

스모크향

Smoke Flavours

이 명: Wood smoke flavours; Pyroligneous acid; Smoke condensates

정 의 이 품목은 가공하지 않은 나무의 경질부분을 공기량이 제한되거나 조절된 상태에서 열분해하거나, 200~800℃에서 건식증류한 것 또는 300~500℃에서 강열증기로 처리하여 얻어지는 혼합물이며, 주성분은 카복실산, 카르보닐기를 가진 화합물 및 페놀성화합물이다. 다만, 품질보존 등을 위하여 물, 식물성 기름, 프로필렌글리콜 및 유화제를 첨가할 수 있다.

성 상 이 품목은 검은색의 점조한 반고체~얇은 갈색의 액체로 연기냄새 및 연기와 같은 자극성의 맛이 있다.

순도시험 (1) 산도 : 이 품목 1mL를 정밀히 달아 250mL 비이커에 넣고 물을 가하여 100mL로 하고 잘 교반시킨 다음 여과한 여액을 시험용액으로 하여 0.1N 수산화나트륨용액을 pH 8.15가 될 때까지 가해 주고 그 소비 mL수를 구한 다음 아래의 계산식에 따라 산도를 구할 때, 그 값은 2~20%이어야 한다.

$$\text{산도}(\%) = \frac{a \times f \times 6.005}{\text{검체의 채취량}(g)} \times \frac{100}{1,000}$$

a : 0.1N 수산화나트륨용액의 소비 mL수

f : 0.1N 수산화나트륨용액의 규정도계수

6.005 : 0.1N 수산화나트륨용액 1mL에 대응하는 초산의 양(mg)

(2) 벤조피렌

시험용액의 전처리 : 검체의 성상에 따라 ①항 및 ②항에 따라 처리한다.

① 액상검체 : 이 품목을 잘 섞은 후 약 200g을 정밀히 달아 이소옥탄 100mL를 사용하여 1,000mL 분액여두에 옮겨주고 이에 5.6% 수산화칼륨용액 450mL를 가하여 잘 섞은 다음 층이 분리되도록 정치한다. 이소옥탄층을 취한 다음 다시 아래의 물층을 이소옥탄 100mL씩으로 2회 반복 추출하고 이소옥탄층을 앞의 이소옥탄층에 합한 다음 다시 이소옥탄층을 5.6% 수산화칼륨용액 50mL씩으로 2회 수세하고 물 50mL씩으로 2회, 인산 50mL씩으로 3회 및 물 100mL씩으로 3회를 각각 수세한다.

② 침전된 고형분을 함유한 점조성 액체나 반고체의 경우 : 이 품목을 잘 섞은 후 약 25g을 정밀히 달아 150mL 비이커에 취한 다음 20% 수산화칼륨용액 소량으로 시료를 녹인 후 20% 수산화칼륨용액 250mL를 사용하여 2,000mL 분액여두에 옮겨주고 비이커를 에탄올 50mL씩으로 4회 수세하여 분액여두에 합한다. 이어서 분액여두에 에탄올 400mL를 가하여 잘 섞어주고 이에 이소옥탄 250mL를 가하여 섞은 후 층이 분리되도록 정치시킨다. 상층의 이소옥탄층을 모은 다음 하층액을 다른 분액여두로 옮긴 다음 하층액을 이소옥탄 200mL씩으로 2회 반복 추출하여 분리시킨 이소옥탄층을 앞의 이소옥탄층에 합한 다음 다시 이소옥탄층을 5.6% 수산화칼륨용액 200mL씩으로 3회, 물 200mL씩으로 3회를 각각 수세한 다음 다시 인산 200mL씩으

로 3회, 물 200mL씩으로 3회를 각각 수세한다.

