SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

No.A626K

분광광도분석
Spectrophotometric Analysis

자외선·가시광선(UV-Vis) 분광광도계를 사용한 에탄올의 불순물 분석

현재 감염병 예방 대책으로 소독용 에탄올에 대한 수요가 급증하고 있습니다. 에탄올을 의료용 제품으로 사용하려면 각국에서 적용되는 약전을 준수하는 확인 시험 및 함량 시험이 필요합니다. 에탄올의 불순물을 확인하기 위해서는 자외선·가시광선(UV-Vis) 분광광도계를 사용할 수 있습니다. 여기에 소개된 실험에서는 일본 약전(JP), 유럽 약전(EP), 미국(USP) 약전에 설명된 에탄올의 "기타 불순물(흡광도)" 측정을 허용된 흡광도 기준으로 SHIMADZU 자외선·가시광선(UV-Vis) 분광광도계, UV-1900i를 사용하여 수행하였고, LabSolutions UV-Vis의 평가 기능을 사용하여 자동으로 판단하였습니다.

T. Nakao, H. Nakamura

■ 에탄올 측정

일본 약전에서는 에탄올의 함량 시험에서 '용액의 선명도 및 색상', '산성 또는 알칼리성', '휘발성 불순물', '기타 불순물(흡광도)' 및 '증발 잔류물'의 다섯 가지 항목을 설명합니다. 이 중 '기타 불순물(흡광도)'은 자외선 영역에서의 흡수를 기준으로 에탄올에 포함된 불순물의 유무를 판단합니다. 유럽 약전에도 '시험'의 한 항목으로 '흡광도'를 포함하며 자외선·가시광선(UV-Vis) 분광법을 이용한 시험을 설명합니다.

미국 약전(USP)은 '특정 시험'에 '자외선 흡수'를 명시하고 있으며, 자외선·가시광선(UV-Vis) 분광광도계에 의한 시험을 설명하고 있습니다. '기타 불순물'에 대한 측정 방법은 3가지 약전에서 동일합니다. 흡수 수펙트럼은 50 mm의 셀을 사용하고, Blank로써 물을 사용하며 흡광도에 근거하여 판단합니다. 구체적으로 약전에서는 흡수 스펙트럼 기준을 235 ~ 340 nm 파장 영역에 측정할 때, 240 nm, 250 ~ 260 nm, 270 ~ 340 nm에서 흡광도가 각각 0.40, 0.30, 0.10 이하로 설정하고 있습니다. 또한 이 측정 기준은 흡수 스펙트럼이 부드러운 곡선을 그려야 하며, '관측 가능한 피크나 어깨 피크(Shoulders) 없이 꾸준한 하강 곡선을 보여준다' 라고 명시하고 있습니다.

■ 무수 에탄올 측정

무수 에탄올은 그림 1의 SHIMADZU의 자외선·가시광선(UV-Vis) 분광광도계, UV-1900i로 long-path 흡수 셀 홀더와 50 mm 사각셀을 사용하여 측정하였습니다. 측정 조건은 표 1과 같고, 그림 2는 스펙트럼 측정 결과를 보여줍니다.

그림 1 자외선·가시광선(UV-Vis) 분광광도계, UV-1900i

표 1 측정조건

장치	: UV-1900i
소프트웨어	: LabSolutions UV-Vis
분석 파장 범위	: 235 ~ 340 nm
스캔 스피드	: Medium
샘플링 피치	: 0.5 nm
슬릿 넓이	: 1 nm (fixed)

