생 약 학 회 지
Kor. J. Pharmacog.
12(4):102~105(1982)

시판 웅담의 미량금속 정량에 관한 연구

이숙연 · 유봉신 · 문혜령 · 김성경
숙명여자대학교 약학대학

Determination of Trace Metals in *Fel Ursi*

Sook-Yun Lee, Bong-Shin Yu, Hye-Ryoung Mun and Sung-Kyung Kim
College of Pharmacy, Sookmyong Women's University

Nine trace elements in Bear Galls(*Fel Ursi*) studied in this paper are Na, Mg, K, Ca, Cu, Zn, Fe, Pb and Ge. The contents of Na, Mg, K, Ca, Cu, Zn, Fe, Pb are determined by atomic absorption spectrometry and Ge is determined by graphite atomic absorption spectrometry. In both methods, the sample is digested with nitric-perchloric acid and then ashed.

The results of analysis are shown in table and the result obtained from this study are as follows.

a. The highest content of trace element of Bear Gall is Na and other elements are getting lower in order of K, Mg, Ca, Ge, Zn, Fe, Cu, and Pb.
b. Particularly the content of Ge in Bear Gall was determined.

서 론

웅담(熊膽)은 포유류(*Mammalia*) 곰과(*Ursidae*)에 속하는 곰류의 쓸개를 말린것으로 간질환, 소화기계 이상, 피부질환, 임신중독의 치료에 특효가 있는 것으로 알려져 왔다.

웅담의 고유성분인 ursodesoxycholic acid, chenodesoxycholic acid, cholic acid 등에 대한 Shoda[1] 및 Tawasaki등[2]의 연구와 黑住 등[3]의 가스크로마토그라피에 의한 웅담의 확인시험법은 보고된 바 있다.

최근 미량금속이 생체의 생리활성에 크게 관여 한다는 보문[4]이 있어 관심이 높아지게 되었다. 저자들은 국내시판 웅담의 미량 금속정량에 관한 연구가 보고된 바 없어 시료를 산으로 습식분해하여 Flame method로 Na, Ca, Zn, K, Na, Fe, Cu 및 Pb를 정량하였고 Ge는 Graphite method로 정량하여 보고하고자 한다.

실 험

가) 실험재료

서울시내 건재약국에서 판매되고 있는 웅담(熊膽)을 1981년 8월 구입하여 시료로 하였다.

나) 측정장치

1) 원자흡광광도계 : Rank Hilger HI 550
2) 광원 : 중공음극램프(Hilger & Watts)
3) 흑연로 : L′ VOV(Hilger & Watts)

다) 시약 및 기구

1) 시약 : Nitric acid, perchloric acid, lanthanium chloride는 Wako제, 기타 시약들은 E. Merck제, 물은 탈이온수를 사용하였다. 보존용 표준액중 Ge표준액은 Spex industries Inc.제

Table I. Standard solutions and calibration range.

Metal	Compound	Solvent	Calibration range (ppm)
Ca	$CaCO_3$	1N-HCl	1.0~8.0
Cu	$CuCl_2$	0.1N-HCl	0.5~4.0
Fe	$FeCl_3$	0.1N-HCl	1.0~8.0
Pb	$Pb(NO_3)_2$	1N-HCl	0.5~4.0
Mg	$MgCl_2$	0.02N-HCl	0.5~2.0
K	KCl	0.02N-HCl	0.5~4.0
Na	NaCl	0.02N-HCl	1.0~5.0
Zn	$Zn(NO_3)_2$	1N-HCl	0.5~4.0
Ge	GeO_2	$HF:HNO_3:HClO_4$ (1:2:1) in H_2O	2.0~8.0

GeO_2 순품 2.8800g을 정밀히 달아 HF 5ml HNO_3 10ml 및 $HClO_4$ 5ml을 가하여 완전히 녹이고 탈이온수를 가하여 1000ml(2000μg/ml)로 했고 Ca, K, Na, Mg, Fe, Cu, 및 Pb Zn은 원자흡광 분석용시약 금속표준액(Wako)을 사용하였다(Table I).

2) 기구의 세척 : 유리기구는 $HNO_3:HClO_4$(2:1)을 가하여 가열하고 상수와 탈이온수로 세척했고 polyethylene 용기는 $HF:HNO_3:HClO_4$ (1:2:1)에 넣어 24시간 방치한 다음 상수와 탈이온수로 세척하였다.

