

식품첨가물규격및기준 개정

식품위생법 제7조제1항의 규정에 의한 식품첨가물의 규격 및 기준을 다음과 같이 개정 고시한다.

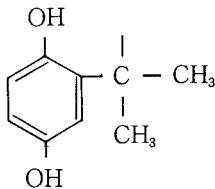
1989. 7. 6.

보 건 사 회 부 장 관

식품첨가물의 규격 및 기준중 381. 웰락 다음에 382. 터셔리부틸히드로퀴논, 383. 푸마르산제일철, 384. 폴리소르베이트60, 385. 폴리소르베이트65, 386. 폴리소르베이트80, 387. 스테아린산마그네슘 및 388. 폴리덱스트로스의 규격 및 기준을 다음과 같이 신설하고 310. 폴리소르베이트20의 규격 및 기준을 다음과 같이 개정한다.

382. 터셔리부틸히드로퀴논 (TBHQ)

tert-Butylhydroquinone : Mono-tert-Butylhydroquinone



분자량166.22

$C_{10}H_{14}O_2$

터셔리부틸히드로퀴논의 성분규격

함량 : 이 품목은 터셔리부틸히드로퀴논 ($C_{10}H_{14}O_2$) 99% 이상을 함유한다.

성상 : 이 품목은 백색의 결정성고체로서 특이한 냄새가 있으며, 알콜과 에테르에 녹고

물에는 녹지 않는다.

확인시험 : 이 품목 수mg에 메탄올 1ml를 가하여 녹이고 25% 디메틸아민용액 몇 방울을 가하면 홍색~적색을 나타낸다.

순도시험

(1) 비소 : 이 품목 0.25g을 취하여 「구아검」의 순도시험(1)에 따라 시험한다(4PPM이하).

(2) 중금속 : 이 품목 2g을 취하여 「구아검」의 순도시험(2)에 따라 시험한다(10PPM).

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

(4) 터셔리부틸파라벤조퀴논 : 다음의 시험 방법에 따라 시험할 때, 터셔리부틸파라벤조퀴논의 양은 0.2%이하 이어야한다.

기구 및 장치 : 불화칼슘 재질 0.4mm액체용셀 및 복광속식 적외분광 광도계

표준용액의 조제 : 터셔리부틸파라벤조퀴논 10mg을 정밀히 달아 사염화탄소 소량을 가하여 녹인 후 전량을 10ml로 한다.

시험용액의 조제 : 고속혼합기를 사용하여 미리 미세한 분말로 분쇄한 이 품목 1g을 정밀히 달아 10ml 메스플라스크에 취하여 사염화탄소를 채워 5분간 추출한 다음 밀리포여과기(UHWP01300) 또는 그와 동등한 것으로 여과하여 시험용액으로 한다.

시험조작 : 사염화탄소를 대조셀에, 표준용액을 검체용셀에 각각 넣어 분광광도계의 각각의 위치에 장치한 후 1,600~1,775cm⁻¹에서 적외부스펙트럼을 기록한다. 이 스펙트럼의 1,612~1,750cm⁻¹에서 기본 선을 긋고, 1,659cm⁻¹에서 표준용액의 순흡광도를 구하여 As라 하고 동일한 방법으로 시험용액의 순흡광도를 구하여 Au라 하고, 다음 식에 따라 터서리부틸파라벤조퀴논의 양을 구한다.

$$\text{터서리부틸파라벤조퀴논(\%)} = 100 \times \frac{Au}{As} \times \frac{Ws}{Wu}$$

Ws : 표준품의 채취량(mg)

Wu : 검체의 채취량(mg)

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

표준용액의조제 : 톨루엔 25mg을 정밀히 달아 옥탄올에 녹여 50ml로 한다. 이 액 10ml를 옥탄올로 100ml로 채운다.

조작조건 :

칼럼 : 3.18mm×3.66m의 스텐레스관

칼럼충전재 : 60~80메쉬의 디아토포트S 또는 이와 동등한 가스크로마토그래피용 담체에 10%의 실리콘 SE-30을 입힌다.

검출기 : 수소염이온화검출기

주입구온도 : 275°

칼럼온도 : 70°에서 280°까지 분당 15°비율로 승온하여 유지한다.

검출기온도 : 300°

캐리어가스 : 헬륨 또는 질소, 분당 50ml 또는 톨루엔이 약 3분에 나오도록 유량을 조절한다.

$$\text{톨루엔의 양(\%)} = \frac{Sa \text{의 피크높이}}{St \text{의 피크높이}} \times \frac{St \text{의 농도}(W/V\%)}{Sa \text{의 농도}(W/V\%)} \times 100$$

(6) 자외부흡광도 : L- 아스코르빈산 1g을 에탄올 100ml, 물 100ml에 녹여 500ml 분액갈대기(S-1)에 취하고 이 품목 약 50g을 정밀히 달아 이 분액갈대기에 넣고 흔들어서 녹인 다음, 이소옥탄 50ml를 가하여 3분간 추출하여 정치하고 하층인 수층을 500ml분액갈대기(S-2)에 옮겨 이 수층에 이소옥탄 50ml를 가하여 추출하여 다시 하층인 수층을 500ml 분액갈대기(S-3)에 옮기고, 이에 다시 이소옥탄 50ml를 가하여 추출하고 수층은 버린다. 각각의 이소옥탄추출액(S-1, S-2, S-3)을 0.5% 아스코르빈산의 에탄올·물(25:75)용액 100ml씩으로 1분간 흔들어서 2회 추출하고 정치시킨 수 하층인 수층을 버리고 이소옥탄용액을 에탄올·물(5:95)용액 100ml씩 2회 추출한 다음 수층은 버린다. 최종적으로 물 100ml씩 2회 이소옥탄액을 씻고, 씻은 물은 버린다. 크로마토그래피용 칼럼에 무수황산나트륨 100ml로 채운 다음 이소옥탄 75ml로 칼럼을 씻고 이 칼럼을 통해 S-1 이소옥탄액을 통과하여 500ml 증류플라스크에 여과액을 모으고 S-2에 있는 이소옥탄액으로 S-1 씻어 칼럼위로 부어 그 플라스크에 여과액을 모으고 S-3에 있는 이소옥탄액으로 S-2, S-1을 연속적으로 씻어 통과시킨 다음 이소옥탄 25ml로 2회 S-3, S-2, S-1순으로 씻어 칼럼을 통과, 증류플라스크에 모으고 칼럼을 제거한다. 이소옥탄여액이 담겨진 500ml 증류플라스크에 유리구2, 헥사데칸 2ml를 가하고 알맞은 감압증류장치를 플라스크에 연결하여 약 1/3 기압으로 한 다음 플라스크를 수욕상에 담그고 용매를 증류시킨다. 용매를 받는 수기에 이소옥탄이 떨어지지 않으면 감압을 해지하고 증류두 꼭대기를 통해 이소옥탄 5ml로 그 플라스크 기벽을 씻고, 다시 가온 및 1/3기압으로 감압하여 이소옥탄을 약 1분내에 증류시키고 증류가 거의 끝나면 이소옥탄 5ml를 사용하여 반복 조작한다.

증류플라스크에 남은 잔류물을 이소옥탄을 사용하여 10ml 메스플라스크에 옮기고 이소옥탄으로 채워 흔들어 검액으로 한다. 검체와 동일한 조작을 행한 이소옥탄을 대조액으로 액층 5cm의 실리카겔셀을 사용하여 파장 400nm~250nm에서 자외스펙트럼을 구한다. 검액과 대조액에 대하여 (a) 280~289nm, (b) 290~299nm, (c) 300~359nm, (d) 360~400nm에서 액층 cm당 최대흡광도를 구하고 검액흡광도에서 대조액흡광도를 뺀 액층 cm당 최대순흡광도를 측정하여 각 파장범위에서의 최대순흡광치가 (a) 0.15, (b) 0.12, (c) 0.08 (d) 0.02를 초과해서는 안된다.

(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 (내부표준물질) 약 50mg을 정밀히 달아 각각을 피리딘으로 용해하고 전량을 50ml 채운다.