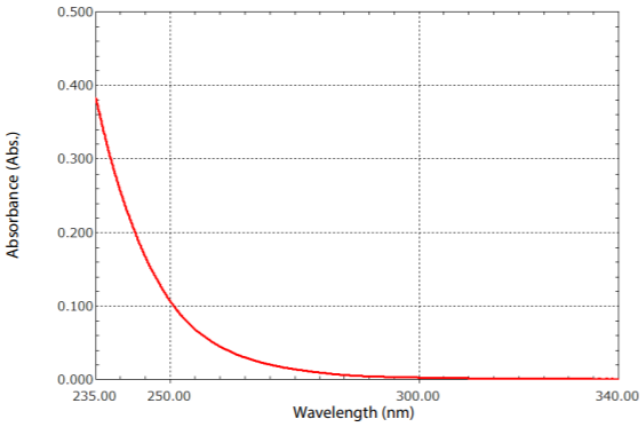


그림 2 무수 에탄올 측정 결과

그림 2에서 흡광도는 240 nm에서 0.40 이하, 250 ~ 260 nm 사이 0.30 이하, 270 ~ 340 nm 사이 0.10 이하였으며 흡수 스펙트럼 곡선에서 뚜렷한 피크나 괄목할 피크가 없음을 확인할 수 있습니다.

■ LabSolutions UV-Vis를 사용한 Pass/Fail 판단

무수 에탄올의 "기타 불순물(흡광도)"에 대한 규정에는 240 nm, 250 ~ 260 nm, 270 ~ 340 nm의 흡수가 각각 0.40, 0.30, 0.10 이하라고 명시되어 있습니다. 그러나 측정된 모든 샘플에서 각각의 흡광도를 읽는 것은 시간이 많이 걸리는 작업이며 분석자의 실수가 발생할 수도 있기 때문에 신중하게 검사해야 합니다. 하지만, LabSolutions UV-Vis의 스펙트럼 평가 기능을 사용하면 이 작업에 필요한 시간을 줄일 수 있습니다. 스펙트럼 평가 기능은 Pass/Fail 판정 기능뿐만 아니라 33개의 평가 기준, 그리고 Point Pick, Maximum Value, Minimum Value, Peak, Valley, Area, Statistics, Cutoff의 기능들도 포함되어 있습니다. 여기서는 Pass/Fail 판정 기능을 이용하여 무수 에탄올의 판정을 실시하였습니다.

■ LabSolutions UV-Vis를 사용한 Pass/Fail 판단 조건 설정

흡광도에 의한 판정 조건은 3가지가 있는데, 무수 에탄올 분석에서는 [Point Pick - Single Point] 및 [Maximum Value - Single Point]를 사용하여 판정합니다. [Point Pick - Single Point]는 고정된 파장의 흡광도를 읽고 [Maximum Value - Single Point]는 미리 정해진 파장 범위에서 최대 값을 읽을 수 있습니다. 먼저 240 nm에서 0.40 이하로 흡광도를 설정합니다. 그림 3은 [Point Pick - Single Point]의 평가를 위한 세부 설정 화면입니다. 240 nm의 파장에서 Pass/Fail의 판정 기준은 0.40 이하입니다.

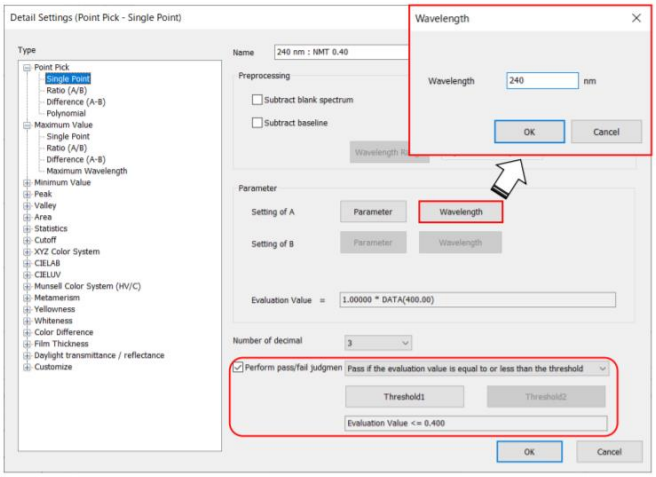


그림 3 [Point Pick - Single Point] 평가를 위한 설정 화면

그림 4는 [Maximum Value - Single Point]의 평가를 위한 세부 설정 화면입니다. 파장 범위는 지정되어 있고, 이 범위 안에서 흡광도의 최대 값을 읽습니다. 여기서는 두가지 조건을 설정하였습니다. 250 ~ 260 nm는 0.30 이하, 270 ~ 340 nm는 0.10 이하로 설정하였습니다.

