

## 보존료제제

**정 의** 이 품목은 보존료를 2종 이상 혼합하거나, 그 1종 이상을 기타 식품첨가물 또는 희석제와 혼합하거나 희석한 것을 말한다.

**함 량** 표시량의 90.0~110.0%이어야 한다.

**확인시험** 다음의 확인시험법에 따라 시험할 때, 표시된 보존료의 성분이 확인되어야 한다. 다만, 염은 산으로서 확인된다.

1) 안식향산, 데히드로초산, 소브산 및 파라옥시안식향산에스테르류

(1) 박층크로마토그래피에 의한 확인

시험용액의 조제 : 정량법 1) 시험용액의 조제에 따라 얻어진 에테르를 날려보낸 후 잔류물에 0.1% 아세트아닐라이드아세톤용액 대신 에탄올 소량(1~2mL)을 가하여 녹인 액을 시험용액으로 한다.

박층판 : 박층크로마토그래피용 실리카겔(파라옥시안식향산에스테르류는 Silica gel 60 RP-18 F<sub>254</sub>S 또는 이와 동등한 것, 안식향산, 데히드로초산, 소브산은 Silica gel 60 kieselguhr F<sub>254</sub> 또는 이와 동등한 것)을 사용한다.

시험조작 : 박층판의 하단에서 약 1.5cm 위치에 시험용액 및 각 보존료 표준용액을 20 $\mu$ L를 약 2cm 간격으로 점적한 다음 각 전개용매 1, 2를 사용하여 전개 후 건조하고 자외선등(254nm) 아래서 반점을 비교관찰한다.

시 액

보존료표준용액 : 안식향산 및 데히드로초산 표준품은 각각

10mg을 아세톤 1mL씩에 녹이고 소브산 및 파라옥시안식향산 에스테르류는 각각 10mg을 아세톤 5mL씩에 녹인 액을 각 보존료 표준용액으로 한다.

- 전개용 용매 : 1. 파라옥시안식향산에스테르류 : 아세톤·물(60 : 40, v/v)  
2. 안식향산, 데히드로초산, 소브산) 자일렌·메탄올·초산(20 : 0.5 : 0.3, v/v/v)

(2) 가스크로마토그래피에 의한 확인

정량법 1) 안식향산, 데히드로초산, 소브산 및 파라옥시안식향산에스테르류에 따라 시험하여 확인한다.

2) 프로피온산 및 그 염류

(1) 검체 0.5~1g을 물 10mL에 녹여 묽은 황산 10mL을 가하고 가온할 때 특이한 냄새가 난다.

(2) 정량법 2) 프로피온산에 따라 시험하여 확인한다.

(3) 프로피온산으로서 0.5g에 대응하는 양의 검체를 취하여 물 10mL에 녹여 여과(전분에 희석되어 있을 경우만 해당)한 액은 확인시험법 중 나트륨염 또는 칼슘염의 반응을 나타낸다.

**순도시험**

(1) 비소 : 「혼합제제」의 순도시험 (1)에 따라 시험한다.

(2) 납 : 「혼합제제」의 순도시험 (2)에 따라 시험한다.

**정량법**

# 1) 안식향산, 데히드로초산, 소브산 및 파라옥시안식향산에스테르류

## (1) 가스크로마토그래피에 의한 정량

시험용액의 조제 : 보존료로서 50~100mg에 대응하는 양의 검체를 정밀히 달아 비이커에 넣고 물 100mL을 가하여 용해 또는 분산시킨다(다만, 유지를 함유한 경우는 검체를 정밀히 달아 10% 수산화나트륨용액 또는 10% 염산으로 중화한 다음 500mL~1L의 환저플라스크에 옮긴다. 이에 15% 주석산용액 5mL, 염화나트륨 약 80g 및 실리콘수지 한방울을 가한 다음 물을 가하여 전량을 150~200mL로 한다. 이를 수증기 증류기에 연결하여 증류하고 유액은 매분 약 10mL의 속도로 하여 500mL을 받은 다음 그중 100mL을 비이커에 취한다). 이어서 비이커에 10% 염산을 가하여 산성(pH 약 2.0)으로 한 다음 염화나트륨 10g을 가하여 녹이고 에테르 40mL씩으로 3회 추출하여 에테르추출액을 합쳐 이를 물 10mL씩으로 3회 씻어 주고 나서 무수황산나트륨으로 탈수시킨 후 감압하여 20~30°C에서 용매를 날려보낸 후 0.1% 아세트아닐라이드아세톤용액에 녹여 일정량으로(보존료로서 0.5~1.0mg에 상당하는 양)한 액을 시험용액으로 한다. 시험용액 및 혼합표준용액 1 $\mu$ L를 취하여 다음의 조작조건으로 가스크로마토그래피법에 따라 시

협한다.