검량선용표준용액조제 및 검량선작성 : 히드로퀴논표준원액 0.5, 1.0, 2.0, 3.0ml를 10ml 메스플라스크에 각각 취하고 이에 메틸벤조에이트 내부표준원액 2ml씩을 넣고 피리딘으로 10ml로 채운다. 같은 방법으로 2,5-디-터셔리부틸히드로퀴논검량선 표준용액을 만든다. 다음과 같이 트리메틸실릴유도체를 만든다 : 2ml 혈청용바이알에 검량선용표준용액 9방울을 가하고 바이알 뚜껑을 달아 50ml 가스주사기로 감압시킨 후 N, O-비스트리메틸실릴아세트아미드 250 μ l를 가하여 80°에서 10분간 가열한다. 이와 같이 만든 각각의 표준용액 10 μ l씩 2회 크로마토그래피에 주입하여 내부표준물질에 대한 히드로퀴논의 농도비를 횡축으로, 내부표준물질에 대한 히드로퀴논의 반응(피크)비를 종축으로 하여 검량선을 작성한다. 동일한 방법으로 2,5-디-터셔리부틸히드로퀴논에 대하여도 검량선을 작성한다.

시험용액의 조제 : 이 품목 약 1g을 정밀히 달아 10ml 메스플라스크에 취하고 메틸벤조에

이트 내부표준원액 2ml를 가하고 피리딘으로 10ml로 채운다. 위의 표준용액과 같은 방법으로 트리메틸실릴유도체를 만들어 10 μ l씩 2회 크로마토그래피에 주입한다. 유지시간은 분단위로 메틸벤조에이트 2.5, 히드로퀴논의 트리메틸실릴유도체 5.5, 터셔리부틸히드로퀴논의 트리메틸실릴유도체 7.3, 2,5-디-터셔리부틸히드로퀴논의 트리메틸실릴유도체 8.4이다. 얻어진 각각의 피크면적을 측정하여 내부표준물질에 대한 히드로퀴논과 2,5-디-터셔리부틸히드로퀴논의 반응비를 계산하여 내부표준물질에 대한 히드로퀴논과 2,5-디-터셔리부틸히드로퀴논의 농도비를 검량선으로부터 구하여 다음의 식에 따라 히드로퀴논과 2,5-디-터셔리부틸히드로퀴논 함량(%)을 구한다.

조작조건

칼럼 : 6.35mm×0.6m의 스텐레스관

칼럼충전제 : 60~80메쉬의 디아토포트S 또는 이와 동등한 가스크로마토그래피용담체에 20%의 실리코네SE-30을 입힌다.

검출기 : 열전도도 검출기(TCD)

주입구온도 : 300°

칼럼온도 : 100°에서 270°까지 분당 15°비율로 승온하여 유지한다.

캐리어가스 : 헬륨 또는 질소, 분당 100ml로 유속을 조정한다.

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

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)

정량법 : 이 품목을 분말로 하여 약 170mg을 정밀히 달아 메탄올 10ml로 녹이고 물 150ml, 1N황산 1ml 및 디페닐아민 지시약(P-디페닐아민설폰산나트륨 300mg을 0.1N황산 100ml에 녹여서 만든다) 4방울을 가하고 0.1N 황산제이

세용용액으로 적정한다. 황색에서 적자색으로 변하는 점을 종말점으로 한다. 0.1N 황산제이세용용액 소비 ml 수를 V 라 하고 검체중의 C₁₀H₁₄O₂의 함량(%)을 다음에 따라 구한다.

$$\text{함량}(\%) = \frac{(V-0.1\text{ml}) \times 0.8311}{\text{검체의 채취량}(g)} - (\text{히드로퀴논}(\%) \times 1.51) - (2.5\text{-디-터서리부틸히드로퀴논}(\%) \times 0.75)$$

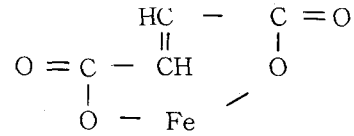
0.1ml : 검체중의 통상 존재하는 터서리부틸히드로퀴논의 1차산화물이 소비하는 황산제이세용용액 ml 수이다.

터서리부틸히드로퀴논 및 이를 함유하는 제제의 사용기준 :

터서리부틸히드로퀴논 및 이를 함유하는 제제는 유지, 버터, 어패건제품, 어패염장품, 어패냉동품 및 껌 이외의 식품에 사용하여서는 아니된다. 터서리부틸히드로퀴논 및 이를 함유하는 제제의 사용량은 터서리부틸히드로퀴논으로서 유지, 버터, 어패건제품 및 어패염장품에 있어서는 1kg에 대하여 0.2g(부틸히드록시아니솔 또는 디부틸히드록시톨루엔 또는 이들의 제제와 병용할 때는 터서리부틸히드로퀴논, 부틸히드록시아니솔 및 디부틸히드록시톨루엔으로서 사용량의 합계가 0.2g)이하, 어패냉동품(생식용 냉동선어패류 및 생식용 꿀은 제외한다) 및 고래냉동품(생식용은 제외)에 있어서는 그 침지액에 1kg에 대하여 1g(부틸히드록시아니솔 또는 디부틸히드록시톨루엔 또는 이들의 제제와 병용할 때는 터서리부틸히드로퀴논, 부틸히드록시아니솔 및 디부틸히드록시톨루엔으로서의 사용량의 합계가 1g)이하, 껌에 있어서는 그 kg에 대하여 0.75g(부틸히드록시아니솔 또는 디부틸히드록시톨루엔 또는 이들의 제제와 병행할 때는 터서리부틸히드로퀴논, 부틸히드록시아니솔 및 디부틸히드록시톨루엔으로서의 사용량의 합계가 0.75g)이하이어야 한다.

383. 푸마르산제일철

Ferrous Fumarate



분자량 169.90

C₄H₂FeO₄

푸마르산 제일철의 성분규격

함량

이 품목은 푸마르산 제일철(C₄H₂FeO₄) 96.5%~101%를 함유한다.

성상

이 품목은 등적색~적갈색의 분말로서, 냄새가 없다.

확인시험

(1) 이 품목 1.5g에 희석한 염산(1→2) 2ml와 물을 가하여 50ml로 하고 가열하여 용해한 다음 식히고 유리여과기로 여과하고 희석한 염산(3→100)으로 침전물을 세척한 다음 105°에서 건조시킨다.

여액은 확인시험(2)용으로 한다. 건조침전물 400mg에 물 3ml, 1N수산화나트륨 7ml를 가하여 완전히 녹을 때까지 잘 젓는다. 이 액이 리트머스지로 산성을 나타낼 때까지 묽은 염산용액을 가하고, P-니트로벤질브로마이드 1g, 알콜 10ml를 넣고 2시간 환류시킨 다음 식히고 여과한다.

알콜 및 물의 혼액(2:1)으로 소량씩 2회 침전물을 세척하고 소량의 물로 2회 세척한다. 뜨거운 알콜에서 재결정하여 105°에서 건조하여 융점을 측정할 때 그 융점은 약 152°이다.

(2) 위 (1)의 여액은 확인시험법중 제일철염의 반응을 나타낸다.

순도시험

(1) 비소 : 이 품목 1g을 취하여 물 10ml, 황산 10ml를 가하여 가온하여 용해시키고, 식힌

후 물 30ml를 가하여 100ml플라스크에 여과한 다음 침전물은 물로 씻고, 그 씻은 액을 여액에 합하여 물을 가하여 100ml로 하고 그중 25ml를 시험용액으로 하여 비소시험을 할 때 이에 적합하여야 한다(4PPM이하).

(2) 제이철 : 이 품목 2g을 250ml 공전삼각 플라스크에 취하여 물 25ml, 염산 4ml를 가하고 완전히 용해될 때까지 열판에서 가열한 후 실온에서 마개를 하여 방치하여 식힌 다음 오오드화칼륨 3g을 가하여 마개를 하고 잘 섞어 어두운 곳에서 5분간 방치한 다음 물 75ml를 가하고 전분시액을 지시약으로 하여 0.1N 치오황산나트륨용액으로 적정할 때 이 용액 소비 ml수가 7.16ml이하 이어야 한다.

(3) 납 : 이 품목 0.5g을 취하여 질산 3ml, 과염소산 5ml를 가하여 증발 건조하여 식힌 후 회석한 염산(1→2) 10 ml를 가하여 그 잔류 물을 수욕상에 가열하여 녹이고, 이를 시험용액으로 납시험법(디티존법)에 따라 시험할 때 이에 적합하여야 한다. 다만, 납표준용액(디티존용)은 5ml를 취하여 검체의 경우와 같이 조작한다(10PPM이하).