라) 실험방법

1) 시료의 전처리 : 웅담을 항량이 될때까지 진공건조기 중에서 건조 시킨후 분쇄 혼화한 것 100mg을 정밀히 달아 25ml Kjeldahl flask에서 C-HNO_3 2ml와 $HClO_4$ 1ml를 가하고 서서히 가열하여 분해시킨후 냉각하여 탈이온수를 가하여 전량이 20ml가 되게하여 polyethylene병에 넣어 보존한 것을 검액 A로 하였고, 또한 시료 465mg을 정밀하게 달아 C-HNO_3 6ml와 $HClO_4$ 2.5ml를 가하여 분해시킨후 탈이온수를 가하여 전량이 25ml가 되게 한 것을 polyethylene병에 넣어 보존한 것을 검액 B로 하였다.

한편 시료 100mg을 정밀히 달아 C-HNO_3 2ml와 H_2SO_4 1ml을 가하고 검액 A와 같은 방법으로 분해하여 20ml로 하여 polyethylene병에 보존한 것을 검액 C, 시료 465mg을 정밀히 달아 C-HNO_3 6ml와 $HClO_4$ 2.5ml를 가하여 분해시킨후 25ml가 되게 한 것을 polyethylene병에 보존하여 검액 D를 만들었다.

2) 측정방법 : Mg는 검액 A 2ml을 취해 10% $LaCl_3$ 10μl를 가하고 탈이온수를 넣어 전량 10ml로 한 것을, K는 검액 A 1ml을 취해 탈이온수로 전량 25ml로 한 것을, Na는 검액 A 1ml을 취해 탈이온수를 가해 전량 100ml로 한 것을, Ca는 검액 A 2ml을 취해 10% $LaCl_3$ 40μl을 가해 전량 10ml로 한 것을, Zn은 검액 A 5ml를 취해 탈이온수로 전량 10ml로 희석 한 것을 시료로 썼으며 Pb, Cu, 및 Fe는 검액 B를 희

Table II. Analytic conditions of flame atomic absorption spectrometry.

Metal	Ca	Mg	Zn	K	Na	Pb	Cu	Fe
Wave length (nm)	422.7	285.2	213.9	766.5	589.5	217.0	324.8	248.3
Slit width (μm)	50	30	70	60	100	30	30	60
Lamp current (mA)	5	4	4	4	7	8	6	10
Burner height (mm)	1	4	4	2	5	4	4	3
Fuel flow (cm)	2.1	2.4	2.5	2.0	3.1	3.0	1.8	4.0

Flame: Air-acetylene, Oxidant flow: 6.8cm.

Table III. The conditions of graphite atomic absorption.

Wave length	265.2 nm
Slit width	87.0 μm
Lamp current	6.0 mA
Flow rate (Ar)	4.0 l/m
Dry	100°C, 35 sec
Ash	1400°C, 25 sec
Atomize	2700°C, 7 sec
Inject volume	10 μl

석하지 않고 사용하여 Table II과 같은 측정조건으로 실험 하였다. Ge는 검액 A 10μl를 graphite관에 넣어 Table III와 같은 측정조건으로 측정 하였다. 검액 C 및 검액 D도 위와 같은 방법과 조건으로 측정 하였다.

결과 및 고찰

시료를 각각 H_2SO_4-HNO_3와 HNO_3-$HClO_4$로 분해하여 각 금속의 함량을 측정한 바 K, Na, Mg, Cu, Fe, Pb, 및 Zn은 거의 차이가 없었으나 Ca와 Ge의 경우는 HNO_3-$HClO_4$로 전처리한 시료가 검출이 잘 되었다(Table IV).

Table IV. Effects of digestion under various acids

	Nitric acid Perchloric acid	Sulfuric acid Nitric acid
Ca	6.5 ppm	2.3 ppm
K	1.4	1.4
Na	4.0	4.0
Mg	0.8	0.8
Zn	1.1	1.2
Cu	1.2	1.2
Fe	2.1	2.1
Pb	0.2	0.2
Ge	2.1	—

즉 유기물질 분해에 있어서 산의 영향은 HNO_3-$HClO_4$로 분해 측정 결과 K, Na, Mg, Zn, Fe, Cu, Pb는 거의 영향을 받지 않았고 HNO_3-H_2SO_4 용액으로 전처리한 시료에 있어서는 Ca는 감소되었고 Ge는 용매자체의 interference가 커서 측정이 어려웠다.

