

# T. L. C. 에 의한 有機고무藥品の 分析

金 鍾 爽※

## <序 言>

現今 有機化合物 分析은 生産者나 使用者 뿐만 아니라 品質管理나 수요자의 要請等 여러가지 目的으로 多大한 比重을 차지하고 있다. 이의 解決策으로 여러가지 方法이 採擇되고 있는바 이의 例로서 IR spectrometer NMR(Nuclear Magnetic Resonance)과 같은 機器分析 方法이라 던지 從來부터 利用해오던 容量分析等이 있으나 이들은 機器가 高價여서 小規模 工場에 豫置하기가 過重하다던지 또한 古典의 方法等은 매우 複雜할 뿐더러 誤差가 크며 生産工場에서 緊急한 時間에 呼應할 수 없을뿐만 아니라 實驗途中 豫期치 못하던 危險이 따르게 마련인데 簡便하면서도 迅速하며 分離能力이 一目瞭然히 알 수 있는 thin layer chromatography (TLC)에 對하여 論하기로 한다.

이 T. L. C.는 本 協會誌 第二卷 第一號 “有機 고무 藥品の 分析”이란 題目中 Paper Chromatography에 對해 簡單히 記述하였지만 本稿에서는 實際的이고 細部的으로 論한 K. Nagasawa 氏와 K. Ohta 氏가 Rubber Chemistry and Technalogy에서 “Identification of organic compounding ingredients in vulcanized rubbers by thin layer chromatography”의 編譯이다.

이와같이 長點도 많지만 이와 反面에 短點도 수반 된다.

即 實驗中 chloroform과 염화탄소가 溶劑인고로 分離能力이 좋지못해 몇가지 發色試藥을 必要로 하기 때문에 簡單性, 試驗의 迅速性에 差跌을 가져오기도 한다.

그러나 여기서는 이와같은 短點들을 打開하며 滿足스러운 方法에 對하여 記述하였다.

## 機器 및 試藥

(1) Apparatus: A Toyo HC-20 Gas Chromatography를 사용.

(2) Thin layer plate: Waks社의 silica gel(Wakogel B-5)를 20×20cm의 유리板上에 0.25mm 두께로 발라 115°C에서 2時間동안 乾燥시킨다.

(3) Developing solvent:

1st direction=chloroform: beryene(10 : 9)

2nd " =ethyl alcohol.

(4) 發色試藥 :

formalin: H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1 : 4)의 混合物

(5) Isatin reagent:

Isatin을 0.01% ferric sulfate가 包含되어있는 92.5%黃酸에 녹인다.

(6) Sodium nitroprusside reagent:

이것을 1%로 만들어 使用한다.

(7) 有機 化合物의 溶液 :

有機 化合物은 Gutonw chemical社의 것이며 이것을 chloroform: beryene: methanol(2 : 1 : 1)로된 混合物이나 適當한 다른 solvent에 1%程度 녹인다.

(8) 未加黃 고무의 溶液 :

Table에 나타난 8가지 고무를 chloroform에 녹혀 1%되게 한다.

(9) 加黃된 고무 :

天然고무와 SBR를 Table II에 나타난 配合藥品과 混合하여 使用한다.

Table I

| Raw Rubber                                    | Abbreviation |
|---|--------------|
| Natural rubber                                | NR           |
| Isobutylene isoprene rubber                   | IIR          |
| Styrene butadiene rubber                      | SBR          |
| Nitrile butadiene rubber                      | NBR          |
| Hypalon                                       | HP           |
| Acrylo butadiene rubber                       | ABR          |
| Polyurethane                                  | UR           |
| Ethylene propylene butadiene (sic) terpolymer | EPT          |

Table II

Recipe of samples

|                  |     |
|------------------|-----|
| NR (SBRblend)    | SBR |
| PMH <sup>a</sup> | PMH |

※ 國立工業研究所 고무 研究室

|              |                   |
|--------------|-------------------|
| MBTS         | PIPD <sup>a</sup> |
| DPG          | MBTS              |
| Stearic acid | TMTM              |
| Polyethylene | Polyethylene      |
| Sulfur       | Sulfur            |
| Zinc oxide   | Zinc oxide        |
| Carbon black | Carbon black      |

a; Identified in Table III

T. L. C. 에 있어 有機藥品의 使用法

포화된 展開 Solvent 를 chamber 에 담고 이 속에다 thin layer plate 를 놓고 實驗하고자 하는 化合物을 10 μl 되겠끔 spot 한다음 처음에는 chloroform: benzene 混合液에 展開시키고 다음에는 ethanol 로 展開한다.