(4) 수은 : 이 품목 1g을 취하여 묽은 질산 30ml를 가하여 수욕상에서 가열하여 녹이고 실온에서 식힌 후 저어 No.589 여과지(또는 이와 동등한 것)를 사용하여 여과하고 묽은 질산으로 여과지를 씻고 물로 또 씻는다.

이 여액에 구연산나트륨용액 20ml와 염산히드록실아민용액 1ml를 가하고 PH미터를 이용하여 PH 1.8이 될 때까지 강암모니아시액을 가한다.

이 액을 분액깔대기에 취하여 추출용 디티존용액 5ml씩으로 2회 추출하고, 클로로포름 5ml로 추출하여 수층을 제거하고 앞의 추출액과 합한다.

합한 클로로포름추출액을 묽은염산(1→2) 10ml와 잘 흔들어 섞고 클로로포름층을 제거한 다음 다시 클로로포름 3ml를 가하여 산액에서 완전히 디티존을 제거한다.

이에 0.05m EDTA이나트륨용액 0.1ml, 6N 초산 2ml를 가하여 잘 섞고 서서히 강암모니아

시액 5ml를 가하고 이 액을 비이커에 취하여 암모니아시액으로 PH 1.8로 조정된 다음 액을 다시 분액깔대기로 옮기고 회석추출용 디티존용액 5ml를 가하여 흔들어 섞는다.

이때 수은표준용액 3ml를 취하여 묽은 질산 30ml, 구연산나트륨용액 5ml, 염산히드록실아민용액 1ml를 가하여 이하 검체와 같이 처리할 때 나타나는 색보다 진하여서 아니된다(3PPM이하).

시약

회석추출용디티존용액 : 납시험법(디티존법)의 회석추출용디티존용액 5ml와 클로로포름 25ml를 섞는다. 사용직전에 만든다.

구연산나트륨용액 : 구연산나트륨(2수물) 250g을 물 1000ml에 녹인다.

수은표준용액 : 염화수은 135.4mg을 정밀히 달아 1N 황산으로 용해시켜 100ml로한 다음 이 액 5ml를 취해 1N황산으로 500ml로 한다. 다시 이 액10ml를 취하여 1N황산으로 100ml로 한다. 이 액 1ml는 Hg 1 μ l을 함유한다.

(5) 황산염 : 이 품목 1g을 250ml 비이커에 취하여 물을 가하여 100ml로 하여 수욕상에서 가열하고 이 액이 완전히 녹을 때까지(약 2ml정도) 염산을 가한다. 필요하면 액을 여과하여 100ml로 한다. 다음 끓을 때까지 가열하고 염화바륨시액 10ml를 가하여 수욕상에서 2시간 가열한 후 하룻밤 방치한다. 침전물을 여과하고 열탕으로 침전물을 씻어 무게를 단 도가니에 침전물과 여지를 함께 옮기고 600°에서 회화한 후 항량할 때 그 양은 SO₄로서 0.2%이하이어야 한다. 이 잔류물 1mg은 SO₄ 0.412mg에 해당한다.

건조감량 : 105°에서 16시간 건조할 때 그 감량은 1%이하이어야 한다.

정량법 : 이 품목 약 500mg을 정밀히 달아 500ml 삼각플라스크에 취한 다음 회석한 염산(2→5) 25ml를 가하여 끓을 때까지 가열하고, 이에 염화제일석 5.6g을 회석한 염산(3→10) 50ml에 녹인 용액을 가하여 황색이 나타날 때까지 가해주고 이에 2ml를 더 가한 다음, 실온에서 식히고 염화제이수은시액 8ml를 가하

여 5분간 방치한 후 물 200ml, 희석한 황산 (1→2) 25ml, 인산 4ml를 가해주고 0-페난트로린시액을 가하여 0.1N 황산제이세륨용액으로 적정한다.

0.1N 황산제이세륨용액 1ml=16.99mg $C_4H_2FeO_4$

384. 폴리소르베이트60

Polysorbate 60

Polyoxyethylene(20) Sorbitan Monostearate

폴리소르베이트60의 성분규격

함량 : 이 품목은 소르비톨 또는 소르비톨의 1 또는 2 무수물 각 한물에 대해 에틸렌옥사이드 약 20몰과 축합한 소르비톨과 소르비톨의 무수물의 스테아린산과 팔미틴산과의 부분에스테르의 혼합물이다. 무수물로서 옥시에틸렌 ($-C_2H_4O-$) 65~69.5%를 함유한다.

이것은 폴리소르베이트 60으로서 97~103%에 상당한다.

성상 : 이 품목은 황색~등황색의 유동상의 액체 또는 유동상의 겔로서 약간 특이한 냄새가 나며, 불쾌하면서 약간 쓴맛이 있다.

확인시험 :

(1) 이 품목의 수용액(1→20) 5ml에 수산화나트륨시액 5ml를 가하여 수분간 끓이고 식힌 다음 묽은 염산으로 산성으로 할 때 백탁이 된다.

(2) 이 품목 60과 물 40 비율로 섞은 혼합물을 25° 혹은 그 이하에서 겔덩어리를 형성한다.

순도시험 :

(1) 산가 : 「폴리소르베이트20」의 순도시험(1)에 따라 시험하여 산가를 구할 때 그 값은 2이하이어야 한다.

(2) 비소 : 이 품목 0.25g을 취하여 「구아검」의 순도시험(1)에 따라 시험한다(4ppm이하).

(3) 중금속 : 이 품목 2g을 취하여 「구아검」의 순도시험(2)에 따라 시험한다(10ppm이하).

(4) 1, 4-디옥산 : 「폴리소르베이트20」의 순도시험(4)에 따라 시험한다.

(5) 히드록실가 : 「폴리소르베이트20」의 순도시험(5)에 따라 시험할 때, 81~96이어야 한다.

(6) 검화가 : 「폴리소르베이트20」의 순도시험(6)에 따라 시험할 때, 45~55이어야 한다.

(7) 스테아린산 및 팔미틴산 : 「폴리소르베이트20」의 순도시험(7)에 따라 시험할 때, 그 양은 24~26%이어야 한다. 이렇게 해서 얻어진 스테아린산 및 팔미틴산의 산가는 착향료 시험법중 산가시험법에 따라 시험할 때 200~212이어야 하며, 그 응고점은 52°이상이어야 한다.

수분 :

일반시험법의 수분정량법(칼-피셔법)중 역적정법에 따라 시험할 때, 그 양은 3%이하이어야 한다.

강열잔류물 :

이 품목 5g을 취하여 강열잔류물 시험을 할 때, 그 양은 0.25%이하이어야 한다.

정량법 :

「폴리소르베이트20」의 정량법에 따라 정량한다.

385. 폴리소르베이트65

Polysorbate 65

Polyoxyethylene(20) Sorbitan Tristearate

폴리소르베이트65의 성분규격

함량 : 이 품목은 소르비톨 또는 소르비톨의 1 또는 2 무수물 각 한물에 대해 에틸렌옥사이드 약 20몰과 축합한 소르비톨과 소르비톨의 무수물의 스테아린산과 팔미틴산과의 부분에스테르의 혼합물이다. 무수물의 옥시에틸렌 ($-C_2H_4O-$) 46~50%를 함유한다. 이것은 폴리소르베이트 65로서 96~104%에 상당한다.

성상 : 이 품목은 황갈색의 고체로서 약간 특이한 냄새가 나며, 불쾌하면서 약간 쓴맛이

있다.

확인방법 : 이 품목의 수용액(1→20) 5ml에 수산화나트륨시액 5ml를 가하여 수분간 끓이고 식힌 다음 묽은염산으로 산성으로 할 때 백탁이 된다.

순도시험

(1) 산가 : 「폴리소르베이트20」의 순도시험(1)에 따라 시험하여 산가를 구할 때 그 값은 2이하이어야 한다.

(2) 비소 : 이 품목 0.25g을 취하여 「구아검」의 순도시험(1)에 따라 시험한다(4ppm이하).

(3) 중금속 : 이 품목 2g을 취하여 「구아검」의 순도시험(2)에 따라 시험한다(10ppm이하).