공존 금속이온의 영향은 시료중 다른 금속에 비하여 Na는 약 1000배, K는 약 200배인 것으로 밝혀져 Na와 K가 다른 미량금속에 영향을 미친다는 보고가[5] 있어 각 표준액에 시료의 조성과 같은 비율로 Na^+와 K^+를 첨가하여 측정한 결과 Mg, Ca, Zn, Pb, Cu, Mg에 있어서는 별 영향이 없었으나 Fe는 감소되는 경향이 있었고 (Fig. 1) Ge는 증가되는 경향이 있었다(Fig. 2) 따라서 Fe와 Ge를 정량 할 때 Na와 K이온의 영

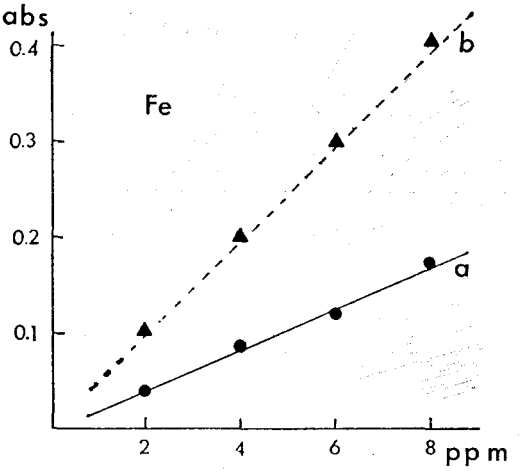

Fig. 1. Calibration curve of iron
a: Interference of K^+ and Na^+
b: Standand solution

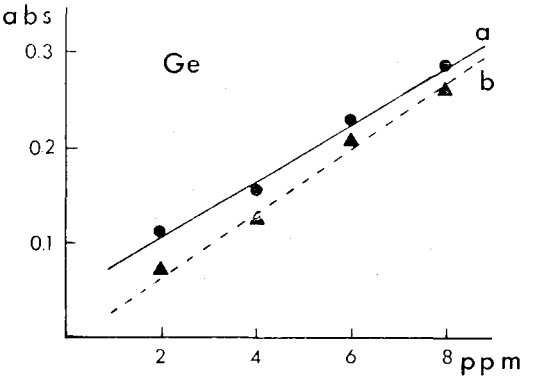

Fig. 2. Calibration curve of germanium
a: Interference of K^+ and Na^+
b: Standard Solution

Table V. Analytical results

	Ca	K	Na	Mg	Fe	Cu	Pb	Zn	Ge
Metals (μg/g)	1632.0	7843.0	45845.8	2041.4	106.8	65.7	10.0	385.5	490.0
Reproducibility (%)	4.5	6.6	5.2	7.1	1.5	2.3	3.3	6.1	3.1
Recovery (%)	101.1	97.3	92.0	92.3	101.0	105.0	102.0	101.0	105.0

향을 없애기 위하여 시료의 Na^+와 K^+와 동량의 Na와 K이온을 표준액에 첨가하여 그 오차를 보정하였다.

재현성과 회수율을 검토하기 위하여 5회 반복 측정한 결과 재현성은 1.5~7.1%였으며 회수율은 92~105% 범위내에 있었다(Table V).

결 론

시판 웅담(熊膽)을 원자흡광광도법으로 Ca, Mg, K, Na, Fe, Pb, Zn 및 Cu의 함량을 정량하였고, Ge는 무염 graphite법으로 정량한 바, 웅담에 함유된 미량금속원소로 Na가 가장 많았고 그 다음이 K>Mg>Ca>Ge>Zn>Fe>Cu>Pb의 순이었다. 생리활성과 관련이 크다고 알려진 Ge는 490μg/g이 함유되었다.

〈1982년 9월 3일 접수〉

참 고 문 헌

1. M. Shoda: *J. Biochem.*,(Tokyo) **7**, 505 (1927)
2. T. Tawasaki: *Z. Physiol Chem.*, **244**, 181 (1936)
3. 黑住惠子, 山崎三省, 綾木義和：生化學, **44**, 802 (1972)
4. N.H. Paik, W.K. Lee, M.K. Lee, M.K. Park and J.I. Park: *Yakhak Hoeji*, **23**, 141 (1979)
5. 三島昌夫： 分析化學, **24**, 433 (1975)