시험조작 : ①항 또는 ②항에 따라 처리하여 얻은 이소옥탄액을 미리 이소옥탄으로 적셔 놓은 플로리실 및 무수황산나트륨을 함유하는 칼럼 (230×38mm ID, 하층은 플로리실 60g, 상층은 무수황산나트륨 50g)을 통과시킨다. 이어서 헥산 50mL를 사용하여 분액여두를 2번 수세한 액을 칼럼에 통과시켜 용출시키고 용출된 액을 모아 둔다. 추가로 헥산 75mL를 사용하여 칼럼에 잔류된 용출물을 용출시켜 얻은 용출액을 앞의 용출액과 합한다. 합쳐진 용출액으로부터 용매를 제거시키기 위해 질소가스하의 수욕상에서 약 5mL가 될 때까지 농축시킨 다음 헥산을 사용하여 닦아주면서 50mL의 유리마개가 달린 삼각플라스크에 옮겨주고 질소가스하의 수욕상에서 주의하면서 0.2~0.3mL가 될 때까지 농축시킨다. 이어서 잔류물을 125mL 비이커에 뜨거운 메탄올 5~10mL씩으로 4회 씻어주면서 옮겨준 다음 감압하에서 50mL 플라스크에 여과한다. 여액을 40℃에서 회전농축기로 3~5mL로 농축시킨 다음 이소옥탄 1mL 씩으로 3회 씻어주면서 15mL 시험관에 옮겨주고 질소가스하에서 증발건고시킨 다음 잔류물을 아세토니트릴·메탄올·물의 혼액(2 : 2 : 1) 0.25mL로 녹인 액을 시험용액으로 한다. 따로, 벤조피렌 (Benzo(a)pyrene) 표준품 일정량을 취하여 1mL당 0.5~4.0 μ g 사이의 벤조피렌을 함유하도록 물로 희석한 액을 표준용액으로 한다. 시험용액 및 표준용액 각각 20 μ L씩을 다음의 조작조건으로 액체크로마토그래피에 주입하고 다음 계산식에 따라 벤조피렌의 양을 구할 때, 그 양은

0.002ppm 이하이어야 한다.

$$\text{벤조피렌의 양(ppm)} = \text{표준용액의 농도}(\mu\text{g/mL}) \times \frac{\text{Au} \times \text{회석배수}}{\text{As} \times \text{Wu}}$$

Au : 시험용액의 피크면적

As : 표준용액의 피크면적

Wu : 검체의 채취량(g)

조작조건

검출기 : UV 289nm

칼럼 : ODS(250×4.6mm) 또는 이와 동등한 것

이동상 : A액 : 물

B액 : 메탄올 · 아세토니트릴의 혼합액 (50 : 50)

농도구배 : A액 : B액 (20 : 80 → 0 : 100)으로 직선농도구배를 20분간 행한 후 B액 100%에서 20분간 유지시킨다. 다만, 분석 종료 후에는 칼럼의 안정을 위하여 A액 : B액(0 : 100 → 20 : 80)으로 5분간 행한 후 B액 80%에서 20분간 유지시킨다.

유속 : 1.0mL/min

(3) 디에틸에테르 : 이 품목 10g을 정밀히 달아 분액여두에 톨루엔 1mL를 가해주고 진탕, 추출한 후 정치시킨 다음 톨루엔층을 취하고 이에 무수황산나트륨 소량을 가하여 탈수한 것을 시험용액으로 한다. 디에틸에테르를 톨루엔을 사용하여 250 μ g/mL의 농도가 되도록 조제한 액을 표준용액으로 한다. 시험용액과 표준용액 각각 일정량을 가스크로마토

그래피에 주입하고 다음 계산식에 따라 디에틸에테르의 양을 구할 때, 그 양은 20ppm 이하이어야 한다.

$$\text{디에틸에테르의 양(ppm)} = \text{표준용액의 농도}(\mu\text{g/mL}) \times \frac{\text{Au} \times \text{희석배수}}{\text{As} \times \text{Wu}}$$

Au : 시험용액의 피크면적

As : 표준용액의 피크면적

Wu : 검체의 채취량(g)

조작조건

칼 럼 : HP-FFAP (50m×320μm×0.5μm) 또는 이와 동등한 것

검 출 기 : 수소염이온화검출기(FID)

주입구온도 : 150℃

칼 럼 온 도 : 40℃

검출기온도 : 230℃

(4) 메탄올 : 이 품목 50g을 취하여 「과프리카추출색소」의 순도시험

(5) 중 시험용액B(메탄올)에 따라 시험할 때, 50ppm 이하이어야 한다.