(4) 1, 4-디옥산 : 「폴리소르베이트20」의 순도시험(4)에 따라 시험한다.

(5) 히드록실가 : 「폴리소르베이트20」의 순도시험(5)에 따라 시험할 때, 40~60이어야 한다.

(6) 검화가 : 「폴리소르베이트20」의 순도시험(6)에 따라 시험할 때, 88~98이어야 한다.

(7) 스테아린산 및 팔미틴산 : 「폴리소르베이트20」의 순도시험(7)에 따라 시험할 때 그 양은 42~44%이어야 한다. 이렇게 얻어진 스테아린산 및 팔미틴산의 산가는 착향료 시험법중 산가측정법에 따라 시험할 때 200~212이어야 하며, 그 응고점은 52°이상 이어야 한다.

수분 : 일반시험법 수분정량법(칼-피셔법) 중 역적정법에 따라 시험할 때 그 양은 3%이하 이어야 한다.

강열잔류물 : 이 품목 5g을 취하여 강열잔류물 시험을 할 때 그 양은 0.25%이하 이어야 한다.

정량법 : 「폴리소르베이트20」의 정량법에 따라 정량한다.

386. 폴리소르베이트80

Polysorbate 80

Polyoxyethylene(20) Sorbitan Monooleate

폴리소르베이트80의 성분규격

함량 : 이 품목은 소르비톨 또는 소르비톨의 1 또는 2 무수물 각 한물에 대해 에틸렌옥사이드 약 20몰과 축합한 소르비톨과 소르비톨의 무수물의 올레인산과 부분 에스테르의 혼합물이다. 무수물로서 옥시에틸렌(-C₂H₄O-) 65~69.5%를 함유한다. 이것은 폴리소르베이트 80로서 96.5~103.5%에 상당한다.

성상 : 이 품목은 황색~등황색의 유동상 액체로서 약간 특이한 냄새가 나며, 불쾌하면서 약간 쓴맛이 있다.

확인시험

(1) 이 품목의 수용액(1→20) 5ml에 수산화나트륨액 5ml를 가하여 수분간 끓이고 식힌 다음 묽은 염산으로 산성으로 할 때 백탁이 된다.

(2) 이 품목의 수용액(1→20)에 브롬시액을 가하면 그 부롬색이 없어진다.

(3) 이 품목 60과 물 40 비율로 섞은 혼합물은 25°혹은 그 이하에서 겔덩어리를 형성한다.

순도시험

(1) 산가 : 「폴리소르베이트20」의 순도시험(1)에 따라 시험하여 산가를 구할 때 그 값은 2이하이어야 한다.

(2) 비소 : 이 품목 0.25g을 취하여 「구아검」의 순도시험(1)에 따라 시험한다(4PPM이하).

(3) 중금속 : 이 품목 2g을 취하여 「구아검」의 순도시험(2)에 따라 시험한다(10PPM이하).

(4) 1,4-디옥산 : 「폴리소르베이트20」의 순도시험(4)에 따라 시험한다.

(5) 히드록실가 : 「폴리소르베이트20」의 순도시험(5)에 따라 시험할 때 65~80이어야 한다.

(6) 검화가 : 「폴리소르베이트20」의 순도시험(6)에 따라 시험할 때, 45~55이어야 한다.

(7) 올레인산 : 「폴리소르베이트20」의 순도시험(7)에 따라 시험할 때, 그 양은 22~24%이어야 한다. 이렇게 해서 얻어진 올레인산의 산가는 착향료시험법중 산가측정법에 따라

시험할 때 196~206이어야 하고, 다음 시험방법에 따라 시험할 때 요오드가는 80~92이어야 한다.

요오드가(위이스법)

시약

위이스시액 : 일염화요오드(ICI) 16.5g을 빙초산 1,000ml에 녹인다. 이 액은 갈색병에 넣어 파라핀으로 밀봉하고 사용직전에 연다. 30일내에 사용하여야 한다.

조작법

이 품목 약 0.3g을 정밀히 달아 500ml 공전 삼각플라스크에 취하고 사염화탄소 20ml를 가하여 녹인 후, 위이스시액 25ml를 가한다.

마개를 하여 흔든 다음 30분간 어두운 곳에 방치한 후, 요오드화칼륨시액 20ml, 끓여서 식힌 물 100ml를 가하여 과량의 요오드를 0.1N치오황산나트륨용액으로 적정한다. 황색이 거의 없어질 때 까지 계속 흔들어 주면서 일정하게 적가한다.

전분시액을 가하고 청색이 완전히 없어질 때 까지 적정을 계속한다. 종말점 가까이와서는 마개를 하여 격렬히 흔들어 준다. 같은 방법으로 공시험을 행한다.

$$\text{요오드가} = \frac{(B-S) \times 1.269}{\text{검체의 채취량}(g)}$$

B : 공시험에서 소비된 0.1N 치오황산나트륨용액소비량(ml)

S : 검체에서 소비된 0.1N 치오황산나트륨용액소비량(ml)

수분 : 일반시험법의 수분정량법(칼-피셔법)중 역적정법에 따라 시험할 때, 그양은 3%이하이어야 한다.

강열잔류물 : 이 품목은 5g을 취하여 강열잔류물시험을 할 때, 그 양은 0.25%이하이어야 한다.

정량법 : 「폴리소르베이트20」의 정량법에 따라 정량한다.

387. 스테아린산 마그네슘

Magnesium Stearate

스테아린산 마그네슘의 성분규격

합량 : 이 품목은 스테아린산 및 팔미틴산의 마그네슘염의 혼합물로 산화마그네슘(MgO)의 양을 정량할 때 6.8%~8.3%이어야 한다.

성상 : 이 품목은 약간의 특유한 냄새를 가지는 백색의 가벼운 분말이다.

확인시험

(1) 이 품목 1g에 희석한 염산(1→25ml)를 가하여 가열하고 식힐 때 상층에는 지방산층이 뜨고, 하층의 수용액은 확인시험방법중 마그네슘염의 반응을 나타낸다.

(2) 이 품목 25g을 뜨거운 물 200ml와 혼합하고 묽은황산 60ml를 가하고 자주 저어 주면서 투명한 상층액이 분리될 때 까지 가열한다. 황산이온이 없을 때 까지 뜨거운 물로 충분히 세척하고, 조그만 비이커에 옮겨 증기욕상에서 지방산이 투명하게 될 때 까지 수분을 분리시키고, 방치한 후 물층은 버리고 지방산층은 가열용융하여 여과한 후 105°에서 20분간 건조시킨 후 응고점시험을 할 때 54°이상이어야 한다.

순도시험

(1) 비소 이 품목 0.25g을 분해플라스크에 넣고 황산 5ml 및 질산2~3ml씩을 추가하여 무색~엷은황색이 될 때 까지 가열을 계속한다. 식힌다음 포화수산암모늄용액 15ml를 가하고 짙은 흰 연기가 발생할 때 까지 가열 농축하여 암모니아시액으로 중화하여 이를 비소 시험용액으로 하여 비소시험을 할 때 이에 적합하여야 한다. 다만, 표준 용액은 비소표준용액 1ml를 취하여 검체의 경우와 같이 처리하여 만든다(4ppm이하).

(2) 중금속

이 품목 1g을 석영제 또는 자제도가니에 넣고 황산 소량을 가하여 적시고 천천히 강열하여 될 수 있는 대로 저온에서 회화시킨 다음 방냉하고 다시 황산 1ml를 가하여 황산의 흰 연기가 발생하지 않을 때 까지 천천히 가열한 후 잔류물이 거의 백색이 될 때 까지 500°이하에서 회화하고 이에 염산 1ml 및 물 15ml를

가하고 가열하여 용해하고 이를 식혀 페놀프탈레인시액 1방울을 가하고 암모니아시액 또는 붉은 암모니아시액으로 중화하고, 이에 붉은 초산 5ml를 가하여 필요하면 여과하여 이를 시험용액으로 하여 중금속시험을 할 때 그 양은 40ppm이하이어야 한다.

(3) 납

이 품목 0.8g을 취하여 조용히 가열 탄화시키고 500°를 넘지 않은 온도에서 회화하고 붉은 질산 20ml를 주의하여 가하고 5분간 조용히 끓인 다음 식히고 필요하면 여과한다. 잔류물을 물로 씻고, 씻은 액을 여과액과 합치고 물을 가하여 50ml로 한 것을 시험용액으로 하여 납시험(디티존법)을 할 때 그 양은 10ppm이하이어야 한다.

