

d-토코페롤(혼합형)

d-Tocopherol Concentrate, Mixed

이 명: RRR-Tocopherols concentrate, mixed

INS No.: 307b

정 의 이 품목은 식용식물성기름에서 얻어진 것으로 주성분은 *d*- α -토코페롤, *d*- β -토코페롤, *d*- γ -토코페롤, *d*- δ -토코페롤이다. 다만, 함량조절을 위하여 식용식물성기름을 첨가할 수 있다.

함 량 이 품목은 총 토코페롤 34.0% 이상을 함유한다.

성 상 이 품목은 옅은 황~적갈색의 징명하고 점성이 있는 액체로서 약간 특이한 냄새가 있다.

확인시험 (1) 이 품목 50mg을 무수알콜 10mL에 녹이고 질산 2mL를 가하여 혼합하고 75°C에서 15분간 가열하면 밝은 적색 또는 주황색을 나타낸다.

(2) 고 α -형은 정량시험방법에 따라 얻은 크로마토그래피의 주된 피크는 내부표준물질의 위치와 비교할 때, 표준물질용액의 피크와 동일한 위치에 나타나며 저 α -형은 정량시험법에 따라 얻은 크로마토그래피의 세번째 주된 피크는 내부표준물질의 위치와 비교할 때, 동일한 위치에 나타난다.

순도시험 (1) 산도 : 이 품목 1g을 페놀프탈레인시액을 지시약으로 하여 0.1N 수산화나트륨용액으로 중화시킨 알콜 및 에테르의 동량혼합액 25mL에 녹이고 페놀프탈레인시액 0.5mL를 가하고 0.1N 수산화나트륨

용액으로 엷은 홍색이 30초간 유지될 때까지 적정할 때, 그 소비량은 1mL 이하이어야 한다.

(2) 납 : 이 품목 5.0g을 취하여 원자흡광광도법 또는 유도결합플라즈마발광광도법에 따라 시험할 때, 그 양은 2.0ppm 이하이어야 한다.

(3) 비소 : 이 품목을 비소시험법에 따라 시험할 때, 그 양은 4.0ppm 이하이어야 한다.

(4) 수은 : 이 품목 0.1g을 취하여 수은시험법에 따라 시험할 때, 그 양은 1.0ppm 이하이어야 한다.

(5) 비선광도 : 이 품목을 총토코페롤로서 100mg에 상당하는 양을 취하여 분액깔대기에 넣고 에테르 50mL를 가하여 녹인다. 여기에 수산화나트륨용액(1→125)의 10% 시안화제이철칼륨용액 20mL를 가하여 3분간 흔들어서 추출한다. 에테르층은 물 50mL로 씻고, 다시 무수황산나트륨으로 탈수시킨 후 수욕상에서 감압하여 7~8mL로 농축시킨 후 질소가스를 불어 넣어 상온에서 모두 날려보낸 다음 즉시 이소옥탄 5mL를 가하여 잔류물을 녹인 다음 비선광도시험을 할 때, 고 α -형의 $[\alpha]_D^{25} = +24^\circ$ 이상, 저 α -형의 $[\alpha]_D^{25} = +20^\circ$ 이상이어야 한다.

정 량 법

시액 및 용액 (1) 내부표준용액 : 헥사데실헥사데카노에이트 약 600mg을 정밀히 달아 200mL 메스플라스크에 넣고 피리딘 2, 무수프로피온산 1의 혼합액에 녹여 용량을 맞춘다.

(2) 표준용액의 조제 : α -토코페롤 표준품 12, 25, 37 및 50mg을 정밀히

달아 50mL의 갈아 맞춘 목을 한 삼각플라스크 각각에 넣고 내부표준 용액 25mL씩을 가하고 수냉식 냉각관을 부착하여 10분간 역류시킨다.

(3) 검액의 조제 : 이 품목 약 60mg을 정밀히 달아 삼각플라스크에 넣고 내부표준용액 10mL를 가하고 수냉식 냉각관을 부착하여 10분간 역류시켜 다음의 조건에서 가스크로마토그래피를 행한다.

조작조건

칼 럼 : HP-5(30m×0.32mm) 또는 이와 동등한 것

검 출 기 : 수소염이온화검출기(FID)

주입구온도 : 290℃

칼 럼 온 도 : 240~260℃의 일정온도

검 출 기 : 300℃

캐리어가스 및 유량 : 질소, 헥사데실헥사데카노에이트가 18~20분에 검출되도록 유량을 조절한다.

장치의 적합성 : 검량선에 지시된 방법으로 시험용액을 여러번 주입하여 헥사데실헥사데카노에이트의 지연시간을 1.0으로 하였을 때 δ -토코페릴프로피오네이트는 약 0.5이고 β - γ -토코페릴프로피오네이트는 약 0.63의 지연시간에서 생기는 주피크간의 분리능[R]을 확인한다.

검 량 선 : 세번의 계속된 주입에 대한 관계반응계수가 일정하게(2% 범위 내에서)될 때까지 각각의 표준용액 2~5 μ L를 계속적으로 주입한다. 맨 처음의 α -토코페릴프로피오네이트와 두번째의 헥사데실헥사데카노에이트(용매피크는 제외)의 넓이를 측정하고 그 값을 각각

A_s 와 A_1 이라 한다.

다음 계산식에 의해 표준용액의 각 농도에 대해 계수 “F”를 구한다.

$$F = \frac{A_s}{A_1} \times \frac{C_1}{C_s}$$

C_1 : 내부표준용액의 정확한 농도(mg/mL)

C_s : 토크페롤표준용액의 정확한 농도(mg/mL)

관계반응계수에 대하여 α -토크페릴프로피오네이트의 면적을 도면에 그려 관계반응계수 곡선을 작성한다.

시험조작 : 시험용액 2~5 μ L를 주입하고 지연시각 0.50, 0.63, 0.76 및 1.00에서 나타나는 피크의 면적을 측정하고 δ -토크페릴프로피오네이트, β - + γ -토크페릴프로피오네이트, α -토크페릴프로피오네이트와 헥사데실헥사데카노에이트에 대하여 각각 다음의 계산식에 따라 검체 중의 각각의 토크페롤형의 중량(mg)을 계산한다.

$$\delta\text{-토크페롤} = \frac{10C_1}{F} \times \frac{a_\delta}{a_1}$$

$$\beta\text{-} + \gamma\text{-토크페롤} = \frac{10C_1}{F} \times \frac{a_{\delta+\gamma}}{a_1}$$

$$\alpha\text{-토크페롤} = \frac{10C_1}{F} \times \frac{a_\alpha}{a_1}$$

F는 시험용액에서 얻어진 δ -, β - + γ -와 α -토크페릴프로피오네이트 피크 각각에 대하여 관계반응계수곡선에서 구해진다. δ -토크페릴프로피오네이트와 β - + γ -토크페릴프로피오네이트의 관계반응계수는 실험적으로는 α -토크페릴프로피오네이트와 동일하다.