

터셔리부틸히드로퀴논
tert-Butylhydroquinone

분자식: C₁₀H₁₄O₂

분자량: 166.22

이 명: Mono-tert-butylhydroquinone; TBHQ

INS No.: 319

CAS No.: 1948-33-0

함 량 이 품목은 터셔리부틸히드로퀴논(C₁₀H₁₄O₂) 99.0% 이상을 함유한다.

성 상 이 품목은 백색의 결정성 고체로서 특이한 냄새가 있다.

확인시험 이 품목 수 mg에 메탄올 1mL를 가하여 녹이고 25% 디메틸아민용액 몇 방울을 가하면 홍~적색을 나타낸다.

순도시험 (1) 비소 : 이 품목을 비소시험법에 따라 시험할 때, 그 양은 4.0ppm 이하이어야 한다.

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

(3) 융점 : 이 품목의 융점은 126.5~128.5°C이어야 한다.

(4) 터셔리부틸파라벤조퀴논 : 다음의 시험방법에 따라 시험할 때, 터셔리부틸파라벤조퀴논의 양은 0.2% 이하이어야 한다.

기구 및 장치 : 불화칼슘재질의 0.4mm 액체용셀 및 복광속식적외분광광도계

표준용액의 조제 : 터셔리부틸파라벤조퀴논 10mg을 정밀히 달아 클로로포름 소량을 가하여 녹인 후 전량을 10mL로 한다.

시험용액의 조제 : 고속혼합기를 사용하여 미리 미세한 분말로 분쇄한

이 품목 1g을 정밀히 달아 10mL 메스플라스크에 취하여 클로로포름을 채워 5분간 추출한 다음 밀리포아여과기(UHWP01300) 또는 이와 동등한 것으로 여과하여 시험용액으로 한다.

시험조작 : 클로로포름을 대조셀에, 표준용액을 검체용셀에 각각 넣어 분광광도계의 각각의 위치에 장치한 후 $1,600\sim 1,775\text{cm}^{-1}$ 적외부스펙트럼을 기록한다. 이 스펙트럼의 $1,612\sim 1,750\text{cm}^{-1}$ 에서 기본선을 긋고, $1,659\text{cm}^{-1}$ 에서 표준용액의 순흡광도를 구하여 A_s 라 하고 동일한 방법으로 시험용액의 순흡광도를 구하여 A_u 라 하고, 다음 계산식에 따라서 터셔리부틸파라벤조퀴논의 양을 구한다.

$$\text{터셔리부틸파라벤조퀴논(\%)} = 100 \times \frac{A_u}{A_s} \times \frac{W_s}{W_u}$$

W_s : 표준품의 채취량(mg)

W_u : 검체의 채취량(mg)

(5) 톨루엔 : 이 품목 2g을 정밀히 달아 옥틸알콜에 녹여 10mL로 하여 시험용액으로 한다. 이 시험용액과 아래와 같이 조제한 표준용액을 각각 5 μ L 씩 주입하여 가스크로마토그래피에 따라 시험할 때, 그 양은 0.0025% 이하이어야 한다.

표준용액의 조제 : 톨루엔 25mg을 정밀히 달아 옥틸알콜에 녹여 50mL로 한다. 이 액 10mL를 옥틸알콜로 100mL로 채운다.

조작조건

칼 럼 : 3.18mm×3.66m의 스텐레스관

칼럼충전제 : 60~80메쉬의 디아토포트S 또는 이와 동등한 가스

크로마토그래피용담체에 10%의 실리콘 SE-30을 입힌다.

검 출 기 : 수소염이온화검출기(FID)

주입구온도 : 275℃

칼럼 온도 : 70℃에서 280℃까지 분당 15℃비율로 승온하여 유지한다.