건조감량 : 이 품목은 3g을 취하여 105°에서 2시간 단위로 함량이 될 때 까지 건조시킬 때 그 감량은 4%이하이어야 한다.

정량법 : 이 품목 약 1g을 정밀히 달아 0.1N 염산 50ml를 가하고 때때로 물을 보충하면서 30분간 끓인다. 이를 냉각 후 여과하여 여액이 산성이 나타나지 않을 때까지 철저히 씻고, 씻은 액은 여액과 합하고 이를 1N수산화나트륨액으로 중화한다. 이를 시험용액으로 하여 0.05m 이·디·티·에이 이나트륨용액 30ml 암모니아-염화암모늄 완충액 5ml 및 에리오크롬블랙시액 0.15ml를 가하고 액의 색이 청색이 될 때 까지 0.05m 이·디·티·에이 이나트륨용액으로 계속 적정한다.

0.05M 이·디·티·에이 이나트륨용액 1ml=2.015mg MgO 에리오크롬블랙시액 : 에리오크롬블랙(Sodium 1-(1-Hydroxy-2-naphthylazo)-5-nitro-2-naphthol-4-sulfonate)을 물·메틸알콜 동량의 혼액에 녹인 액(1→200,000)에 희석한 수산화나트륨액(1→100)을 가해 pH10으로 한다.

암모늄·염화암모늄완충액 : 염화암모늄 67.5g을 적량의 물에 녹이고, 암모니아시액(28%) 570ml를 가한 후 물을 가하여 1,000ml로 한다(약 pH 10).

스테아린산 마그네슘 및 이를 함유하는 제제의 사용기준

스테아린산 마그네슘 및 이를 함유하는 제제는 스테아린산 마그네슘으로서 식품의 1%이하이어야 한다.

388. 폴리덱스트로스

Polydextrose

폴리덱스트로스의 성분규격

함량 : 이 품목은 약간의 결합 소르비톨과 구연산을 가지는 D-글루코오스의 무작위 축중합체로서 회분을 제외한 건조물에 대하여 중합체 90%이상을 함유한다.

성상 : 이 품목은 백색~옅은 갈색의 비결정 분말로 물에 잘 녹는다.

확인시험

(1) 이 품목의 수용액(1→10) 1방울에 5% 수용성페놀용액 4방울을 가하고 신속히 황산 15방울을 가할 때 진한 황색-오렌지색이 생성된다.

(2) 이 품목의 수용액(1→10) 1.0ml에 아세톤 1.0ml를 가하고 심하게 교반(보르텍스믹서)할 때 용액은 투명하다.

(3) (2)의 시험용액에 아세톤 2.0ml를 가하고 심하게 교반할 때 심한 우유상의 혼탁이 생긴다.

(4) 이 품목은 수용액(1→15) 1ml에 알칼리성구연산동시액 4ml를 가하고 2~4분간 격렬히 끓인 후 정치하여 식힐 때 상등액은 청색-청록색이다.

알칼리구연산동용액 : 구연산나트륨 173g 및 탄산나트륨 117g을 열을 가하여 약200ml의 물에 녹이고 필요하면 여과한다.

별도로 황산동 17.3g을 700ml의 물에 녹여 계속 흔들며 앞서의 용액에 가하여 식힌 후 물을 가하여 1,000ml로 한다.

순도시험

(1) 액성 : 이 품목의 수용액(1→10) PH는 유리전극법으로 측정할 때 2.5~3.5이다.

(2) 단량체 : 이 품목 20mg을 정밀히 달아

마개있는 바이알에 취하고 이에 옥타데칸용액 1.0ml, 피리딘 1ml, N-트리메틸실릴 이미다졸 0.5ml를 가하고 마개를 한후 70°의 초음파 수욕에 60분간 가열한후 시험용액으로 하고, 표준용액 1.0ml, 옥타데칸용액 1.0ml, N-트리메틸실릴 이미다졸 0.5ml를 검액과 동일하게 처리하여 반응표준용액으로 한다. 반응표준용액 및 시험용액 각각 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하고 다음의 식에 따라 각 단량체의 함량을 구할 때 1,6-안히드로-D-글루코오스 4.0% 이하, D-글루코오스 4.0% 이하 및 소르비톨 2.0%이하이어야 한다. 다만, 표준용액으로 2회 주입하여 평균값을 구한다.

$$\text{함량}(\%) = \frac{R \times W_s}{R_s \times W}$$

Ws : 검체의 무게(mg)(회분을 제외한 무수물로서)

W : 각 표준물질의 무게(mg)

R : 검액중의 옥타데칸 피크면적에 대한 각 단량체 피크 넓이의 비

Rs : 반응표준용액중의 옥타데칸 피크면적에 대한 각 단량체 피크넓이의 평균비

가스크로마토그래피조건

칼럼 : 내경 2mm 길이 2.5m의 유리관 또는 스테인레스관

칼럼충전제 : 100~120메쉬의 가스크롬 큐(Gas Chrom Q)에 3% OV-1을 입힌 것.

검출기 : 수소이온화검출기(FID)

주입구온도 : 210°

칼럼온도 : 175°

검출기온도 : 230°

캐리어가스 및 유량 : 질소, 분당 30ml

단량체의 용출순서는 1,6-안히드로-D-글루코오스(레보글루코산), n-옥타데칸, α-D-글루코오스, D-소르비톨 및 β-D-글루코오스순이다.

표준용액 : α-D-글루코오스 50mg, 무수소르비톨 40mg, 1,6-안히드로-D-글루코오스 35mg을 각각 정확히 달아 피리딘에 녹여 10ml로 한다. 옥타데칸용액 : 옥타데칸 50mg을

정확히 취하여 피리딘에 녹여 100ml로 한다.

(3) 5-히드록시메틸폴푸랄(HMF) : 이 품목 1.0g을 정확히 달아 100ml 메스플라스크에 취하고 물에 녹여 100ml로 한 것을 시험용액으로 하고 물을 대조액으로 하여 액층 1cm, 파장 283nm에서 흡광도를 측정하고 다음식에 따라 5-히드록시메틸폴푸랄의 함량을 구할 때 그 양은 회분을 제외한 무수물에 대하여 0.1%이하이어야 한다.

$$5\text{-히드록시메틸폴푸랄}(\%) = \frac{0.749 \times A}{C}$$

A : 시험용액의 흡광도

C : 시험용액의 농도(mg/ml)(회분을 제외한 무수물로서)

(4) 비소 : 이 품목 0.25g을 분해 플라스크에 넣고 황산 5ml 및 질산 5ml를 가하여 조용히 가열한다. 다시 때때로 질산 2~3ml씩을 추가하여 무색-엷은황색이 될 때 까지 가열을 계속한다. 식힌 다음 포화수산암모늄용액 15ml를 가하고 질은 흰 연기가 발생할 때 까지 가열 농축하여 2~3ml로 하여 암모니아시액으로 중화하여 이를 시험용액으로 하여 비소시험을 할 때 이에 적합하여야 한다. 다만, 표준용액은 비소표준용액 1ml를 취하여 검체의 경우와 같이 처리하여 만든다(4PPM이하).

(5) 중금속 : 이 품목 1g을 석영제 또는 자제 도가니에 넣고 황산 소량을 가하여 적시고 천천히 가열하여 될 수 있는대로 저온에서 회화시킨 다음 방냉하고 다시 황산 1ml를 가하여 황산의 흰 연기가 발생하지 않을 때 까지 천천히 가열한 후 잔류물이 거의 백색이 될 때 까지 500°이하에서 회화하고 이에 염산 1ml 및 물 15ml를 가하고 가열하여 용해하고 이를 식혀 페놀프탈레인시액 1방울을 가하고 암모니아시액 또는 묽은 암모니아시액으로 중화하고, 이에 묽은 초산 5ml를 가하여 필요하면 여과하여 이를 시험용액으로 하여 중금속시험을 할 때 그 양은 10PPM이하이어야 한다.

(6) 분자량한도

장치 : 25mm×250mm의 크로마토그래피칼럼에 상부에는 1l 용매 저장용기를 부착시키고

하단에는 내경 1mm의 관을 무효용적이 적게 연결시킨다.