그러나 2 번째 展開 卽 ethanol solvent 를 使用하는

것은 一次展開(chloroform: benzene)에서 展開되지 않는 物質일 때만 使用하며 展開된 plate 를 formaline sulfuric acid 의 混合液인 發色試藥으로 霧霧하며 이때 板上의 一部分은 卽時 色상이 나타나는데 이 色상은 "Color I"에 나타난거와 같다.

다음 操作으로 120°C 에서 한時間동안 乾燥하고나면 各 物質의 固有한 色을 나타내어 알수 있는데 이것은 "Color II"와 같이 나타난다.

Table III 은 one dimensional TLC 의 實驗結果를 나타내었고 Table IV 는 two dimensional TLC 에 對한 結果值이며 大部分의 化合物은 一次 展開로 거의 다 確認할수있지만 이중에서 確認못하였는 것은 2次展開로 分離確認 할수있다.

Table III

*R<sub>f</sub>* value and coloiration of organic rubber chemicals(on one dimensional chromatograms)

| Chemical  | <i>R<sub>f</sub></i> value |                                  |                                  |
|---|----------------------------|----------------------------------|----------------------------------|
|   | chloroform/benzne          | Color 1 <sup>a</sup>             | Color 2 <sup>b</sup>             |
| Diphenylguanidine (DPG)                             | 0.00                       | —                                | Golden honey                     |
| Di-o-tolyl guanidine (DOTG)                         | "                          | —                                | Sepia                            |
| o-Tolyl biguanidine (OTBG)                          | "                          | —                                | Brown olive                      |
| 2-Mercaptobenzothiazole (MBT)                       | 0.33±0.03                  | —                                | Citronelle                       |
| N-Cyclohexyl-2-benzothiazole sulfenamide (CBS)      | 0.28±0.03                  | Lemon yellow                     | White                            |
| Dibenzothiazyl disulfide (MBTS)                     | 0.62±0.02                  | —                                | Citrus green                     |
| N-Oxydiethylene-2-benzothiazole-sulfenamide (OBS)   | {0.06±0.02<br>0.23±0.03    | Citron yellow<br>Yellowish white | Citron yellow<br>Yellowish white |
| Zinc salt of 2-mercaptobenzothiazole (ZMBT)         | 0.13±0.01                  | —                                | "                                |
| 2-Mercapto imidazoline (MI)                         | 0.00                       | —                                | Pale yellowish white             |
| Sodium dimethyl dithiocarbamate (SDMDC)             | 0.50±0.01                  | —                                | Pale grayish white               |
| Sodium dibutyl dithiocarbamate (SDBDC)              | 0.59±0.01                  | —                                | Silver white                     |
| Zinc dimethyl dithiocarbamate (ZDMDC)               | 0.59±0.01                  | —                                | White                            |
| Zinc diethyl dithiocarbamate (ZDEDC)                | 0.78±0.03                  | Citron yellow                    | "                                |
| Zinc di-α-butyl dithiocarbamate (ZDBDC)             | 0.92±0.02                  | —                                | "                                |
| Zinc ethyl-phenyl dithiocarbamate (ZEPDC)           | 0.69±0.02                  | Chrome yellow                    | "                                |
| Copper dimethyl dithiocarbamate (CDMDC)             | 0.74±0.01                  | Citronell                        | Citron yellow                    |
| Selenium diethyl dithiocarbamate (SDEDC)            | 0.77±0.02                  | Pale cinnamon pink               | Salmon pink                      |
| Tellurium diethyl dithiocarbamate (TDEDC)           | 0.18±0.02                  | Lemon yellow                     | White                            |
| Piperidine penta-methylene dithiocarbamate(PPMDC)   | 0.00                       | —                                | "                                |
| Tetramethylthiuram disulfide (TMTD)                 | 0.21±0.02                  | —                                | Yellowish white                  |
| Tetraethylthiuram disulfide (TETD)                  | 0.56±0.02                  | —                                | White                            |
| Tetrabutylthiuram disulfide (TBTD)                  | 0.94±0.01                  | Spring green                     | Light cinnamon                   |
| Tetramethylthiuram monosulfide (TMTM)               | 0.32±0.04                  | —                                | White                            |
| Hexamethylenetetramine (HMT)                        | 0.00                       | —                                | Citron yellow                    |
| 1, 1'-bis (4-hydroxyphenyl) cyclohexane (DHPH)      | "                          | —                                | Pale reddish brown               |
| 4, 4' Thiobis-(6-tert-butyl-3-methylphenol) (TBBMP) | {0.74±0.02<br>0.48±0.02    | —<br>Citron yellow               | Yellow beige<br>Dark brown       |