검출기온도 : 300℃

캐리어가스 및 유량 : 헬륨 또는 질소, 분당 50mL 또는 톨루엔이 약 3분에 나오도록유량을 조절한다.

$$\text{톨루엔의 양(\%)} = \frac{\text{Sa의 피크높이}}{\text{St의 피크높이}} \times \frac{\text{St의 농도(w/v\%)}}{\text{Sa의 농도(w/v\%)}} \times 100$$

(6) 자외부흡광도 : L-아스코브산 1g을 50% 에탄올 200mL에 녹여 500mL 분액깔대기(S-1)에 취하고 이 품목 약 50g을 정밀히 달아 이 분액깔대기에 취하여 흔들어 녹인 다음 이소옥탄 50mL를 가하여 3분간 추출하여 정치하고 하층인 수층을 500mL 분액깔대기(S-2)에 옮겨 이 수층에 이소옥탄 50mL를 가하여 추출하여 다시 하층인 수층을 500mL 분액깔대기(S-3)에 옮기고 이에 다시 이소옥탄 50mL를 가하여 추출하고 수층은 버린다. 각각의 이소옥탄추출액(S-1, S-2, S-3)을 0.5% 아스코브산의 에탄올·물(25 : 75)용액 100mL씩으로 1분간 흔들어 2회 추출하고 정치시킨 후 하층인 수층을 버리고 이소옥탄용액에 에탄올·물(5 : 95)용액 100mL씩으로 2회 추출한 다음 수층은 버린다. 최종적으로 물 100mL씩으로 2회 이소옥탄액을 씻어주고 씻은 물은 버린다. 따로 크로마토그래피용칼럼에 무수황산나트륨 100g을 채운 다

음 이소옥탄 75mL로 칼럼을 씻고 씻은 액은 버린다. 이 칼럼을 통해 S-1 이소옥탄액을 통과하여 500mL 증류플라스크에 여과액을 모으고 S-2에 있는 이소옥탄액으로 S-1을 씻어 칼럼위로 부어 그 플라스크에 여액을 모으고 S-3에 있는 이소옥탄액으로 S-2, S-1을 연속적으로 씻어 통과시킨 다음 이소옥탄 25mL로 2회 S-3, S-2, S-1 순으로 씻어 칼럼을 통과, 증류플라스크에 모으고 칼럼을 제거한다. 이소옥탄여액이 담겨진 500mL 증류플라스크에 유리구 2, 헥사데칸 2mL를 가하고 알맞은 감압증류장치를 플라스크에 연결하여 약1/3 기압으로 한 다음 플라스크를 수욕상에 담그고 용매를 증류시킨다. 용매를 받는 수기에 이소옥탄이 떨어지지 않으면 감압을 해지하고 증류두꼭대기를 통해 이소옥탄 5mL로 그 플라스크 기벽을 씻고 다시 가온 및 1/3 기압으로 감압하여 이소옥탄을 약 1분내에 증류시키고 증류가 거의 끝나면 이소옥탄 5mL를 사용하여 반복조작한다. 증류플라스크에 남은 잔류물을 이소옥탄을 사용하여 10mL 메스플라스크에 옮기고 이소옥탄으로 채워 흔들어 검액으로 한다. 검체와 동일한 조작을 행한 이소옥탄을 대조액으로 액층 5cm의 실리카겔셀을 사용하여 파장 250nm~400nm에서 자외부흡수스펙트럼을 측정한다. 검액과 대조액에 대하여 (a) 280~289nm, (b) 290~299nm, (c) 300~359nm, (d) 360~400nm에서 액층 cm당 최대흡광도를 측정하고 검액흡광도에서 대조액흡광도를 뺀 액층 cm당 최대흡광도를 구할 때, 그 값의 차는 (a) 0.15, (b) 0.12, (c) 0.08, (d) 0.02를 초과해서는 아니 된다.

(7) 2,5-디-터셔리부틸히드로퀴논과 히드로퀴논 : 다음의 시험방법에 따라 시험할 때, 2,5-디-터셔리부틸히드로퀴논의 양은 0.2%, 히드로퀴논의 양은 0.1% 이하이어야 한다.

표준원액조제 : 히드로퀴논, 2,5-디-터셔리부틸히드로퀴논, 메틸벤조에이트(내부표준 물질) 약 50mg을 정밀히 달아 각각을 피리딘으로 용해하고 전량을 50mL로 채운다.