저장용기의 용매는 중력차에 의해 칼럼 상부에 공급되고, 칼럼을 통과한 용매는 1% 재현성을 가지고 유속 분당 2~3ml로 조절이 가능한 피스톤 펌프를 연결하여 운반시킨다.

펌프의 출구에 2.0cm×90cm의 스테인레스 스틸 공관을 부착하여 유맥을 감소시킨다. 펌프에 연결되는 관은 실물론, 테프론, 스테인레스 재질의 내경 1.0mm의 것을 사용한다. 용출액은 최대범위에서 최소한 4×1⁻⁴굴절률 단위의 감도를 가지는 무효용적이 적은 표시차굴절계(Recording differential refractometer)에 보내진다. 검출기 및 전자회로에서 유래되는 떨림(noise)은 최대범위의 0.5%이내이어야 한다. 검출기 셀은 30°±0.1로 유지한다.

완충액 : 탄산암모늄 14.25g과 아지화나트륨 0.1g을 물에 녹여 5ml로 한다(PH8.8).

표준용액 : 블루덱스트란 2,000 20mg과 염화나트륨 20g을 완충액에 녹여 10ml로 한다.

칼럼의 조제 : 세파덱스 G-50 15g에 물 300ml를 가한 후 3시간 진탕시킨다. 이 현탁액을 칼럼에 옮겨 충전제의 높이가 230mm되게 채우고 용출액을 분당 1.0ml의 유속으로 24시간 통과하여 칼럼을 안정화시키고 충전제의 높이를 220mm로 조절한 후 상부 표면에 여과지를 올려 넣는다.

칼럼의 표준화 : 용출액저장용기의 연결을 분리하고 칼럼을 기울여 충전제 상부에 있는 용출액을 표면 바로 아래까지 기울여 딸아 버린 후 표준용액 1.0ml를 가하고 펌프와 기록계를 작동시킨다. 표준용액이 충전제에 스며들면 완충액 1ml씩 2회 가하여 완전히 스며들게 한 후 다시 완충액 1ml를 가한 후 용출액 용기를 연결하고 모니터 곡선을 기록한다.

각 표준피크의 용출시 기록계의 최대범위의 50%되도록 기록계를 조정한다. 유속이 분당 2.3~2.4ml되도록 펌프를 조절한다.

덱스트란이 최초로 검출된 위치(V₀), 염화나트륨의 피크의 위치(S_p), V_c에서 S_p까지의 거리의 약 23.0% 위치(m)을 구할 때 이것은

분자량 22,000달톤에 상당한다.

장치의 신뢰성 : 칼럼표준화의 조작을 5회 실시하고 M값을 분단위로 기록하여 평균치 \bar{M} 를 계산한다. \bar{M} 에 유속을 곱하여 분자량 22,000 달톤에 상당하는 용출액의 양(V_e)를 계산한다.

값이 92.0±9.2ml범위 이내에 있으면 조작을 실시하기에 적합하다.

시험조작 : 이 품목 500mg을 정확히 취하여 완충액에 녹여 50ml로 한다. 이 액 1.0ml를 취하며 앞의 칼럼표준화항과 동일하게 조작하여 크로마토그램을 그릴 때 피크리록계는 최대범위의 50~80%에 있어야 한다.

상기의 칼럼의 표준화에서 설명된 크로마토그램상의 V_e 및 M의 위치를 표시한다. V_e와 M의 사이의 피크의 높이에 대한 노이즈의 비율이 0.02이하인 경우 유의할만한 피크는 없어야 한다.

강열잔류물이 품목 2g을 취하여 강열잔류물 시험을 할 때 그 양은 0.3%이하 이어야 한다.

수분이 품목 1g을 취하여 수분정량법(칼-피셔법)중 (나)역적정법에 따라 시험할 때 4.0%이하 이어야 한다.

정량법

글루코오스표준용액 : α-D-글루코오스 100mg을 정확히 달아 물에 녹여 500ml로 한다.(200μg/ml) 이를 다시 희석하여 ml당 50, 40, 20, 10 및 5μg용액을 만든다.

페놀용액 : 페놀 80ml에 물 20ml를 가하여 섞는다.

시험조작 : 이 품목 250mg을 250ml 메스플라스크에 취하여 물에 녹여 표선까지 채우고, 이 액 10ml를 취하여 물을 가하여 250ml로 한다. 이 액 2.0ml씩을 3개의 바이알(8ml)에 취하고 이에 페놀용액 0.12ml를 가하고 조용히 혼합한 다음 황산 5ml를 신속히 가하고 마개를 한 후 격렬히 흔들다(고무장갑을 사용하며 안전가리개를 사용한다) 이를 상온에서 45분간 방치한 후 액층 1cm, 파장 490nm에서 흡광도를 측정한다. 따로, 글루코오스표준용액 각각 2.0ml씩을 취하여 검액의 경우와 동일하게 처리

하여 흡광도를 측정하여 농도에 대한 검량선을 작성하고 다음식에 따라 중합체의 함량(P)을 구한다.

따로 물 2.0ml, 페놀용액 0.12ml 및 황산 5.0ml를 검액과 동일하게 처리하여 대조액으로 한다.

$$P = 1.05 \left(100 \frac{A - Y}{S \times C} \right) - P_g - 1.11 P_1$$

A : 검액의 흡광도(평균)

Y : 표준곡선에서의 y절편

S : 표준곡선에서 얻어진 글루코오스농도 (g/ml)에 대한 흡광도의 기울기(S는 약 0.02)

C : 검액의 농도 (g/ml)(회분을 제외한 무수물로 환산한다)

P_g, P_1 : 단량체 시험에서 측정된 각각 글루코오스, 1,6-안히드로-D-글루코오스의 함량

폴리소르베이트20

Polysorbate 20

Polyoxyethylene(20) Sorbitan Monolaurate

폴리소르베이트20의 성분규격

함량

이 품목은 소르비톨 또는 소르비톨의 1 또는 2 무수물 각 한물에 대해 에틸렌옥사이드 약 20몰과 축합한 소르비톨과 소르비톨의 무수물의 라우린산과의 부분에스테르의 혼합물이다.

무수물로서 옥시에틸렌(-C₂H₄O-) 70~74%를 함유한다. 이것은 폴리소르베이트20으로서 97.3~103%에 상당한다.

성상

이 품목은 황색-황갈색의 액체로서 약간 특이한 냄새가 나며, 불쾌하면서 약간 쓴맛이 있다.

확인시험

이 품목의 수용액(1→20) 5ml에 수산화나트륨시액 5ml를 가하여 수분간 끓이고, 식힌다음 묽은염산으로 산성으로 할 때 백탁이 된다.

순도시험

(1) 산가 : 이 품목 약 10g을 정밀히 달아 미리 이소프로필알콜로 만든 1% 페놀프탈레인 시액 2ml를 가하여 핑크색으로 중화시킨 톨루엔, 이소프로필알콜혼액(1:1) 125ml에 필요하면 가온하여 녹이고, 세계 흔들면서 핑크색이 없어지지 않을 때까지 0.1N수산화칼륨용액으로 적정하고 다음식에 따라 산가를 구할 때 그 값은 2이하이어야 한다.

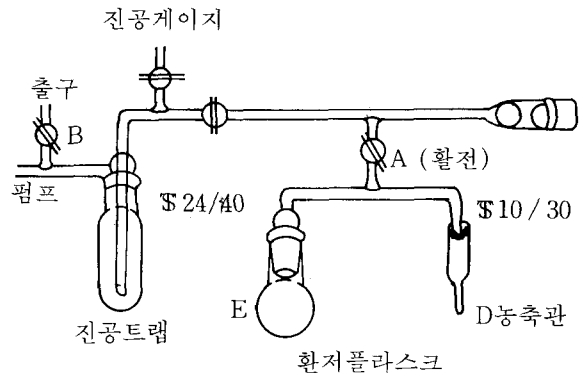
$$\text{산가} = \frac{0.1N \text{수산화칼륨용액의 소비량}(ml) \times 5.61}{\text{검체의 채취량}(g)}$$

(2) 비소 : 이 품목 0.25g을 취하여 구아검의 순도시험(1)에 따라 시험한다(4ppm이하).

