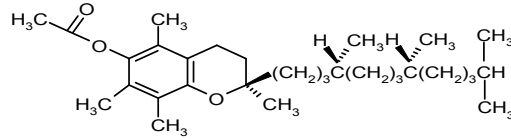


d- α -토코페릴아세테이트

d- α -Tocopheryl Acetate



분자식: C₃₁H₅₂O₃

분자량: 472.75

CAS No.: 58-95-7

함 량 이 품목은 *d*- α -토코페릴아세테이트(C₃₁H₅₂O₃) 96.0~102.0%를 함유한다.

성 상 이 품목은 무~황색의 징명한 점조한 액체로서 냄새가 없거나 또는 약간 특이한 냄새가 있다.

확인시험 (1) 순도시험 중 (3) 비선광도의 시험용액 10mL에 질산 2mL를 가하여 저으면서 혼합하고 75°C에서 15분간 가열하면 밝은 적~주황색을 나타낸다.

(2) 정량법에 따라 얻은 크로마토그래피의 주된 피크는 내부표준물질의 위치와 비교할 때 표준용액의 피크와 동일한 위치를 나타낸다.

순도시험 (1) 산도 : 이 품목 1g을 페놀프탈레인시액을 지시약으로 하여 0.1N 수산화나트륨용액으로 중화시킨 알콜 및 에테르의 동량 혼합액 25mL에 녹이고 페놀프탈레인시액 0.5mL를 가하고 0.1N 수산화나트륨용액으로 옅은 홍색이 30초간 유지될 때까지 적정할 때, 그 소비량은 1.0mL 이하이어야 한다.

(2) 납 : 이 품목 약 10g을 정밀히 달아 도가니 또는 백금접시에 넣고

25% 황산 5mL를 주의하면서 가해주고 잘 섞은 다음 수욕조에서 증발 건조한 후에 열판 위에서 천천히 대부분의 황산이 없어질 때까지 예비 회화를 한 후 450~550℃에서 회화한다. 회화가 불충분할 때는 상기 조 작을 되풀이 한다. 따로 25% 황산 5mL를 이용하여 같은 방법으로 공시 용액을 조제한다. 회화가 끝나면 1N 염산 5mL를 가하여 수욕조에서 건조한 다음 3N 염산 1mL 및 물 약 5mL를 가하여 수욕조에서 잔류 물을 용해한 후 물을 가하여 10mL로 하고 측정 농도에 맞게 희석한 액 을 시험용액으로 하여 원자흡광광도법 또는 유도결합플라즈마발광광도 법에 따라 시험할 때, 그 양은 2.0ppm 이하이어야 한다.

(3) 비선광도

시험용액의 조제 : 이 품목을 *d-a*-토코페롤로서 약 200mg에 상당하 는 양을 취하여 유리마개가 달린 150mL 둥근 플라스크에 넣고 무수 알콜 25mL를 가하여 녹인다. 여기에 2N 황산·에탄올의 혼액(1 : 7) 20mL를 넣고 환류냉각기를 달아 빛을 차단하고 3시간 끓인다. 식힌 다음 200mL 갈색 메스플라스크에 넣고 2N 황산·에탄올의 혼액(1 : 72)으로 희석하여 200mL로 혼합한 액을 시험용액으로 한다.

시험방법 : *d-a*-토코페롤로서 약 100mg에 상당하는 시험용액을 정 확히 취하여 분액깔때기에 넣고 물 200mL를 가하여 녹인다. 먼저 에테르 75mL로 추출한 다음 다시 에테르 25mL로 2회 추출한 액을 혼합하여 다른 분액깔때기에 넣는다. 여기에 수산화나트륨용액(1→ 125)의 10% 시안화제이철칼륨용액 20mL를 가하여 3분간 교반한다.

에테르용액은 물 50mL로 4회 씻고 물층은 버리고 다시 무수황산나트륨으로 탈수시킨다. 에테르용액은 수욕상 또는 질소가스로 7~8mL로 될 때까지 농축하고, 남은 에테르용액은 열처리 없이 상온에서 모두 날려 보낸다. 즉시 잔류물을 이소옥탄 5mL를 가하여 녹인 후 선광도측정법에 따라 비선광도시험을 할 때 $[\alpha] = +24^\circ$ 이상이어야 한다.

정 량 법

시액 및 용액조제

내부표준용액 : 헥사데실헥사데카노에이트를 n-hexane에 녹여 3mg/mL으로 조제한다.

표준용액의 조제 : *d-a*-토코페릴아세테이트표준품 약 30mg을 정밀히 달아 내부표준용액 10mL 을 가하여 녹인다.

시험용액의 조제 : 이 품목 약 30mg을 정밀히 달아 내부표준용액 녹여 10mL로 한다.

조작조건

칼 럼 : HP-1(30m × 0.32 μ m) 또는 이와 동등한 것

검 출 기 : 수소염이온화검출기(FID)

주입구온도 : 290 $^\circ$ C

칼 럼 온 도 : 240~260 $^\circ$ C

검 출 기 : 300 $^\circ$ C

캐리어가스 : 질 소

장치의 적합성 : 검량선의 방법에 따라 n-hexane mL당 α -토코페롤 표준품과 α -토코페릴아세테이트 표준품 각각 1mg을 여러 번 주입하여 헥사데실헥사데카노에이트의 지연시간을 1.0으로 하였을 때 지연시간에서 생기는 주피크간의 분리능[R]을 확인한다.

검량선 : 3회의 연속하여 주입한 상대반응계수가 일정하게(2% 범위 내에서)될 때까지 각각의 표준용액 2~5 μ L 농도를 연속적으로 주입한다. 대략 지연시간 0.6의 α -토코페롤아세테이트(A_s)와 지연시간 1.0의 헥사데실헥사데카노에이트(용매피크는 제외)의 넓이(A_1)를 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 : 토코페릴아세테이트 표준용액의 정확한 농도(mg/mL)

시험조작 : 검량선의 방법에 따라 시험용액 2~5 μ L를 주입하고 지연시간 0.6의 α -토코페릴아세테이트와 1.0의 헥사데실헥사데카노에이트에 나타나는 주피크의 면적 a_U , a_1 을 각각 구한 다음 아래의 계산식에 따라 검체 중의 α -토코페릴아세테이트의 중량(mg)을 계산한다.

$$d\text{-}\alpha\text{-토코페릴아세테이트(\%)} = \frac{10C_1}{F} \times \frac{a_U}{a_1} \times \frac{100}{\text{검체채취량(mg)}}$$