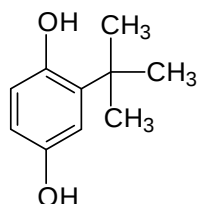


§03013

第三丁基氫醌

Tertiary-Butyl Hydroquinone



分子式： $C_{10}H_{14}O_2$

分子量：166.22

- 1.含 量：本品所含 $C_{10}H_{14}O_2$ 應在 99.0% 以上。
- 2.外觀及性狀：本品為白色結晶，具特異氣味，可溶於酒精及乙醚，不溶於水。
- 3.鑑 別：取本品數毫克溶於甲醇 1 mL，再加入數滴 25% 二甲胺水溶液，有粉紅～紅色產生。
4. 熔融溫度：按照熔融溫度測定法(附錄 A-12)測定之，其熔融溫度應為 126.5～128.5℃。
- 5.甲 苯：取本品約 2 g，精確稱定，置於 10 mL 定量瓶中，以辛醇溶解，並以辛醇定容至 10 mL，混合均勻，供作檢品溶液。另量取甲苯於辛醇中，配製成濃度約為 50 $\mu\text{g/mL}$ 之準備品溶液。
取檢品溶液及標準溶液各 5 μL ，分別注入氣相層析儀中，參照下列條件進行分析，就檢品溶液所得之波峰之滯留時間與標準溶液比較鑑定之，依下式計算甲苯之含量。

$$\text{甲苯之含量} = \frac{H_S \times C_R}{H_R \times C_S} \times 100 (\%)$$

H_S = 檢品溶液中甲苯之波峰高度

H_R = 標準品溶液中甲苯之波峰高度

C_R = 標準品溶液之濃度($\mu\text{g/mL}$)

C_S = 品溶液之濃度($\mu\text{g/mL}$)

氣相層析條件：

檢出器：氬鎵離子化檢出器

層析管：內徑 3.18 mm，長度 3.66 m 之不鏽鋼管柱

層析管用填充劑：Diatoport S(60/80 mesh)上覆被 10% silicon
SE-30

層析管溫度：起始溫度 70℃，升溫速度每分鐘 15℃，最終溫度
280℃

注入器溫度：275℃

檢出器溫度：300℃

空氣壓力：20 psi

氬氣壓力：20 psi

移動相氣體 He 流量：50 mL/min

6.2,5-二-第三丁基氫醌及氫醌：

(1)標準原液製備：

分別取約 50 mg 之氫醌(hydroquinone)、2,5-二-第三丁基氫醌(2,5-di-*t*-butylhydroquinone) 及甲基苯(內部標準品)，精確測定，分別置於 50 mL 定量瓶中，以吡啶定容至 50 mL，混合均勻，為氫醌標準原液、2,5-二-第三丁基氫醌標準原液及內部標準溶液。

(2)檢量線：

量取氫醌標準原液各 0.5、1.0、2.0 及 3.0 mL，分別置於 10 mL 定量瓶中，加內部標準溶液 2.0 mL，以吡啶定容至 10 mL，混合均勻，作為氫醌標準溶液。依上述同樣方法配製四種濃度 2,5-二-第三丁基氫醌標準溶液。取各標準品溶液作三甲矽烷衍生化：加 9 滴標準溶液於 2 mL 之血清瓶中，蓋上瓶蓋，用 50 mL 氣針排氣後加 N,O-二-三甲矽烷基乙醯胺 250 μ L 於 80°C 加熱 10 分鐘。注入 10 μ L 於氣相層析儀，以氫醌內部標準溶液各種濃度比值作 X 軸，以氫醌標準溶液與內部標準溶液所得波峰面積比值作 Y 軸，繪製檢量線。2,5-二-第三丁基氫醌之檢量線同為上述方法製作。

(3)檢品溶液製備：

取本品約 1 g，精確稱定，置於 10 mL 定量瓶中，加內部標準溶液 2 mL，以吡啶定容至 10 mL，混合均勻，供作檢品溶液。

(4)定量：

取檢品溶液按標準品溶液同樣操作方法進行三甲矽烷衍生化，並注入 10 μ L 於氣相層析儀，由檢品溶液出現之波峰，依檢量線及下式計算氫醌及 2,5-二-第三丁基氫醌之含量百分比。

$$A = Y \times I \times 10 / S$$

A：氫 或 2,5-二-第三丁基氫 之含量百分比(%)

Y：檢品溶液中氫醌或 2,5-二-第三丁基氫醌與甲基苯之濃度比值

I：甲基苯於檢品中重量百分比(w/v)

S：檢品之採取量(g)

氣相層析條件：

檢出器：氬焰離子化檢出器(Flame Ionization Detector)