|   |  |                                |  |
|---|--|--------------------------------|--|
|   | {0.91±0.01 —<br>0.61±0.01 —<br>0.28±0.01 — |                                | Dark brown<br>Brown<br>Grayish brown           |
| N-phenyl- $\alpha$ -naphthylamine (PANA)                              | 0.86±0.03                                  | Greenish white                 | Olive drab                                     |
| N-phenyl- $\beta$ -naphthylamine (PBNA)                               | 0.84±0.03                                  | Pale cinnamon pink             | Sepia  |
| N, N'-Di- $\beta$ -naphthyl-p-phenylenediamine (DNOP)                 | 0.72±0.01                                  | Olive drab                     | Pale yellowish brown                           |
| N, N'-Di-aryl-p-phenylenediamine (DAPD)                               | {0.92±0.03<br>0.68±0.03                    | Blue lavender<br>Pale blue     | Blue lavender<br>Raw umber                     |
| N, N'-Diphenyl-p-phenylenediamine (DPPD)                              | {0.81±0.01<br>0.56±0.02                    | Baby blue<br>Light bluish gray | Dark olive green<br>Old gold                   |
| N-Phenyl-N'-isopropyl-p-phenylenediamine (PIPD)                       | {0.22±0.02 —<br>0.13±0.01<br>0.09±0.02     | —<br>Sky blue<br>—             | Lemon yellow<br>Pale yellowish brown<br>Willow |
| Polymer of 2, 2, 4-trimethyl-1, 2-dihydroquinoline (PMH)              | 0.74±0.04                                  | —                              | Brownish white                                 |
| 6-Ethoxy-2, 2, 4-trimethyl-1, 2-dihydroquinoline (EMH)                | 0.35±0.01                                  | Safrano pink                   | Grayish red brown                              |
| Reaction product of phenyl- $\beta$ -naphthylamine and acetone (PPNA) | 0.83±0.03                                  | Citron green                   | Mustard  |
| High temperature reaction product of diphenylamine and acetone (RDA)  | 0.96±0.02                                  | Saxe blue                      | Grayish red brown                              |
| 2-Mercaptobenzoimidazole (MBI)  | 0.89±0.01                                  | Citron green                   | Cobalt blue                                    |
| Zinc salt of 2-mercaptobenzoimidazole (ZMBI)                          | 0.03±0.01                                  | —                              | Sepia  |
| Tri (nonyl phenyl) phosphite (TNPP)                                   | 0.05±0.01                                  | —                              | Warm gray                                      |
| Dilaurylthiodipropionate (DLTDP)                                      | 0.36±0.01                                  | —                              | Dark brown                                     |
| Nickel dibutylthiocarbamate (NDBDC)                                   | 0.29±0.02                                  | —                              | Warm gray                                      |
| Nickel isopropylxanthate (NIPX)                                       | 0.90±0.01                                  | —                              | White  |
| Background  | 0.93±0.01                                  | —                              | White<br>—<br>Pale grayish white               |

a Color 1; Color produced by spraying color reagent (Formalin-sulfuric acid 1/4v/v)

b Color 2; Color produced by heating for 1 hr at 120°C after spraying color reagent.  $R_f$  value in parentheses is the value of a contaminant.

