

Isonicotinic Acid Hydrazide Sodium Methane Sulfonate의 分光光度定量法(第1報)

朴榮柱, 李丙贊, 徐廷珍, 金善女

柳韓洋行·研究部

Spectrophotometric Determination of Isonicotinic Acid Hydrazide Sodium Methane Sulfonate

Yongng Ju Park, Bung Chan Lee, Jngng Jin Suh
and Sun Nyu Kim*

(Received Feb. 18, 1972)

Spectrophotometric determination of isonicotinic acid hydrazide sodium methane sulfonate was examined and a new method has been established.

Isonicotinic acid hydrazide sodium methane sulfonate reacts with acetylacetone solution (NASH Reagent) to produce a yellow dye, which exhibits absorption maximum at about 412 m μ .

Limits of measurement of isonicotinic acid hydrazide sodium methane sulfonate was 20-100 μ g/ml.

By this method isonicotinic acid hydrazide methane sulfonate can be determined in the presence of isonicotinic acid hydrazide.

緒 論

抗結核藥인 isonicotinic acid hydrazide 誘導體로 近來 많이 使用하고 있는 isonicotinic acid hydrazide sodium methane sulfonate의 定量法으로서는 브롬滴定 및 요오드滴定法²⁾, 브롬산칼륨法 및 요오드산칼륨法¹⁻²⁾, 非水滴定法²⁾, 紫外線分光光度法²⁾, 有機試藥 Lumog-

* Dept. of Research, Yuhan Corporation. Seoul, Korea.

allion에 의한 분광光度法³⁻¹⁰⁾, Cyanogen Bromide 法⁴⁾, 요오드로 酸化후 BaSO₄ 重量法²⁾이 報告되어있다.

著者は T. NASH⁵⁻⁹⁾에 의하여 formaldehyde의 定量試藥으로 使用한 acetyl acetone이 isonicotinic acid hydrazone sodium methane sulfonate와 反應하여 生成하는 黃色色素를 분광光度法으로 定量하는 方法을 檢討하여 比較的 良好한 結果를 얻었기에 이에 報告코저 한다.

實 驗

1. 試藥 및 裝置

- (1) Isonicotinic acid hydrazone sodium methane sulfonate (JP)
- (2) Ammonium acetate (石津製藥)
- (3) Acetic acid, glacial (材純藥工)
- (4) Acetyl acetone (E, Merck)
- (5) Acetyl acetone solution

Ammonium acetate 150g, acetic acid 3ml, acetyl acetone 2ml에 물을 加하여 溶解하여 500ml로 한다.

- (6) Beckman Du Spectrophotometer

2. 定量法

試料溶液 (Isonicotinic acid hydrazone sodium methane sulfonate 50 μ g/ml) 1ml를 共栓試管에 取하고 여기에 acetyl acetone solution 4ml를 加하여 60°水浴中에서 40分間 加温한다. 冷後 412m μ 에서 吸光度를 測定한다. 따로 試料溶液대신 물로 空試驗하여 對照液으로 한다.

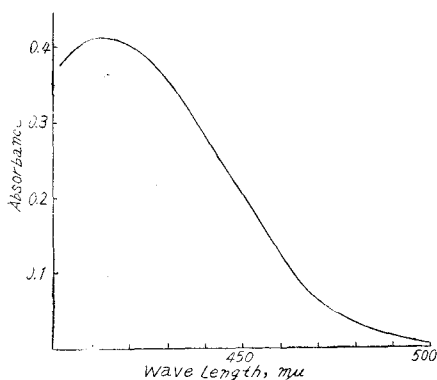


Fig. 1. Absorption spectra of the colored solution obtained from isonicotinic acid hydrazone sodium methane sulfonate

2. 吸收曲線

Isonicotinic acid hydrazone sodium methane sulfonate 溶液(80 μ g/ml) 1ml를 取하여 定量法에 따라 吸光度를 各波長에 따라 測定해본 結果 Fig. 1. 과 같이 約 412m μ 에서 極大吸收를 나타내었다.

實驗結果 및 考察

1. 反應溫度 및 反應時間과 吸光度의 關係

Isonicotinic acid hydrazone sodium methane

sulfonate 溶液($80\mu\text{g}/\text{ml}$) 1ml 를 取하여 acetyl acetone solution 4ml 씩을 加하고 50° , 60° , 70° 의 水溶液中에서 10分, 20分, …… 60分間 加温하고 冷後 $412\text{m}\mu$ 에서 吸光度를 測定한 結果는 Fig. 2. 와 같다.

50° 에서는 一定한 吸光度가 되는데 長時間이 要하고, 70° 에서는 時間經過에 따라 吸光度가 低下되었다. 이것은 反應生成體의 一部가 分解되는 것으로 생각된다. 60° 에서는 30分에서 一定하게 되어 60分까지 變化가 없었다. 그러므로 反應條件은 30° 에서 40° 으로 決定하였다. (Fig. 2.)

2. 試藥量과 吸光度의 關係

Isonicotinic acid hydrazide sodium methane sulfonate 溶液 ($160\mu\text{g}$ 含有)을 取하여 acetyl acetone solution 1ml , 3ml , 5ml , 7ml , 9ml 씩을 加하고(全量은 10ml 로 한다) 定量法에 따라 操作하여 各各의 吸光度를 測定한 結果는 Fig. 3. 과 같이 5ml 以後에 最高에 달하여 試藥의 增加에 依하여 吸光度는 거의 一定值를 維持하였다.