(3) 중금속 : 이 품목 2g을 취하여 구아검의 순도시험(2)에 따라 시험한다(10ppm이하).

(4) 1,4-디옥산

진공증류장치 : 아래그림과 같은 유리제의 진공활전(A,B 및 C)을 부착한 밀폐진공증류장치를 사용한다. 농축관(D)는 갈색유리로 만든 0.1ml마다의 눈금이 2.0ml까지 정확히 그려진 것이어야 한다.



1,4-디옥산 밀폐진공증류장치

표준용액 : 1,4-디옥산을 물에 녹여 100μg/ml 용액으로 조제한다. 냉장보존할 때 1주일간 유효하다.

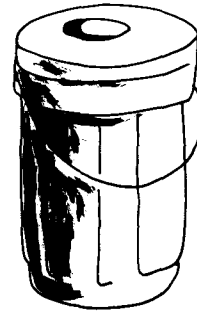
시험방법 : 이 품목 약 20g을 정밀히 달아 50ml 환저플라스크(E)에 넣는다. 검체가 반고체 또는 왁스상일 경우 검체 채취하기 전에 수욕에서 가열하여 녹인다. 검체가 결정인 경우

물 2.0ml를 액체, 반고체, 왁스인 경우 1.0ml를 가하고 자석교반기로 교반한다. 이 플라스크를 얼음욕에 잠기게 하고 약 1분간 차갑게 한 후 환저플라스크(E)와 농축관(D)의 연결부 주위를 가열테이프로 감고 약 10V 전압을 걸고 연결부는 고진공용 규소그리스를 얇게 도포한 다음 환저플라스크(E)와 농축관(D)을 각각의 위치에 연결한다. 액체질소로 채워진 데워(Dewar) 플라스크에 진공트랩을 담그고 활전(A),(B)는 닫고 활전(C)는 열어놓고 진공펌프로 감압시킨다. 드라이아이스를 잘게 부수어 메탄올을 가한 냉욕조를 환저플라스크의 목까지 올라오게 하고 플라스크내의 내용물을 10분간 얼린다음 감압이 0.05mm 또는 그 이하로 되었을 때 활전(A)를 20초간 개방한 다음 다시 밀폐한다. 냉욕조를 제거하고 플라스크를 상온에서 1분간 방치한 다음 플라스크를 20~25 ° 수욕에서 담그어 약 5분후에 수욕조의 물을 35~40°로 올린다.

이 때 자석교반기를 사용하여 서서히 계속 교반하여 검체를 완전히 용해시킨다. 수욕조의 물에 얼음을 가하여 2분간 냉각시키고 다시 드라이아이스 메탄올냉욕조로 대체하여 내용물을 10분간 동결하고 활전(A)를 20초간 개방한 후 다시 밀폐한다. 냉욕조를 제거하고 전과 동일하게 가온조작하여 마지막으로 내용물이 완전히 녹도록 45~50°에서 가온한다. 플라스크와 농축관을 연결한 관내에 응축물이 있으면 가열테이프로 서서히 전압을 높여 녹아 내리게 한다. 자석교반기를 사용하여 액체질소를 함유하는 데워(Dewar) 플라스크에 농축관을 아주 천천히 담근다. 농축관내에 액체증류물이 있을 경우 관을 질소에 아주 천천히 담그지 않으면 파손될 수 있으므로 주의를 요한다.

물이 관으로 증류되며, 관에 얼음이 형성됨에 따라 생성된 얼음 바로 밑까지 액체질소가 오도록 데워플라스크를 올려준다. 농축관의 연결부위에서 물이 얼거나 액체질소가 농축관의 2 눈금에 도달한 경우 데워플라스크를 제거하고 상온에 방치하여 얼음을 녹인다. 녹인액이 최소 0.9ml 이상 되는지를 확인하고 그 이하인

경우 얼리고 녹이는 과정을 반복하여 생성된 물이 0.9ml 이상되게 한다. 농축관을 다시한번 더 2분간 얼린 후 활전(A)를 먼저 개방하고 이어 활전(B)를 개방하여 진공을 해지시킨다. 응축관을 분리하여 바셀린을 발라 마개를 하고 상온에 방치하여 얼음을 녹이고 관을 흔들어 내용량을 확인하여 필요한 경우 물을 가하여 2.0ml로 한후 이를 가스크로마토그래피용 시험용액으로 하여 다음의 조건하에 정량할 때 시험용액의 피크높이는 표준용액의 피크높이보다 높아서는 아니된다. 다만, 표준용액의 주입량은 기록장치 최대방응의 20%에 이르는 양을 주입하고 검액은 이와 동일한 양을 주입한다.



Dewar(데워)플라스크(액화가스저장용)

뚜껑이 폴리스틸렌으로된 고밀도 폴리에틸렌 플라스크로서 저온으로 하는 작업에 적합하며, 건조아이스용매와 더운 욕상에서 사용할 수도 있고 또한 냉동 생물학적 검체의 저장도 편리하다.

재질은 꺼지지 않으며 화학적 저항성이 있고, -196°~+100°의 용도에서도 견딜 수 있다. 1-, 2-, 4- l flask는 폴리에틸렌으로 코팅된 강철 손잡이를 갖는다.

조작조건

칼럼 : 내경 4mm길이×200cm의 유리관
칼럼충전 : 80~100메쉬 또는 100~120메쉬 크로모소브 104 또는 이와 동등한 것.

검출기 : 수소이온화검출기

주입구온도 : 200°

칼럼온도 : 140°
 검출기온도 : 250°

캐리어가스 및 유량 : 질소, 분당 35ml 유속으로 조절한다.

칼럼은 250°에서 캐리어가스 유속 분당 30~40ml하에 72시간 조절시킨다. 크로모소브 104는 산소에 감수성이 있으므로 칼럼을 새로 장치하거나 중단 후 다시 사용시는 질소가스를 30~60분 통과시킨 후 사용한다.

(5) 히드록실가 : 이 품목 약 3g을 정밀히 달아 250ml 공전플라스크에 넣고 피리딘·무수 초산혼액(3:1) 5ml를 가하고, 환류냉각기를 부착하여 수욕상에서 1시간 가열한다. 냉각기를 통해서 물 10ml를 가하고 10분간 다시 가열한다. 방냉한 다음 냉각기를 통해서 n-부틸알콜 15ml를 가하고 이어 냉각기를 제거한 후 플라스크 내벽을 n-부틸알콜 10ml로 씻고 페놀프탈레인시액 1ml를 가하여 0.5n 알콜성수산화칼륨용액으로 적정하여 이에 소비된 양을 S라 하고 따로 피리딘·무수초산시액 5ml로 검체의 경우와 같이 처리하여 소비된 양을 B로 한다. 유리산을 보정하기 위하여 이 품목 약 10g을 정밀히 달아 피리딘 10ml에 녹이고 페놀프탈레인시액 1ml를 가하여 0.5N 알콜성수산화칼륨용액으로 적정하여 소비된 양을 A로 하여 다음식에 따라 히드록실가를 구할 때 96~108이어야 한다.

$$\text{히드록실가} = \frac{(B + (WA/C) - S) \times 28.05}{W}$$

W : 아세틸화에 채취된 검체량(g)

C : 유리산 정량에 채취된 검체량(g)

(6) 검화가 : 이 품목 8g을 정밀히 달아 250ml 플라스크에 넣고 0.5N알콜성수산화칼륨용액 50ml를 가하고 공기냉각기(길이65cm 이상)를 부착한 다음 30분~1시간 수욕상에서 가열하여 검화시킨다. 식힌 후 물 소량으로 냉각기를 세척한 다음 냉각기를 제거한다. 페놀프탈레인시액 1ml를 가하고 과량의 수산화칼륨용액을 0.5N염산으로 적정한다. 플라스크의 내용물이 끓을 때까지 가열하고 다시 나타난

홍색이 없어질 때까지 적정하고 다음식에 따라 검화가를 구할 때 40~50이어야 한다.