표준용액의 조제 및 검량선의 작성 : 히드로퀴논표준원액 0.5, 1.0, 2.0, 3.0mL를 10mL 메스플라스크에 각각 취하고 이에 메틸벤조에이트내부표준원액 2mL씩을 넣고 피리딘으로 10mL로 채운다. 따로 같은 방법으로 2,5-디-터셔리부틸히드로퀴논 검량선용용액을 만들고 다음과 같이 트리메틸실릴유도체를 만든다. 2mL의 혈청용바이알에 검량선용용액 9방울을 가하고 바이알뚜껑을 닫아 50mL 가스주사기로 감압시킨 후 N,O-비스트리메틸실릴아세트아미드 250 μ L를 가하여 80 $^{\circ}$ C에서 10분간 가열한다. 이와 같이 만든 각각의 검량선용표준용액을 10 μ L씩 2회 가스크로마토그래피에 주입하여 내부표준물질에 대한 히드로퀴논의 농도비를 횡축으로, 내부표준물질에 대한 히드로퀴논의 반응(피크)비를 종축으로 하여 검량선을 작성한다. 따로 같은 방법으로 2,5-디-터셔리부틸히드로퀴논에 대하여도 검량선을 작성한다.

시험용액의 조제 : 이 품목 약 1g을 정밀히 달아 10mL 메스플라스크에 취하고 메틸벤조에이트내부표준원액 2mL를 가하고 피리딘으로 10mL로 채운다. 위의 표준용액과 같은 방법으로 트리메틸실릴유도체

를 만들어 10 μ L씩 2회 가스크로마토그래피에 주입한다. 유지시간은 분 단위로 메틸벤조에이트는 2.5, 히드로퀴논의 트리메틸실릴유도체는 5.5, 터셔리부틸히드로퀴논의 트리메틸실릴유도체는 7.3, 2,5-디-터셔리부틸히드로퀴논의 트리메틸실릴유도체는 8.4이다. 여기서 얻어진 각각의 피크면적을 측정하여 내부표준물질에 대한 히드로퀴논과 2,5-디-터셔리부틸히드로퀴논의 반응비를 계산하여 내부표준물질에 대한 히드로퀴논과 2,5-디-터셔리부틸히드로퀴논의 농도비를 검량선으로부터 구하여 다음 계산식에 따라 히드로퀴논과 2,5-디-터셔리부틸히드로퀴논 함량(%)을 구한다.

조작조건

칼 럼 : 6.35mm \times 0.6m의 스텐레스관

칼럼충전제 : 60~80메쉬의 디아토포트S 또는 이와 동등한 가스 크로마토그래피용담체에 20%의 실리콘 SE-30을 입힌다.

검 출 기 : 열전도도검출기(TCD)

주입구온도 : 300 $^{\circ}$ C

칼 럼 온 도 : 100 $^{\circ}$ C에서 270 $^{\circ}$ C까지 분당 15 $^{\circ}$ C비율로 승온하여 유지한다.

검출기온도 : 300 $^{\circ}$ C

캐리어가스 및 유량 : 헬륨 또는 질소, 100mL/min

$$A = Y \times I \times \frac{10}{S}$$

A : 검체중의 히드로퀴논 또는 2,5-디-터셔리부틸히드로퀴논의 양(%)

Y : 검량선 횡축에서 얻어진 내부표준물질에 대한 히드로퀴논 또는 2,5-디-터셔리부틸히드로퀴논의 농도비

I : 시험용액중의 내부표준물질의 양(w/v%)

S : 검체의 채취량(g)

정 량 법 이 품목을 분말로 하여 약 170mg을 정밀히 달아 메탄올 10mL로 녹이고 물 150mL, 1N 황산 1mL 및 디페닐아민지시액(p-디페닐아민설폰산나트륨 300mg을 0.1N 황산 100mL에 녹여서 만든다) 4방울을 가하고 0.1N 황산제이세륨용액으로 적정한다. 황색에서 적자색으로 변하는 점을 종말점으로 한다. 0.1N 황산제이세륨용액 소비 mL수를 V라 하고, 검체중의 C₁₀H₁₄O₂의 함량(%)을 다음에 따라 구한다.

$$\text{함 량(\%)} = \frac{(V-0.1\text{mL}) \times 0.8311}{\text{검체의 채취량(g)}} - (\text{히드로퀴논(\%)} \times 1.51) - (2,5\text{-디-터셔리부틸히드로퀴논(\%)} \times 0.75)$$

0.1mL : 검체중의 통상 존재하는 터셔리부틸히드로퀴논의 1차 산화물이 소비하는 황산제이세륨용액 mL수이다.