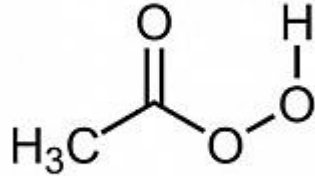


과산화초산

Peroxyacetic Acid



분자식: $C_2H_4O_3$

분자량: 76.05

CAS No.: 79-21-0

정 의 이 품목은 과산화수소 및 초산을 반응하여 얻어지는 것으로 유효성분으로 과산화초산, 과산화수소 및 초산을 함유하는 것 또는 과산화수소, 초산 및 카프릴산(이명 : 옥탄산)을 반응하여 얻어지는 것으로 유효성분으로 과산화초산, 과산화옥탄산, 과산화수소, 카프릴산 및 초산을 함유하는 것을 말한다. 다만, 희석 또는 품질안정 등을 위하여 1-하이드록시에틸리덴-1,1-디포스포닌산을 첨가할 수 있다.

함 량 이 품목은 과산화초산($C_2H_4O_3$) 5~18%, 초산($C_2H_4O_2$) 15~60%, 과산화수소(H_2O_2) 4~25%, 1-하이드록시에틸리덴-1,1-디포스포닌산 1.0% 미만 및 카프릴산 10% 이하를 함유한다.

성 상 이 품목은 무색투명한 액체로서 특이한 자극적인 냄새를 가지고 있다.

정 량 법 (1) 과산화초산 및 초산 : 이 품목 약 1g을 정밀히 달아 물

100mL를 가하여 시험용액으로 한다. 옥타데실실릴화 실리카겔 미니 컬럼(500mg)에 메탄올 5mL를 주입한 후 이어서 물 10mL를 주입하고 유출액은 버린다. 이 컬럼에 시험용액 10mL를 주입하고, 유출액은 100mL 비이커에 취한다. 이어 물 10mL를 주입하고 유출액을 같은 비이커에 넣어 합치고 물 약 30mL를 가하여 0.1mol/L 수산화나트륨용액으로 전위차계를 이용하여 적정한다. 이때 지시전극은 유리전극, 기준전극은 염화은(AgCl)전극을 사용한다. 제1 변곡점 및 제2 변곡점에서 0.1mol/L 수산화나트륨용액의 소비량 a(mL) 및 b(mL)를 구하고, 다음 식에 따라 과산화초산 및 초산의 함량을 구한다.

$$\text{과산화초산(C}_2\text{H}_4\text{O}_3\text{)의 함량(\%)} = \frac{(b-a) \times 0.1 \times 76.05}{\text{시료의 채취량(g)}}$$

$$\text{초산(C}_2\text{H}_4\text{O}_2\text{)의 함량(\%)} = \frac{a \times 0.1 \times 60.05}{\text{시료의 채취량(g)}}$$

칼 럼

옥타데실실릴화 실리카겔 미니컬럼(500mg) : 내경이 10~25mm인 폴리에틸렌의 관에 옥타데실실릴화 실리카겔 0.5g을 충전한 것 또는 이와 동등한 분리특성을 가지는 컬럼이다.

(2) 과산화수소 : 이 품목 약 1g을 정밀히 달아 물을 가하여 정확히 100mL로 한다. 이 액 10mL를 정확히 취하여 250mL 삼각플라스크에 넣고 차갑게 식힌 0.5mol/L 황산용액 75mL를 가하여 시험용액으로 한다. 이 시험용액에 페로인시액 2 방울을 가하고 0.1mol/L 황산세륨(IV)용액으로 적정한다. 적정의 종말점은 주황색이 옅은 적색

을 거쳐 무색으로 변하는 경우로 한다. 다음 식에 따라 과산화수소의 함량을 구한다.

$$\text{함 량(\%)} = \frac{0.1\text{mol/L 황산세륨(IV)용액의 소비량} \times 0.1 \times 17.00}{\text{시료의 채취량(g)}}$$

시 액

페로인 시액 : 황산제일철(7수화물) 0.7g 및 o-페난트롤린염산염(1수화물) 1.78g을 물에 녹여 100mL로 한다.