그러므로 試藥量은 8ml 로 하였다. (反應液全量 5ml 로하여 定量法에서는 4ml 로 하였다)

3. 呈色物의 安全性

Isonicotinic acid hydrazide sodium methane sulfonate 溶液 ($80\mu\text{g}/\text{ml}$) 1ml 를 取하여 定量法에 따라 操作하고 冷後 時間 經過에 따라 吸光度를 測定한 結果 Fig. 4. 와 같이 약간의 감소는 있으나 60分까지 큰 變化가 없었다.

4. 檢量線

以上の 여러가지 條件을 檢討한 結果로부터 얻은 最適條件下에서 isonicotinic acid hydrazide sodium methane sulfonate 溶液($20\mu\text{g}\sim 100\mu\text{g}/\text{ml}$) 1ml 를 取하여 定量法에 따라 試

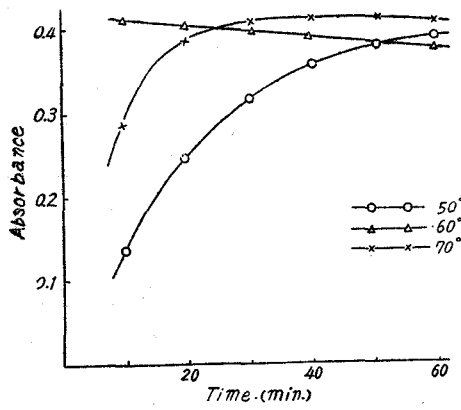


Fig. 2. Effect of reaction time with acetylacetone solution

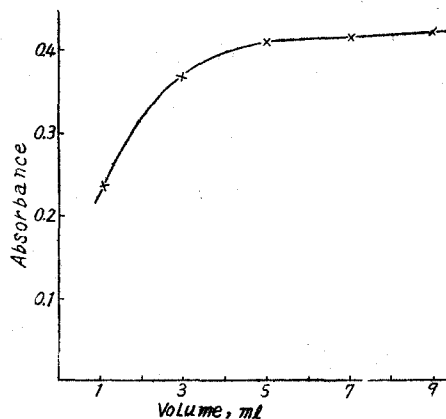


Fig. 3. Effect of amount of acetylacetone

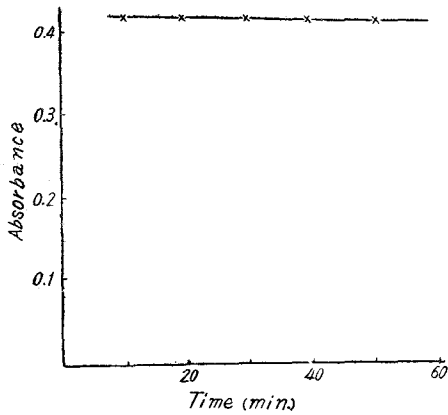


Fig. 4. Stability of the colored solution

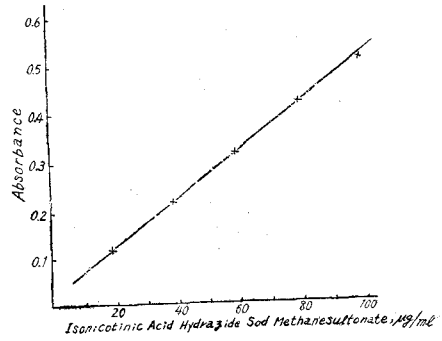


Fig. 5. Calibration curve of IHMS(Sod.)

Table 1. Influence of foreign substances

Components	Coexist-ing ratio	Fonnd (%)
Isonicotinic acid Hydrazide	1 : 1	100.4
PAS-Ca	1 : 20	98.9
Starch	1 : 1	100.4
Talc	1 : 1	99.8
Sucrose	1 : 1	100.0
Mg Stearate	1 : 1	99.8
Stearic acid	1 : 1	99.4

驗한 結果는 Fig. 5. 에서 보는 바와같이 beer 의 法則이 適用된다

5. 其存物質에 對한 影響

Isonicotinic acid hydrazide sodium methane sulfonate에 여러가지 物質이 共存할때 影響을 檢討하였던바 Table 1. 과 같다.

Isonicotinic acid hydrazide 등의 共存物 質에서 거의 妨害가 되지 않았다.

結 論

以上の 實驗結果 acetyl acetone에 依한 isonicotinic acid hydrazide sodium methane sulfonate의 定量은 本法을 利用하여 試料濃度 20~100µg/ml의 範圍에서 比較的 迅速, 簡便하게 測定할수 있었으나 製劑中 應用可能性에 對하여는 계속하여 檢討하고자 한다.

文 獻

- 1) 坂口武 : 藥局 **12**, 687 (1961)
- 2) 金壽億 : 保健獎學會研究論文集 **1**, 181-185(1967)
- 3) 張日武 : 서울大學校大學院석사학위論文
- 4) 掛見喜一郎 : 藥誌 **91**, 95(1971)
- 5) NASH: *Biochem, J.* **55**, 416(1953)
- 6) Association of Official Analytical Chemists **11**, *Edition*(1970)
- 7) 日本衛生試驗法注解(1965)
- 8) 坂口武 : 藥品分析化學(1969)
- 9) 日本藥局方 **VIII**(1971)
- 10) 加藤征將 : 藥誌 **88**, 393(1968)