분광광도법에 의한 감자가루중 3급부틸히드로키논의 정량

김은순, 김동일

경애하는 최고령도자 김정은동지께서는 다음과 같이 말씀하시였다.

《과학연구부문에서는 나라의 경제발전과 인민생활향상에서 전망적으로 풀어야 할 문 제들과 현실에서 제기되는 과학기술적문제들을 풀고 첨단을 돌파하여 지식경제건설의 지 름길을 열어놓아야 합니다.》

현재 세계적으로 경공업공장들과 식료공장들에서 원료물질들과 식료품들의 산화를 막을 목적으로 항산화제인 3급부틸히드로키논(TBHQ)을 미량으로 첨가하고있다. 이미전에 3급부틸히드로키논을 정량하기 위한 HPLC법[1-3]이 발표되였지만 이 방법은 분석시약이 비싸고 값비싼 분석설비를 리용하는것으로 하여 현장에서 많이 리용할수 없다.

우리는 현장들에서 많이 쓰는 분광광도계를 리용하여 감자가루원료속에 첨가한 항산 화제인 TBHQ를 정량하기 위한 연구를 하였다.

실 험 방 법

기구로는 자외가시선분광광도계(《UV-2201》), 분석천평(《LIBROR EB-330D》), 25mL 눈금플라스크, 피페트를, 시약으로는 TBHQ표준용액과 분석순의 MBTH(3-메틸-2-벤조티아졸리논히드라존), CH₃OH, 0.7% FeCl₃, 0.5mol/L HCl, 8mol/L HClO₄, 2차증류수를 리용하였다.

TBHQ의 정량원리는 염산의 존재하에서 발색시약인 MBTH가 Fe³⁺에 의하여 산화되고 산화된 발색시약이 항산화제인 TBHQ와 결합하여 풀색의 착화합물을 만드는데 기초하고있다.[3]

정량방법은 다음과 같다. 10mL 눈금플라스크에 40mg/L의 TBHQ표준용액 2mL와 8mol/L 과염소산 0.5mL를 첨가하고 방온도에서 10min간 방치한 다음 용액에 0.2% MBTH용액 1mL를 첨가하고 5min간 방치한다. 다시 0.7% FeCl₃용액 0.5mL를 첨가하고 5min간 방치한다. 마지막으로 0.5mol/L HCl 0.5mL를 첨가하고 2차증류수로 눈금까지 맞춘 다음 풀색을 띤 용액의 흡광도를 자외가시선분광광도계를 리용하여 파장범위 400~800nm에서 측정한다.

실험결과 및 고찰

흡수스펙트르의 특성 발색시약의 종류에 따르는 TBHQ표준용액(40mg/L)의 자외가시선 흡수스펙트르는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 MBTH용액과 FeCl₃용액을 각각 첨가한 TBHQ용액의 흡수 스펙트르에는 흡수봉우리가 나타나지 않았고 MBTH와 FeCl₃의 혼합용액을 첨가한 TBHQ 용액에서는 625nm에서 최대흡수봉우리가 나타났다. 따라서 MBTH와 FeCl₃혼합용액을 발 색시약으로 리용하고 측정파장은 625nm로 정하였다. 착화합물의 형성에 미치는 발색시약의 농도의 영향 TBHQ표준용액의 농도를 고정하고 발색시약 MBTH의 농도를 변화시키면서 측정한 착화합물의 흡광도변화는 그림 2와 같다.

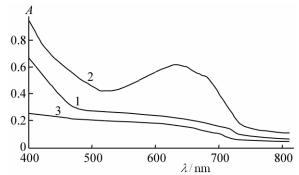


그림 1. 발색시약의 종류에 따르는 TBHQ표준용액 (40mg/L)의 자외가시선흡수스펙트르 1-MBTH, 2-FeCl₃과 MBTH의 혼합용액, 3-FeCl₃

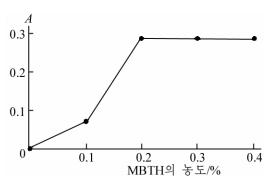


그림 2. 발색시약 MBTH의 농도에 따르는 착화합물의 흡광도변화

그림 2에서 보는바와 같이 발색시약 MBTH의 농도가 0.2%이상에서는 흡광도변화가 거의 나타나지 않으므로 발색시약의 농도를 0.2%로 정하였다.