(3) 1-하이드록시에틸리덴-1,1-디포스포닌산 : 이 품목 약 0.2g을 정밀히 달아 물을 가하여 정확히 50mL로 한다. 이 액 3mL를 정확히 취하여 100mL 비이커에 넣고 물 50mL과 과황산암모늄 0.4g을 가하여 혼합한다. 이에 비등석을 넣고, 핫플레이트에서 가열하면서 약 10mL이 되도록 증발되는 물을 보충하여 주면서 90분간 가열한다. 냉각한 후, 페놀프탈레인용액 2방울을 가하고, 액이 옅은 적색이 될 때까지 수산화나트륨용액(1→40)을 가한다. 이 액을 50mL의 메스플라스크에 옮긴 다음, 소량의 물로 비등석과 비이커를 몇 번 씻고, 씻은 액은 플라스크에 넣어 합치고 물을 가하여 50mL로 한 것을 시험용액으로 한다. 시험용액 10mL를 정확히 취하여, 주석산안티몬 폴리브덴산 시액 2.0mL를 넣고, 잘 혼합한 후 20분간 방치하여 발색액으로 한다. 대조액은 물 10mL를 사용하여 시험용액과 같은 방법으로 처리하여 제조한다. 따로, 제일인산칼륨 0.2195g을 달아 물을 가하여 정확히 1,000mL로 하고, 이 액 50mL를 정확히 취하고 물을

가하여 1,000mL로 한 것을 표준원액으로 한다. 인의 농도가 0, 0.15, 0.25, 0.5, 0.75, 1 μ g/mL가 되도록 표준원액 0mL, 3mL, 5mL, 10mL, 15mL 및 20mL를 정확히 취하고 물을 가하여 각각 50mL로 한 후, 각각 10mL씩 정확히 취하여 시험용액과 같은 방법으로 처리하여 표준용액으로 한다. 파장 650nm에서 발색액 및 각 표준용액의 흡광도를 측정하여 검량선을 작성한다. 이 검량선과 발색액의 흡광도로부터 발색액 중의 인의 농도를 구하고, 다음 식에 따라 1-하이드록시에틸리덴-1,1-디포스포닌산의 함량을 구한다.

$$\text{함 량(\%)} = \frac{\text{검액 중의 인의 농도}(\mu\text{g/mL}) \times 206.0}{\text{시료의 채취량(g)} \times 61.94 \times 12}$$

시 액

주석산안티몬몰리브덴산 시액 : 황산시액(2.5mol/L) 50mL를 취하고, 주석산안티몬칼륨($\text{K}_2\text{Sb}_2(\text{C}_4\text{H}_2\text{O}_6)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) 1.37g을 물 500mL에 녹인 시액 5mL과, 몰리브덴산암모늄($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 용액(1 \rightarrow 25) 15mL 및 아스코브산 시액(1.76 \rightarrow 100) 30mL를 가하여 혼합한 것이다. 사용할 때마다 조제한다.

(4) 카프릴산 : 이 품목 약 0.7g을 정밀히 달아 물/아세토니트릴 혼합액(1:1)을 가하여 정확히 50mL로 한다. 이 액 5mL를 정확히 취하고 이에 물/아세토니트릴 혼합액(1:1)을 가하여 정확히 20mL로 한 것을 시험용액으로 한다. 따로 정량용 카프릴산 약 0.2g을 정밀히 달아 물/아세토니트릴 혼합액(1:1)을 가하여 정확히 100mL로 한 것

을 표준원액으로 한다. 표준원액 0.5mL, 1mL, 2.5mL, 5mL 및 10mL를 정확히 취하고 물/아세트니트릴 혼합액(1:1)을 가하여 각각 정확히 20mL로 한 것을 표준용액으로 한다. 시험용액 및 각 표준용액을 20 μ L씩 취하여 다음의 조작조건으로 액체크로마토그래피를 행하고 각 표준용액으로부터 카프릴산의 피크 면적을 측정하여 검량선을 작성한다. 시험용액의 카프릴산 피크 면적을 검량선에 대입하여 카프릴산 농도(μ g/mL)를 구하고, 다음 식에 따라 카프릴산의 함량을 구한다.

$$\text{함 량(\%)} = \frac{\text{시험용액 중의 카프릴산 농도}(\mu\text{g/mL})}{\text{시료의 채취량(g)} \times 50}$$

조작조건

검출기 : 자외선흡광광도계(측정파장 210nm)

컬럼충진제 : 5 μ m 액체크로마토그래피용 옥타데실실릴화실리카겔

컬럼관 : 내경 4.6mm, 길이 25cm의 스테인리스관

컬럼온도 : 30 $^{\circ}$ C

이동상 : 초산 0.12g을 물 350mL에 녹이고, 아세트니트릴 650mL를 가한다.

유량 : 1.0mL/분