Table IV

| Chemicals  | $R_f$ value (ethanol)       | Color 1 | Color 2  | OTBG   | $R_f$ value     | Color 1           | Color 2                 |
|--|-----------------------------|---------|--|--|-----------------|-------------------|-------------------------|
| Color and two dimensional $R_f$ values of organic rubber chemicals not developed with chloroform-benzene |                             |         |  | SDBDC  | {(0.85)<br>0.97 | —<br>Oyster white | Ivory<br>Brownish white |
| MI   | {0.75 —<br>(0.00) —         | —       | Brownish white<br>White  | DHPH   | {0.00 —<br>0.93 | —<br>Oyster white | Ivory<br>Plumbage       |
| DPG  | {(0.25) —<br>0.87 —         | —       | Mustard<br>Citron yellow                                       | Background   | —               | —                 | Pale grayish white      |
| DOTG   | {0.19 —<br>(0.43) —<br>0.82 | —       | Pale reddish<br>Brown<br>Pale lurplish<br>Pink<br>Oyster white | 고무로 인한 粗害作用<br>加黄된 고무에서 抽出을한 有機化合物은 raw rubber 의 分別蒸溜에 어떤 粗害作用을 한다.<br>그리고 이 raw rubber soln 은 T. L. C. 에 展開시키면 Table V 와 같은 結果를 나타낸다.<br>Base rubber 는 $R_f$ 値에 있어 0.00과 0.97과 같이 거의 비슷한 수치로 나타내며 spot 하면 特殊한 形態와 色上으로 因하여 有機 藥品과 容易하게 區別 할수있다. |                 |                   |                         |
| PPMDC  | {0.05 —<br>0.76 —<br>0.84   | —       | White<br>Oyster white<br>Brownish white                        |  |                 |                   |                         |

Table V

$R_f$  Value and color of raw rubbers (on two dimensional chromatograms)

| Rawrubber | Chloroform Benzene | Ethanol | Color 1 | Color 2       |
|-----------|--------------------|---------|---------|---------------|
| NR        | 0.96               | 0.00    | —       | Golden yellow |

|     |      |        |             |                 |
|-----|------|--------|-------------|-----------------|
| HR  | 0.94 | "      | —           | Golden honey    |
| NBR | 0.00 | { "    | —           | Yellow ochre    |
|     |      | { 0.87 | —           | Brownishwhite   |
| SBR | 0.97 | { 0.00 | Orchid pink | Dark brown      |
|     |      | { 0.71 | Pale orange | Beige           |
|     |      | { 0.88 | Pale purple | Beige           |
| HP  | 0.00 | { 0.00 | —           | Dark brown      |
|     |      | { 0.84 | —           | Pinkish gray    |
| ABR | 0.00 | 0.00   | —           | Pale pink       |
| UR  | 0.00 | 0.00   | Orchid pink | Yellowish white |
| EPT | 0.98 | { 0.00 | —           | Sepia           |
|     |      | { 0.92 | —           | Beige           |

Developing solvent 에 대한 研究

Table VI 는 여러가지 developing solvent 를 應用하여 얻은 實驗結果를 나타낸 것인데 18個 有機藥品은 acetone, benzene 및 chloroform; Ce<sub>4</sub>의 混合物과 같은 solvent 에 容易하게 展開되었고 Chlorofarm 과 같은 solvent 에서는 再結晶할수있다.