따로, 0.5N알콜성수산화칼륨용액 50ml를 검체의 경우와 같이 처리하여 공시험을 한다.

$$\text{검화가} = \frac{(B-S) \times 28.05}{\text{검체의 채취량}(g)}$$

B : 공시험에서 소비된 0.5N염산의 소비량(ml)

S : 검체에서 소비된 0.5N염산의 소비량(ml)

(7) 라우린산 : 이 품목 약 25g을 정밀히 달아 500ml 공전플라스크에 옮기고 알콜 250ml 및 수산화칼륨 7.5g을 가하여 섞는다. 곧 냉각기를 연결하고 수욕상에서 1~2시간 환류시킨다. 이것을 800ml의 비이커에 옮기고 다시 플라스크를 물 100ml로 세척하여 세액을 비이커에 합한다. 수욕상에서 증발되는 알콜량을 보충하기 위하여 가끔 물을 가하면서 알콜을 완전히 증발 제거한다.

희석한 황산(1→2)으로 중화하고 여기에 소비량의 10%정도 더 넣는다. 이 액을 지방산층이 분리될 때까지 저어 주며 가열한다. 지방산층을 500ml분액 여두에 옮기고 약 20ml씩의 뜨거운 물로 3~4회 세척하여 세척액을 검화시의 원래 수용액층에 합한다. 합한 수용액을 석유에테르 약50ml로 3회 추출하여 지방산층에 가하고 미리 무게를 단 용기에서 증발 건조시켜 무게를 달 때, 그 양은 15~17%이어야 한다. 이렇게 해서 얻어진 라우린산의 산가는 착량요시험법중 산가측정법에 따라 시험할때, 250~275이어야 한다.

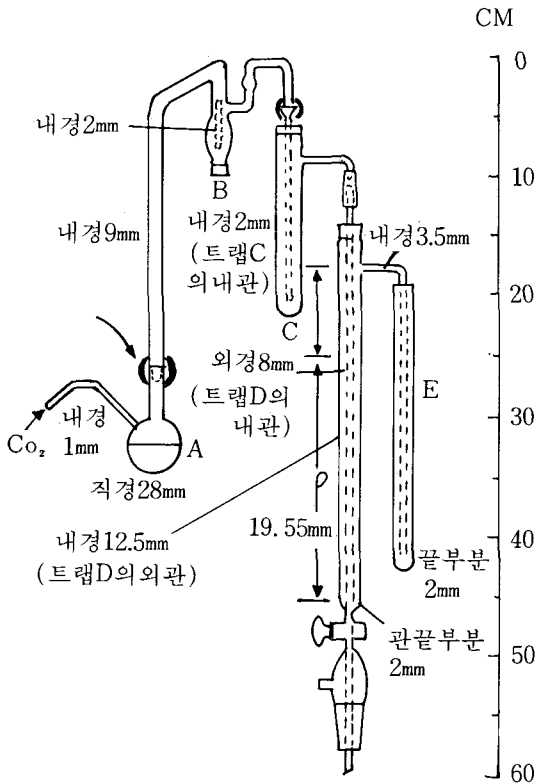
수분 : 일반시험법 수분정량법(칼피셔법)중 역적정법에 따라 시험할 때, 그 양은 3%이하 이어야 한다.

강열잔류물 : 이 품목 5g을 취하여 강열잔류물 시험을 할 때, 그 양은 0.25%이하 이어야 한다.

정량법

실험장치는 아래의 장치와 같다.

(1) 실험장치



옥시에틸렌 정량장치

A : CO₃가 통과할 수 있게 만든 가지 달린 증류플라스크

B : 공기냉각관과 연결된 트랩(적은 현탁액이 담겨져 있음)

C : 흡수관(요오드화에틸을 흡수할 질산은용액이 담겨져 있음)

D : 흡수관(1회전당 8.5mm 높이로 하여 23회전한 직경 1.75mm의 나선형 유리막대로 밀에 활전이 달려 있음)

E : 트랩(CO₂에 의해 밀려난 브롬을 포집할 요오드화칼륨용액에 담겨져 있음)

(2) 시약

요오드화수소산 : 알록실 정량에 적당한 특급 요오드화수소산을 사용한다.

질산은시액 : 질산은 15g을 물 50ml에 녹이고 알콜 400ml를 섞은 다음 질산 수방울을 기한다.

브롬-브롬화시액 : 건조한 요오드화칼륨

(약5g)으로 포화시킨 빙초산 300ml에 브롬 1ml를 가한다. 이 용액 1ml는 0.05N치오황산나트륨용액 약 40ml에 상당한다. 어두운 곳에서 갈색병에 보관하고 사용시 적어도 하루에 한번은 표준화해야 한다.

(3) 실험방법 : 트랩(B)에 적인 60mg을 물 100ml에 현탁시킨 액을 삽입관에 담길 정도로 충분히 채우고 흡수관(C)에 질산은시액 10ml를 넣고 흡수관(D)에는 브롬·브롬화시액 15ml를 넣고 트랩(E)에는 요오드화칼륨용액(1→10) 10ml를 넣는다. 이 품목 약 65mg을 정밀히 달아 반응플라스크에(A)에 넣고 요오드화수소산 10ml 및 유리구를 가하고 냉각관을 연결하여 1초당 1기포가 생기도록 CO₂가스를 통과시키고 140~145°의 유욕에서 플라스크를 가열하여 최소한 40분간 이 온도에서 반응시킨다. 냉각관에 혼탁한 역류가 투명하게 되고, 질산은 시액이 담겨진 관의 상층액이 거의 완전히 투명하게 될 때까지 가열을 계속한다. 반응이 종료되기 전 5분간 녹아있는 올레핀을 제거하기 위해 50~60°의 수욕상에서 흡수관(C)을 가열한 다음 분해가 끝나면 흡수관(D)과 흡수관(C)을 순서대로 떼어내고 CO₂의 연결관과 유욕조를 제거한다. 물 150ml와 요오드화칼륨용액(1→10) 10ml를 가한 500ml플라스크를 흡수관(D)에 연결하고 흡수관(D)의 브롬·브롬화시액을 플라스크로 흘러보낸 다음, 물로 관과 나선관을 세척하고 트랩(E)의 요오드화칼륨용액을 플라스크로 옮기고 물 수ml로 가지와관을 세척하고 플라스크에 에 마개를 한 후, 5분간 방치한 다음 묽은황산 5ml를 가하고 즉시 0.05N 치오황산나트륨용액으로 적정한다(지시약은 전분시액)

따로 같은 방법으로 공시험을 행하여 에틸렌(C₂H₄)으로서의 옥시에틸렌함량(%)을 구하고, 이어서 흡수관(E)의 질산은 시액을 다른 플라스크에 옮긴다음 물로 관을 세척한 후 물 150ml를 가하여 가열하여 끓이고 식힌 후 황산제이철암모늄시액 3ml를 지시약으로 하여 0.05n치오시안산 암모늄용액으로 적정한다.

따로, 같은 방법으로 공시험을 행하여 에틸요

오드(C₂H₅I)로서의 옥시에틸렌함량(%)을 구한 다음, 이들의 합계를 옥시에틸렌(-C₂H₄O-)의 함량으로 한다.

0.05N치오황산나트륨용액 1ml=1.1015ml C₂H₄O

0.05N치오시아암모늄용액 1ml=2.22025ml

C₂H₄O

부 칙

1. (시행일) 이 고시는 1989.8.1부터 시행한다.

식품등의 규격및 기준개정

식품위생법 제7조 제1항, 제9조 제1항 및 제10조 제1항의 규정에 의한 식품등의 기준 및 규격중 다음과 같이 개정한다.

1989. 5. 23

보 건 사 회 부 장 관

식품등의 기준 및 규격

식품등의 기준 및 규격 제3. 식품일반에 대한 공통기준 및 규격중7. 성분규격 및 기준 4) 농산물의 농약잔류허용기준을 5) 농산물의 농약잔류허용기준으로하며 4) 식품중 방사능잠정허용기준과 6) 식품중 아플라톡신 잠정 허용기준을 다음과 같이 신설한다.

4) 식품중 방사능 잠정 허용기준

핵 종	대 상 식 품	기준(Bq / kg, l)
¹³¹ I	유 및 유가공품	150
	기타식품	300
¹³⁴ Cs+ ¹³⁷ Cs	모든식품	370

6) 식품중 아플라톡신 잠정 허용기준

대 상 식 품	기 준
곡류, 두류, 땅콩 및 그 단순가공품(분쇄, 절단등)	10μg / kg 이하 (아플라톡신 B ₁ 으로서)

부 칙

이 고시는 1989. 8. 1 부터 시행한다.