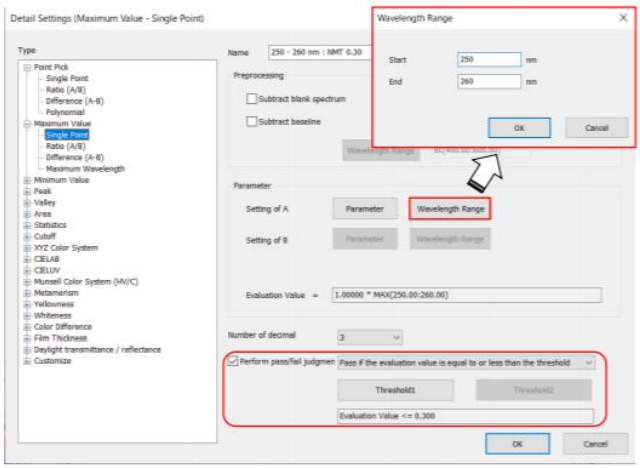
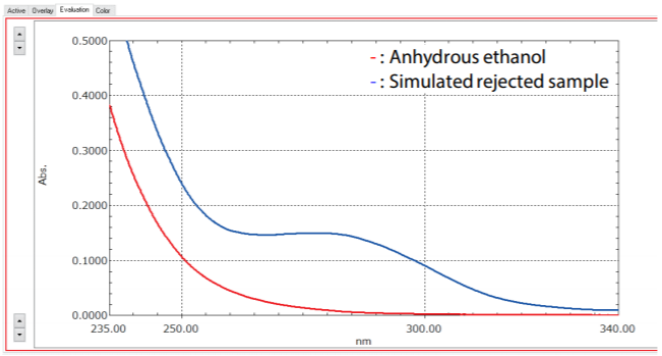


그림 4 [Maximum Value - Single Point] 평가를 위한 설정 화면

■ Pass/Fail 판단 결과

그림 5는 Pass/Fail 판정 결과를 보여줍니다. 그림 2의 무수 에탄올 및 시뮬레이션에서 Fail이 된 샘플입니다. 무수 에탄올의 흡광도 값은 세 가지 파장 조건 모두 통과 범위 내에 있습니다. 반면 Fail이 발생한 경우에는 평가 내용이 빨간색으로 표시되어 결과를 한눈에 알 수 있습니다.



	Legend	Type	File Name	General Judgment	240nm : NMT 0.40 Value	240nm : NMT 0.40 Judgment	250 - 260 nm : NMT 0.30 Value	250 - 260 nm : NMT 0.30 Judgment	270 - 340 nm : NMT 0.10 Value	270 - 340 nm : NMT 0.10 Judgment
1	☑	SMP	Ethanol anhydrous.vspd	PASS	0.254	PASS	0.106	PASS	0.020	PASS
2	☑	SMP	NG.vspd	FAIL(2)	0.458	FAIL	0.239	PASS	0.150	FAIL

그림 5 Pass/Fail 판단 결과

이 Pass/Fail 판단 소프트웨어에서는 스펙트럼이 측정되면 자동으로 데이터가 판단되어 추가됩니다.

■ 결론

이 분석에서 무수 에탄올의 측정은 일본 약전(JP), 유럽 약전(EP), 미국 약전(USP)에 따라 SHIMADZU 자외선·가시광선(UV-Vis) 분광광도계 UV-1900i 로 수행되었고, LabSolutions UV-Vis의 스펙트럼 평가 소프트웨어의 기능 중 Pass/Fail 판단 기능이 사용되었습니다. 모든 시료의 설정된 조건에서 각각 Pass/Fail을 자동으로 판단하므로 이 기능을 사용하면 상당한 시간이 절약됨을 확인하였습니다. 또한 정확한 분석 판단이 가능하므로 데이터 처리에 매우 유용한 기능입니다.