다른 展開溶劑에 對해서는 生成物을 精劑하지고 않고 自用로히 使用할수 있으며 Table VI 를 볼것 같으면 chloroform: C Cl<sub>4</sub> 混合液보다 chloroform: benzene

混合物의 solvent 가 더 一定하며 細密히 나타났다. 단지 7 가지 促進劑와 한가지 老化 防止劑 卽 DHPH 는 chloroform: benzene 混合物의 solvent 에 展開되지 않지만 Ethanol acetone 의 混合物과 ethanol 의 solvent 에서는 分離및 展開가 잘 되였고 ethanol: actone 의 混合物 solvent 에서는 長時間의 展開를 要한다던지 ethanol 은 2次操作일때 使用되는 solvent 이기 때문에 簡單性과 時間節約에 障害를 주는 矛盾이있기도 하다.

Table VI

| Chemical | <i>R<sub>f</sub></i> values of rubber chemicals |         |   |                                  |                      |                                 |                              |
|----------|---|---------|---|----------------------------------|----------------------|---------------------------------|------------------------------|
|          | Acteone   | Benzene | Chloroform/<br>Carbon<br>tetrachloride<br>(1/1) | Chloroform/<br>Benzene<br>(10/9) | Ethanol              | Ethanol/<br>Chloroform<br>(1/1) | Ethanol/<br>Acetone<br>(1/1) |
| DPG      | 0.21  | 0.00    | 0.00  | 0.00                             | (0.25)0.97           | (0.26)0.95                      | (0.49)0.96                   |
| MBT      | 0.90  | 0.13    | 0.12  | 0.33                             | 0.90                 |                                 |                              |
| CBS      | 0.96  | 0.12    | 0.55  | 0.28                             | 0.95                 |                                 |                              |
| ZMBT     | 0.00  | 0.00    | 0.00  | 0.13                             | 0.00(0.92)           |                                 |                              |
| ZDMDC    | 0.92  | 0.00    | 0.54  | 0.59                             | 0.00                 |                                 |                              |
| ZDBDC    | 0.97  | 0.71    | 0.99  | 0.92                             | 0.90                 |                                 |                              |
| TMTD     | 0.94  | 0.07    | 0.40  | 0.21                             | 0.43                 |                                 |                              |
| TMTM     | 0.92  | 0.00    | 0.09  | 0.32                             | 0.82                 |                                 |                              |
| DHPH     | 0.91  | 0.00    | 0.00  | 0.00                             | (0.00)0.93           | (0.00)0.95                      | (0.00)0.86                   |
| TBBMP    | 0.97  | 0.85    | 0.48  | 0.48(0.74)                       | 0.00 0.93            |                                 |                              |
| PANA     | 0.92  | 0.81    | 0.91  | 0.86                             | 0.90                 |                                 |                              |
| PBNA     | 0.92  | 0.62    | 0.80  | 0.84                             | 0.89                 |                                 |                              |
| DPPD     | 0.96  | 0.18    | 0.58  | 0.56(0.81)                       | 0.87                 |                                 |                              |
| PIPD     | 0.90  | 0.04    | 0.09  | 0.13(0.09)<br>(0.22)             | (0.87)(0.93)<br>0.98 |                                 |                              |
| PMH      | 0.89  | 0.15    | 0.31  | 0.74                             | 0.95                 |                                 |                              |
| EMH      | 0.91  | 0.25    | 0.10  | 0.35                             | 0.91                 |                                 |                              |
| MBI      | 0.90  | 0.08    | 0.00  | 0.03                             | 0.87                 |                                 |                              |
| NDBDC    | 0.94  | 0.90    | 0.87  | 0.90                             | 0.86                 |                                 |                              |
| DOTG     |   |         |   | 0.00                             | 0.19(0.82)           | 0.23(0.73)                      | 0.36(0.95)                   |
| OTBG     |   |         |   | 0.00                             | 0.04(0.82)           | 0.02(0.91)                      | 0.05(0.89)                   |
| MI       |   |         |   | 0.00                             | (0.00)0.75           | 0.95(0.00)                      | 0.76(0.00)                   |