FeCl₃농도의 영향 TBHQ표준물질의 농도를 고정하고 FeCl₃의 농도를 변화시키면서 측정한 착화합물의 흡광도변화는 그림 3과 같다.

그림 3에서 보는바와 같이 FeCl₃용액의 농도가 0.7%이상에서는 흡광도변화가 거의 나타나지 않으므로 발색시약의 농도를 0.7%로 정하였다.

산도의 영향 발색시약 MBTH는 산성매질에서만 TBHQ와 결합하여 풀색의 착화합물을 형성하므로 HCl의 농도를 변화시키면서 측정한 착화합물의 흡광도변화는 그림 4와 같다.

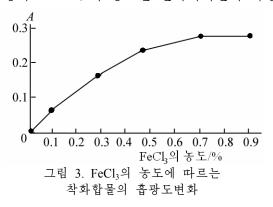
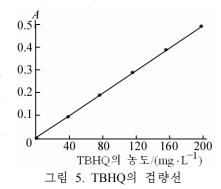


그림 4. HCI의 농도에 따르는 착화합물의 흡광도변화

그림 4에서 보는바와 같이 HCl의 농도가 0.5mol/L일 때 착화합물의 흡광도가 제일 크므로 HCl의 농도를 0.5mol/L로 정하였다.

검량선 TBHQ표준용액으로 작성한 검량선의 선형구 간은 40~200μg/mL이며 회귀방정식은 A=0.000 16 + 0.003 33 C_{TBHO}, 상관곁수는 0.999 9이다.(그림 5)

대상물분석 자외가시선분광광도계를 리용하여 우와 같은 조건에서 감자가루에 첨가된 TBHQ의 함량을 분석 한 결과는 표와 같다.



			(= - (8 8)	
No.	측정 값/(mg·g ⁻¹)	평 균값/(mg·g ⁻¹)	표준편차/(mg·g ⁻¹)	변동곁수/%
1	5.022			_
2	5.019			
3	5.018	5.021	0.002 4	0.047 8
4	5.024			
5	5.021			

표. 감자가루에 첨가된 TBHQ의 함량(mg/g)

표에서 보는바와 같이 감자가루속의 TBHQ의 함량은 5.021mg/g이며 표준편차는 0.002 4mg/g, 변동곁수는 0.047 8%이다.

맺 는 말

분광광도법으로 3급부틸히드로키논을 정량하기 위한 최적조건은 0.2% MBTH 1mL, 0.7% FeCl₃ 0.5mL, 0.5mol/L HCl 0.5mL, 측정파장 625nm이며 감자가루에서 항산화제인 TBHQ의 함량은 5.021mg/g, 변동곁수는 0.047 8%이다.

참 고 문 헌

- [1] M. Oishi et al.; J. Food Hyg. Soc. Jpn., 43, 104, 2002.
- [2] M. Yamada et al.; J. Food Hyg. Soc. Jpn., 34, 535, 1993.
- [3] S. Vijaya Saradhi et al.; Pharm. Sci. & Res., 5, 2, 35, 2013.

주체109(2020)년 1월 5일 원고접수

Determination of Tert-Butyl Hydroquinone in Potato Flour by Spectrophotometry

Kim Un Sun, Kim Tong Il

The optimum conditions for determination of tert-butyl hydroquinone by spectrophotometry are 0.2% MBTH 1mL, 0.7% FeCl₃ 0.5mL, 0.5mol/L HCl 0.5mL and the absorption wavelength 625nm. The content of TBHQ in potato flour is 5.021mg/g and the coefficient of variation is 0.047 8%.

Keywords: TBHQ, spectrophotometry, potato flour