層析管：內徑 3-4 mm，長度 2-3 m (2 ft)之玻璃管或是不鏽鋼管柱

層析管用填充劑：Chromsorb W，AW，DMCS (60/80 mesh) 上覆

被 3%Dexsil 300

層析管溫度：起始溫度 90℃，升溫速度每分鐘 15℃，最終溫度 290℃。

注入器溫度：300℃

移動相氣體 N₂ 流量：50 mL/min

註：甲基苯、氫醌、第三丁基氫醌及 2,5-二-第三丁基氫醌之三甲矽烷衍生物滯留時間分別為 2.5、5.5、7.3 及 8.4 分鐘。

- 7.第三丁基對苯苄：取預經磨成微細粉末之本品約 1 g，精確稱定，置於 10 mL 定量瓶中，以四氯化碳溶解並定容至 10 mL，振搖 5 分鐘萃取第三丁基對苯苄，並以濾膜(UHWPO 1300)過濾，供作檢品溶液。另取第三丁基對苯苄標準品約 10 mg，精確稱定，置於 10 mL 定量瓶中，以四氯化碳溶解並定容至 10 mL，作為標準溶液。以四氯化碳作為空白對照液，將四氯化碳及標準溶液分別置於儲液管中，按照紅外線光譜測定法(附錄 A-29)測定之(光窗使用氟化鈣，光窗間距離為 0.4 mm)。標準溶液以波長 1600~1750 cm⁻¹ 測定並繪製圖譜，對照液以波長 1612~1775 cm⁻¹ 測定並繪製圖譜，再將標準溶液及檢品溶液於波長 1659 cm⁻¹ 測定吸光淨值後，依下列公式計算檢品中第三丁基對苯苄含量百分比，第三丁基對苯苄之含量不得超過 0.2%。

$$\text{第三丁基對苯苄含量} = (A_U/A_S) \times (W_S/W_U) \times 100 (\%)$$

A_U：檢品溶液於 1659 cm⁻¹ 之吸光值

A_S：標準溶液於 1659 cm⁻¹ 之吸光值

W_S：對照標準品之重量(mg)

W_U：檢品之採取量(mg)

8. 砷：取本品 1 g，按照砷檢查第 II-1 法(附錄 A-8)檢查之，其所含砷(以 As 計)應在 3 ppm 以下。
9. 重金屬：取本品 2 g，按照重金屬檢查第 II 法(附錄 A-7)檢查之，其所含重金屬(以 Pb 計)應在 10 ppm 以下。
- 10.多環芳香烴：取抗壞血酸 1 g 溶於乙醇 100 mL 及水 100 mL，置於 500 mL 之分液漏斗中(S-1)，取本品約 50 g，精確稱定，置前述之分液漏斗中，振盪至溶解後，以異辛烷 50 mL 萃取三分鐘，使分層，將下層液流至另一支 500 mL 分液漏斗中(S-2)，再放置 1 分鐘，將下層液併入分液漏斗中(S-2)。於分液漏斗中(S-2)加異辛烷 50 mL 萃取 3 分鐘，萃取方法同前述，將下層液合併於分液漏斗中 (S-3)。於分液漏斗中(S-3)中加異辛烷 50 mL 萃取 3 分鐘，萃取方法同前述，將下層液棄之。各異辛烷溶液(S-1、S-2 及 S-3)先以 0.5 %之抗壞血酸乙醇·水溶液(25:75)每次 100 mL 萃取 2 次，振搖混合，

分層後棄下層液，再以 0.5%乙醇溶液每次 100 mL 萃取 2 次，振搖混合，分層後棄下層液，再以 0.5%乙醇溶液每次 100 mL 萃取 2 次，分層後棄下層液，最後以水每次 100 mL 清洗 2 次，洗液棄之。取無水硫酸鈉 100 g 填充層析管，用異辛烷 75 mL 洗層析管，洗液棄之，以 S-1 之異辛烷沖提層析管，並收集沖提液於 500 mL 濃縮瓶中，再用 S-2 之異辛烷洗 S-1 後沖提層析管，收集沖提液於濃縮瓶中，再用 S-3 之異辛烷液洗 S-2、S-1 後沖提層析管，收集沖提液於濃縮瓶中，另取異辛烷 25 mL 連續依序洗 S-3、S-2、S-1 次後沖提層析管，收集沖提液於濃縮瓶中。加入十六烷 2 mL 及沸石，並將濃縮瓶置於水浴中，連接至真空蒸餾裝置，於 1/3 大氣壓之抽真空下進行蒸餾，當異辛烷停止滴落入接受器時則關掉真空，以異辛烷 5 mL 洗濃縮瓶及蒸餾器接頭，約 1 分鐘內可減壓濃縮至乾。另取異辛烷 5 mL 洗濃縮瓶及蒸瓶接頭，再減壓濃縮至乾。用異辛烷洗濃縮瓶之殘留物於 10 mL 定量瓶，以異辛烷定容至 10 mL，供作檢品溶液。另取異辛烷按檢品溶液同樣操作做一空白試驗，分別於波長 280~289，290~299，300~359 及 360~400 nm 處測定吸光度，檢品溶液所測之吸收度分別不得超過 0.15，0.12，0.08 及 0.02。

12.含量測定：取預經磨成微細粉末之本品約 170 mg，精確稱定，置於 250 mL 廣口有栓三角瓶中，以甲醇 10 mL 溶解，加水 150 mL 及 1N 硫酸 1 mL。以二苯胺溶液（二苯胺磺酸鈉 3 mg 溶於 0.1 N 硫酸液 1 mL）4 滴為指示劑，用 0.1N 硫酸銨液滴定至液色由黃色變紫紅色為止，依下式計算第三丁基氫醌含量。

$$\text{第三丁基氫醌含量} = 8.311N(V - 0.1 \text{ mL}) / W \times 100 (\%)$$

0.1 mL：檢品中第三丁基氫醌在最初產生氧化所消耗 0.1 N 硫酸銨液之量

V：檢品所消耗 0.1 N 硫酸銨液之 mL 數

N：硫酸銨液之當量濃度

W：檢品之採取量(g)

若檢品中含有氫醌及 2,5-二-第三丁基氫醌時，依下式計算第三丁基氫醌之含量百分比。

$$\text{第三丁基氫醌含量} = A - (\text{氫醌}\% \times 1.51) - (2,5\text{-二-第三丁基氫醌}\% \times 0.75)$$