|       |                      |                    |                      |
|-------|----------------------|--------------------|----------------------|
| SDBDG | (0.85)0.97           | 0.86(0.97)         | 0.84(0.96)           |
| PPMDC | 0.00                 | 0.05(0.76)<br>0.84 | 0.07(0.90)<br>(0.93) |
| HMT   | 0.00                 | 0.89               | 0.12                 |
| ZMBI  | 0.05                 | 0.86               |                      |
| TDEDG | 0.18                 | 0.75               |                      |
| OBS   | (0.23)(0.06)         | 0.82               |                      |
| DLTDP | 0.29                 | 0.95               |                      |
| TNPP  | 0.36                 | 0.72               |                      |
| SDMDC | 0.50                 | 0.82               |                      |
| TETD  | 0.56                 | 0.89               |                      |
| MBTS  | 0.62                 | 0.88               |                      |
| DAPD  | 0.68(0.92)           | 0.88               |                      |
| ZEPDC | 0.69                 | 0.00               |                      |
| CDMDC | 0.74                 | 0.90               |                      |
| DNPD  | 0.72                 | 0.86               |                      |
| SDEDC | 0.77                 | 0.80               |                      |
| PPNA  | 0.83                 | 0.92               |                      |
| ZDEDC | 0.78                 | 0.11               |                      |
| PPNA  | 0.83                 | 0.92               |                      |
| ROA   | 0.89(0.96)           | 0.89               |                      |
| SP    | 0.91(0.61)<br>(0.28) | 0.00               | 0.92                 |
| NIPX  | 0.93                 | 0.83               |                      |
| TBTD  | 0.94                 | 0.94               |                      |

#### 發色試藥과 發色作用

一般으로 볼때 有機化合物은 amino, imino, mercapto, benzothiazole group 과 같이 functional group 을 가지고 있어 이의 作用에 對하여 觀察해보면 흥미롭다.

卽 發色反應에 있어서는 Isatin reagent 와 Na-nitroprusside 試藥은 窒素와 硫黃을 含有하고있는 化合物에 對해서 銳敏하고도 特殊한 發色反應을 일으키며 for-

malin: sulfuric acid 混合物의 試藥은 unsaturated group 과 發色反應을 하며 sod-nitroprusside 와 같은 試藥을 利用할때는 sample 을 水산화 나트륨에 加하여 alkali性으로 만들며 formalin: sulfuric acid 混合液 試藥은 試藥을 加한후 試料를 120°C 에서 乾燥하며 Isatin 의 경우에는 試料를 그냥 試料를 바르면 되고 이렇게 하면 plate 上에서 各各 獨特한 發色反應을 일으킨다.

그리고 Table VII 에서 알수 있듯이 Isatin reagent

Table VII

Color reaction of rubber chemicals on a spot-test plate

Color reagent

| Chemical | Color reagent        |                 |                        |
|----------|----------------------|-----------------|------------------------|
|          | Sodium nitroprusside | Isatin          | Formalin sulfuric acid |
| DPG      | Pinkish white        | Orange          | Purplish pink          |
| DOTG     | Pink                 | Colorless       | Pinkish gray           |
| OTBG     | Pink                 | Reddish brown   | Grayish brown          |
| MBT      | Yellow               | Yellow          | Greenish yellow        |
| CBS      | Colorless            | Colorless       | Pale yellowish white   |
| OBS      | Colorless            | Yellowish white | Colorless              |
| ZMBT     | Colorless            | Colorless       | Colorless              |
| MI       | Blue                 | Yellowish brown | Colorless              |
| ZDMDC    | Colorless            | Yellowish white | Grayish white          |