(5) 폐 놀 : 이 품목의 0.2% 수용액 5mL를 시험관에 정확히 취하고

다른 시험관에 공시험용으로서 물 5mL를 취한 다음 각 시험관에

0.05% 황산구리(CuSO₄·5H₂O)용액 1mL, 붕산나트륨완충액(pH 9.8)

5mL, 2,6-디브로모-N-클로로-파라-벤조퀴노나이민시액 4방울을 각각

가해진 다음 마개를 하여 격렬히 흔들어 주고 나서 각 시험관을 어두

운 곳에서 정확히 10분간 발색시킨 후 n-부탄올 10mL를 각 시험관에

가해진 다음 마개를 하여 6~8번 거꾸로 세웠다 바로 세웠다는 반복한다

(이때 흔들지는 말아야 한다). 이어서 700rpm에서 5분간 원심분리시킨 후 610nm에서 공시험용액을 대조액으로 하여 흡광도를 측정하여 검량선으로부터 페놀(2,6-디메톡시페놀로서)양을 구할 때, 그 양은 16% 이하이어야 한다.

검량선의 작성 : 2,6-디메톡시페놀(2,6-Dimethoxyphenol)표준품 20mg을 정밀히 달아 물을 가하여 1,000mL로 한 다음 이 액을 사용하여 1~20 μ g/mL의 농도가 되도록 각각 희석하여 조제한 것을 각 표준용액으로 하여 시험용액과 동일하게 조작한 다음 610nm에서 각각 흡광도를 측정하여 검량선을 작성한다.

시 액

붕산나트륨완충액 : 붕산나트륨($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) 24.8g을 물 900mL를 가하여 녹이고 수산화나트륨시액으로 pH를 9.8로 맞춘 다음 물을 가하여 1,000mL로 한다.

2,6-디브로모-N-클로로-파라-벤조퀴노나이민시액 : 2,6-디브로모-N-클로로-파라-벤조퀴노나이민 (2,6-Dibromo-N-chloro-p-benzoquinoneimine) 40mg을 메탄올 10mL에 녹인다. 이 액은 사용시 조제한다.

(6) 카르보닐(Carbonyls) : 이 품목 1mL를 정확히 취하여 카르보닐이 제거된 알콜을 가하여 50mL로 한 다음 다시 이 액 5mL를 취하여 에탄올·톨루엔의 혼액(카르보닐이 제거된 알콜 : 톨루엔 = 1 : 9)을 가하여 100mL로 한 것을 시험용액으로 한다. 시험용액 1mL 및 공시험용

으로서 톨루엔 1mL를 각 플라스크에 취하고 이에 톨루엔 1mL, 포화 2,4-DNPH용액 2mL, TCA용액 2mL를 각각 가해준 다음 유리마개를 덮고 60°C에서 30분간 가열한 후 즉시 얼음 수욕에서 식힌다. 이어서 수산화칼륨용액 5mL, 카르보닐이 제거된 알콜 25mL를 가해준 다음 정확히 10분간 발색시킨 후 파장 430nm에서 공시험용액을 대조액으로 하여 흡광도를 측정하여 검량선으로부터 카르보닐(헵타날로서) 양을 구할 때, 그 양은 2~25% 이하이어야 한다.

검량선의 작성 : 헵타날(Heptanal)표준품 30mg을 정밀히 달아 톨루엔을 가하여 1,000mL로 한 다음 이 액을 사용하여 1~30 μ g/mL의 농도가 되도록 각각 희석하여 조제한 것을 각 표준용액으로 하여 시험용액과 동일하게 조작한 것을 430nm에서 각각 흡광도를 측정하여 검량선을 작성한다.

시 액

포화 2,4-DNPH 용액 : 2,4-디니트로페닐히드라진(2,4-Dinitrophenylhydrazine)을 톨루엔에 0.05%가 되도록 조제한 후 1시간 흔들어 주고 나서 하룻밤 정치시킨 다음 사용 전에 상등액을 여과한다. 만든 후 1주일 이내에 사용한다.

TCA 용액 : 삼염화초산(Trichloroacetic acid)을 톨루엔을 사용하여 4%(w/v) 용액이 되도록 조제한다.

수산화칼륨용액 : 수산화칼륨을 카르보닐이 제거된 알콜을 사용하여 4%(w/v)용액이 되도록 조제한다. 이 액은 사용시 조제한다.

(7) 고형분 함량 : 이 품목 0.5g(액체의 경우는 0.5mL)을 정밀히 달아 105℃에서 16시간 건조할 때, 총 고형분함량은 18% 이하이어야 한다.

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