#### 조작조건

칼 럼 : 크로모솔브 W(60~80메쉬)에 1~5% 디에틸렌글리콜석시네이트폴리에스테르(DEGS), 또는 1~10% 네오펜틸글리콜석시네이트폴리에스테르(NPGS) 또는 실리콘 30을 표면에 입힌 것 또는 이와 동등한 것

검 출 기 : 수소염이온화검출기(FID)

주입부온도 : 210~230℃

칼 럼 온 도 : 140~200℃

검출기온도 : 230~250℃

캐리어가스 및 유량 : N<sub>2</sub>, 30~60mL/min

#### 시 액

혼합표준용액 : 소브산, 안식향산, 데히드로초산 및 파라옥시안식향산에스테르류 표준품을 각각 50mg을 정밀하게 달고 이에 0.1% 아세트아닐라이드아세톤용액을 가하여 100mL로 한 액을 표준용액으로 한다(이 액 1mL는 소브산, 안식향산, 데히드로초산 및 파라옥시안식향산에스테르류를 각각 500µg 함유).

(2) 산·알칼리 중화적정법에 의한 정량

단일성분의 회석제 : 검체(보존료로서 0.2~0.5g에 대응하는 양)를 취하여 정량법 1) 가) 검체의 전처리에 따라 얻어진 에테르를 날려보낸 후 잔류물을 보존료 개별성분규격의 함량시험법에 따라 시험하고 염류는 결합된 염의 양을 환산하여 함량을 보정한다.

## 2) 프로피온산

### (1) 가스크로마토그래피에 의한 정량

시험용액의 조제 : 검체(프로피온산으로서 50~100mg에 대응하는 양)를 500mL 증류플라스크에 넣고 물 100mL, 염화나트륨 40g, 10% 인산 10mL 및 실리콘수지 1방울을 가한 다음 수증기 증류하여 유액 250mL을 받는다. 이 때 수기는 1% 수산화나트륨용액 10mL을 가해 냉각기 끝이 잠기도록 한다. 유액 25mL을 정밀히 취하여 감압하에서 농축건고한 다음 잔류물을 물 1mL로 녹여 이온교환수지칼럼(유리관 (10mm×10~15cm)에 100~200메쉬의 도웁스(Dowex) 50×8 또는 암버라이트(Amberlite) CG120형을 H형으로 하고 물로 씻어 조제한 이온교환수지를 높이 25~30mm로 충전한 것을 사용한다.)의 상부에 넣고 유출액은 내부표준물질용액 [1% 크로톤산용액(crotonic acid, 사용 시 조제)] 1mL을 넣은 10mL 메스플라스크에 받는다. 물 1mL씩으로 잔류물을 녹여서 이 조작을 되풀이 하여 유출액의 전량을 10mL로

한 액을 시험용액으로 한다. 시험용액 및 표준용액 1 $\mu$ L를 취하여 다음의 조작조건으로 가스크로마토그래피법에 따라 시험한다.

#### 조작조건

칼 럼 : 크로모솔브 101(80~100메쉬)로 충전된 유리관, 스테인레스스틸관(3~4mm $\times$ 1~3m) 또는 이와 동등한 것

검 출 기 : 수소염이온화검출기(FID)

주입부온도 : 200~240 $^{\circ}$ C

칼 럼 온 도 : 160~200 $^{\circ}$ C(크로모솔브 101)

110~120 $^{\circ}$ C(AT-1200)

검출기온도 : 200~250 $^{\circ}$ C

캐리어가스 및 유량 : N<sub>2</sub>, 30~60mL/min

#### 시 액

표준용액 : 프로피온산 0.1g을 달아 내부표준물질용액 10mL에 녹이고 물을 가하여 100mL로 한 액을 표준용액으로 한다(이 액 1mL는 프로피온산 1.0mg 함유). 사용 시 조제한다.