed instantly to red or reddish orange depending on the amount and kind of alkaloid, while in the absence of alkaloid the original color of the resin particles changed light yellow. These methods were more sensitive than the ordinary spot test or paper spot test for alkaloid. The limits of identifications of nine alkaloids were tested by these methods and compared with the paper spot test method.

spot test 는 Feigl¹⁾에 依해서 創始되어 微量의 物質을 spot plate 上에서 또는 濾紙를 擔體로 使用하여 特異的, 選擇的이면서 銳敏한 簡易定性反應으로서 確立된 것은 周知의 事實이나 最近에는 Ion 交換樹脂를 呈色擔體로서 使用하는 樹脂 spot test²⁾도 利用되고 있다.

1954年 Kakihana, Murase²⁾, Fujimoto³⁾ 等이 Ge^{+4} , Co^{+2} 의 檢出에 微量定性分析法으로서 開始한 Ion 交換樹脂 spot test 는 종래의 spot test 에 比較하여 檢出感도가 優秀하다는 점에 多數의 無機 Ion⁴⁾ 及 有機化合物⁵⁾의 微量檢出이 行하여지고 있다.

今般 著者는 Ion 交換樹脂를 使用하여 最適條件下의 alkaloid 溶液中에 吸着시킨 樹脂를 擔體로서 呈色시키면 從前의 spot test 보다 더욱 稀薄한 濃度の 溶液에서도 檢出이 可能할것이라는 점에 着眼하여 Ion 交換樹脂로서 amberlite IR-120 과 amberlite IRC-50 을, 發色試藥으로는 Meyer 試液, Wagner 試液, Dragendorff 試液, 鹽化白金試液, 鹽化第二水銀試液, Fröde 試液을 使用하여 atropine 水溶液(20 μ g/0.01 ml)에 대하여 試驗해본 결과 樹脂로서는 amberlite IRC-50 이 色을 明確하게 判斷할수 있었으며 發色試藥은 Dragendorff 試液이 가장 明確히 區別되었다.

* College of pharmacy, Sung Kyun Kwan University, Seoul, Korea.

各種 alkaloid 의 檢出限界——9 種의 alkaloid 檢液에 대해서 樹脂 spot test 에 依한 alkaloid 類의 檢出法에 따라 檢出限界를 檢討한 結果는 Table III 와 같다.

Table III. Limit of identification of alkaloids (μg)

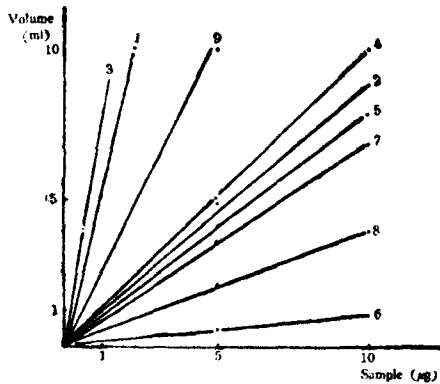
alkaloid	resin spot test		paper spot test	
	limit of identification	dilution limit	limit of identification	dilution limit
Strychnine	0.04	1 : 5×10^4	0.05	1 : 10^4
Brucine	0.07	: 2.9×10^4	0.1	: 5×10^3
Quinine	0.02	: 5×10^4	0.02	: 2.5×10^4
Quinidine	0.02	: 2.5×10^4	0.2	: 2.5×10^3
Atropine	0.1	: 10^4	0.1	: 5×10^2
Scopolamine	0.4	: 2.5×10^3	0.4	: 1.2×10^3
Pilocarpine	0.07	: 2.9×10^4	0.1	: 5×10^3
Yohimbine	0.09	: 5.6×10^3	0.2	: 2.5×10^3
Nicotine	0.02	: 2.5×10^4	0.02	: 2.5×10^4

Table III 에서 알수있는 것과 같이 濾紙 spot test 에서의 檢出限界에 比較하여 quinidine 은 10 倍의 銳敏한 檢出感度を 보이고 있으며 strychnine, brucine, pilocarpine, yohimbine 은 濾紙 spot test 보다 좋았고 atropine, scopolamine, nicotine 은 같은 정도이었다. 그러나 같은 정도의 檢出限界에 있어서도 稀釋限度는 濾紙 spot test 보다 훨씬 큰것을 알수있다.

極히 稀薄한 溶液中の alkaloid 檢出——檢出操作은 대체로 上記 檢出法에 準하였으나 容量이 增加할 경우에는 共栓試驗管을 使用하였으며 檢液中の alkaloid 吸着時間에 대해서는 吸着力이 強한 strychnine 및 吸着力이 弱한 scopolamine 에 대하여 檢出限界濃度에서의 吸着時間을 30 分, 1, 2, 5, 24 時間으로 하여 檢討하여 본 결과 20 分의 吸着時間으로는 檢出이 不可能하였으나 대체로 1 時間 以上 放置한것은 良好한 呈色結果를 관찰할수 있었으므로 本 實驗에서는 吸着時間은 一時間으로 定하였다.