|       |                    |                 |                       |
|-------|--------------------|-----------------|-----------------------|
| ZDEDC | Colorless          | Colorless       | Colorless             |
| ZDBDC | Colorless          | Brownish black  | Colorless             |
| ZEPDC | Pale grayish white | Brownish black  | Colorless             |
| CDMDC | Brownish black     | Yellow green    | Pale yellow green     |
| SDEDC | Colorless          | Brownish black  | Light yellowish orang |
| TDEDC | Yellow             | Orange          | Pale yellowish white  |
| PPMDC | Pale brown         | Colorless       | Colorless             |
| TMTD  | Orange             | Yellow green    | Pale yellowish white  |
| TETD  | Colorless          | Pale yellow     | Colorless             |
| TMTM  | Green              | Orange          | Pale yellow brown     |
| HMT   | Yellow             | Orange          | Colorless             |
| DHPH  | Colorless          | Yellowish white | Colorless             |
| TBBMP | Colorless          | Purple          | Brown                 |
| PANA  | Colorless          | Yellowish brown | Dark yellowish green  |
| PBNA  | Pinkish white      | Yellowish brown | Grayish yellow brown  |
| DNPD  | Pink               | Yellowish brown | Pale yellow brown     |
| DPPD  | Colorless          | Pink            | Dark yellowish brown  |
| DAPD  | Gray               | Olive           | Yellowish brown       |
| PIPD  | Blue               | Brownish black  | Light blush gray      |
| PMH   | Yellowish brown    | Olive           | Yellowish white       |
| EMH   | Yellowish brown    | Green           | Pale yellowish brown  |
| MBI   | Colorless          | Orange          | Yellow                |
| ZMBI  | Green              | Colorless       | Pale green            |
| DLTDP | Colorless          | Orange          | Grayish yellow brown  |
| NIPX  | Yellowish brown    | Brownish black  | Grayish white         |
| NDBDC | Green              | Orange          | Colorless             |

를 사용했을 때는 8가지藥品이 無色으로 나타나며 formalin: sulfuric acid 混合試藥은 11가지, Sod-nitroprusside는 14가지가 無色으로 나타난다.

이러한 것으로 볼때 Isatin reagent가 가장發色이 잘 나타난다는 것을 알수있고 formalin: sulfuric acid 混合물은 11가지가 나타나지 않지만 다른것보다 色相이 뚜렷하여 識別하기가 쉽다.

0.1mg의 有機化合物 各各을 TLC板에 展開시킬때 Isatin reagent로써 32%의 試料를 確認할 수 있지만 나머지 成分은 無色으로 나타나 確認할수가 없으며 formalin: sulfuric acid 混合液을 利用할때는 거의 모두 發色되어 確認될 수 있지만 色相이 同一한 系統의 흡색이나 회색으로 나타나기 때문에 區別하기가 固難하여 短點이기도 하다.

#### 實驗 操作

위의 結果를 土臺로 다음과 같이 實驗을 했다. 卽 加黃고무는 50 mesh 보다 작은 粉末로 하여 이것을 0.1~0.5gm 取하여 室溫에서 chloroform, acetone 그리고 methanol에서 抽出을 하여 이 抽出物을 습하고 난뒤 減壓下 30°C 以下에서 濃縮하고 난뒤 이 濃縮

物을 다시 室溫에서 methanol로 抽出하였다.

다음 이 抽出物을 one dimensional TLC에 展開시키면 table III에 나타난것과 같이 알고자 하는 有機化合物을 色相으로 區分 確認할수 있는데 만약 模糊한 色相이 나타나면 實驗物과 의심스러운 化合物을 다시 TLC에 걸어 展開시킨다.

그리고 chloroform: benzene의 solvent로 展開시켜 色相이 뚜렷치 않는것은 2nd direction으로 展開시키고 나머지 化合物을 table IV에 나타난것과 같이 서로 比較하여 確認한다.

#### 加黃고무의 分析 및 確認

이때까지 實驗하였던 것을 좀더 뚜렷히 하기 爲하여 實際적으로 加黃된 고무를 分析하였는데 시료는 NR과 SBR과 既知의 有機藥品, IIR 그리고 unknown 化合物을 使用하였다.

分析方法은 이에 記述한것과 같은方法으로 하였는데 NR에 對한 one dimensional TLC의 結果는 table VIII에 나타난바와 같다.

이 結果에서 PMH와 MBTS도 함께 共存한다는 것을 알수 있으며  $R_f=0.00$ 인 物質은 2nd direction에서