即 共栓試驗管에 濾紙 spot test 또는 樹脂 spot test 로서는 濃縮 기타 前處理없이는 檢出이 不可能한 極히 稀薄한 溶液 少量(5 ml 정도)을 취하고 HAc buffer 溶液으로 pH 를 4 로 調節한다음 amberlite IRC-50 2-5 粒을 加하고 1 時間程度 흔들어서 放置한후 樹脂粒을 꺼내어 滴板上에서 Dragendorff 試液에 投入, 樹脂粒의 呈色相을 空試驗 樹脂粒의 呈色相과 比較 觀察한다.

Fig. 1. Limit concentration of identification by the microdetection of alkaloids in the dilute soln.



1 Strychnine 1, 5, 10 μg 에 대하여 溶媒의 容量을 0.005 ml 부터 10 ml 까지 점차 增量하면서 각 alkaloid 의 檢出限界 濃度를 檢討한 結果를 Fig. 1 에 表示하였다.

2 Brucine
3 Quinine
4 Quinidine
5 Atropine
6 Scopolamine
7 Pilocarpine
8 Yohimbine
9 Nicotine

Fig. 1 에서 알수있는 바와같이 각 alkaloid 의 檢出限界 濃度 이상의 高濃度溶液에 대해서는 0.5~10 ml 범위내에서 임의의 容量을 취하여도 檢出이 可能하다.

Fig. 1 에서 나타난 각 alkaloid 의 檢出限界

濃도를 濾紙 spot test에서의 檢出限界 濃도와 比較하여 몇배 稀薄한 溶液에서도 檢出이 可能한가를 換算하여 그倍數를 Table IV에 表示하였다.

Table IV The ratio between a* and b*

alkaloid	a μg/ml	b μg/ml	◎
Strychnine	0.05/0.005	2/10	50
Brucine	0.1/0.005	10/9	18
Quinine	0.02/0.005	1/8	32
Quinidine	0.2/0.005	10/10	40
Atropine	0.1/0.005	10/8	16
Scopolamine	0.4/0.005	10/1	8
Pilocarpine	0.1/0.005	10/7	14
Yohimbine	0.2/0.005	10/4	16
Nicotine	0.02/0.005	5/10	8

* a: limit concentration of identification by paper spot test method.

* b: limit concentration of identification by the microdetection of alkaloids in the very dilute solution.

◎: The ratio between a and b in the range were tested.

Table IV에서 알수있는 것과같이 實驗에 使用한 대부분의 alkaloid가 濾紙 spot test 보다는 훨씬 稀薄한 溶液에서도 檢出이 可能함을 알수 있다.

考察 및 結論

amberlite IRC-50을 棕色擔體로 하고 Dragendorff 試液을 發色試藥으로 하여 樹脂 spot test에 의한 alkaloid 類의 微量檢出法을 檢討하였다. 한편 一般的인 spot test 及 濾紙 spot test는 물론 樹脂 spot test에 의해서도 濃縮 또는 기타 前處理 없이는 alkaloid의 檢出이 不可能한 극히 稀薄한 溶液中の alkaloid의 微量檢出法을 檢討하여 다음과 같은 좋은 結果를 얻었다.

即 樹脂 spot test에 의한 檢出限界는 濾紙 spot test에서의 檢出限界와 比較하여 alkaloid 種類에 따라 檢出感도가 상당히 銳敏하거나 같은정도 또는 약간 우수함을 알수 있었다.

極히 稀薄한 溶液中の alkaloid 檢出에 있어서는 樹脂의 吸着力을 利用하여 극히 稀薄한 溶液中の 極微量의 alkaloid를 檢出할때 濃縮 또는 기타 處理대신 直接 檢液에 樹脂粒을 投入하면 可能함을 알았다. alkaloid가 高濃度일수록 檢出이 容易하며 吸着時間은 長時間일수록 銳敏도와 呈色도가 增加되었다. 濾紙 spot test에서의 檢出限界濃도와 基本實驗의 結果를 比較하면 alkaloid 種類에 따라 50배까지 稀薄한 溶液에서도 檢出이 可能하였다.

本實驗에 使用한 樹脂의 再現性은 良好하였다.

REFERECES

1. F. Feigl, spot test in organic analysis 6 th, Ed.,(1960) (Elsevier, Amsterdam).
2. 垣花秀武, 村瀬武男, 日化. **75**, 907(1954).
3. M. Fujimoto, *Bull. Chem. Soc. Japan* **27**, 48(1954).
4. 加藤清, 垣花秀武; 日化, **83**, 574(1962), **86**, 522(1965).
5. 辻章夫, 日化. **81**, 1090(1960); **83**, 1203(1962).