

폴리덱스트로스

Polydextrose

INS No.: 1200

이 명: Modified polydextroses

CAS No.: 68424-04-4

정 의 이 품목은 약간의 결합 소비톨과 구연산 또는 인산을 가지는 D-글루코오스의 무작위 축중합체이다. 알칼리를 이용하여 중화하거나 추가로 탈색 및 탈이온화한 것이 있으며, 부분적으로 수소환원한 것도 있다. 다만, 액체의 경우 70~80%의 폴리덱스트로스를 함유하고 있다.

함 량 이 품목을 회분을 제외한 건조물로 환산한 것은 중합체 90.0% 이상을 함유한다.

성 상 이 품목은 백~옅은 갈색의 분말 또는 액체이다.

확인시험 (1) 이 품목의 수용액(1→10) 1방울에 5% 페놀용액 4방울을 가하고 신속히 황산 15방울을 가할 때, 진한 황~오렌지색이 생성된다.

(2) 이 품목의 수용액(1→10) 1.0mL에 아세톤 1.0mL를 가하고 심하게 교반할 때, 용액은 투명하다.

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

(4) 이 품목의 수용액(1→50) 1mL에 알칼리구연산동시액 4mL를 가하고 2~4분간 격렬히 끓인 후 정치하여 식힐 때, 상등액은 청~청록색이다.

순도시험 (1) 액성 : 이 품목의 수용액(1→10)의 pH는 2.5 이상이어야 한다. 다만, 액체의 경우 수용액(1.4→10)의 pH를 측정한다.

(2) 단량체 : 이 품목 20mg(다만, 액체의 경우 고형분 20mg에 대응하는 양)을 정밀히 달아 마개있는 바이알에 취하고 이에 옥타데칸용액 1mL, 피리딘 1mL, N-트리메틸실릴이미다졸 0.5mL를 가하고 마개를 한 후 70℃의 초음파수욕에서 60분간 가열한 것을 시험용액으로 하고 따로 표준용액 1mL, 옥타데칸 용액 1mL, N-트리메틸실릴이미다졸 0.5mL를 시험용액과 동일하게 처리한 것을 반응표준용액으로 한다. 반응표준용액 및 시험용액 각각 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하고 다음 계산식에 따라 각 단량체의 함량을 구할 때, 1,6-안히드로-D-글루코오스 4.0% 이하, 소비톨과 D-글루코오스를 합한 양이 6.0% 이하이어야 한다. 다만, 반응표준용액으로 2회 주입하여 평균값을 구한다.

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

W : 검체의 무게(mg)(회분을 제외한 무수물로서)

Ws : 각 표준물질의 무게(mg)

R : 검액 중의 옥타데칸 피크면적에 대한 각 단량체 피크넓이의 비

Rs : 반응표준용액 중의 옥타데칸 피크면적에 대한 각 단량체 피크넓이의 평균비

조작조건

칼 럼 : 내경 2mm, 길이 2.5m의 유리관 또는 스테인레스관

칼럼충전제 : 100~120메쉬의 가스크롬 큐(Gas Chrom Q)에 3%

OV-1을 입힌 것.

검 출 기 : 수소염이온화검출기(FID)

주입구온도 : 210℃

칼럼 온도 : 175℃

검출기온도 : 230℃

캐리어가스 및 유량 : 질소, 30mL/min

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

표준용액 : α-D-글루코오스 50mg, β-D-글루코오스 50mg, 무수 D-소비톨 40mg, 1,6-안히드로-D-글루코오스 35mg을 각각 정밀히 달아 피리딘에 녹여 100mL로 한다.

옥타데칸용액 : 옥타데칸 50mg을 정밀히 취하여 피리딘에 녹여 100mL로 한다.

(3) 5-히드록시메틸푸르푸랄(HMF) : 이 품목 1g(다만, 액체의 경우 고형분 1g에 대응하는 양)을 정밀히 달아 100mL 메스플라스크에 취하고 물에 녹여 100mL로 한 것을 시험용액으로 하고 물을 대조액으로 하여 액층 1cm, 파장 283nm에서 흡광도를 측정하고 다음 계산식에 따라 5-히드록시메틸푸르푸랄의 함량을 구할 때, 그 양은 회분을 제외한 무수물에 대하여 0.1% 이하이어야 한다. 다만, 중화한 것은 0.05% 이하이어야 한다.

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

A : 시험용액의 흡광도

C : 시험용액의 농도(mg/mL)(회분을 제외한 무수물로서)

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

(5) 분자량한도 : 이 품목 4g(다만, 액체의 경우 고형분 4g에 대응하는 양)을 0.2M 인산완충액(pH 6.8)에 용해하여 100mL로 한 것을 검액으로 한다. 텍스트란표준품 T 70(분자량 74,300), T 40(분자량 40,600) 및 T 10(분자량 9,400) 각각 4g씩을 0.2M 인산완충액(pH 6.8)에 용해하여 100mL씩으로 한 것을 표준용액으로 하고 다음의 액체크로마토그래피 조작조건에 따라 표준용액 50 μ L씩을 주입하여 검량선을 작성하고 22,000 분자량에 해당하는 용출시간(t)을 구한다. 따로, 검액 50 μ L를 주입하여 용출시킬 때, t 이하에서는 주피크 높이의 2%가 넘는 피크가 있어서는 아니 된다.

조작조건

검 출 기 : 시차굴절계(RI Detector)

칼 럼 : TSK-GEL G-3000PW, 7.5mm \times 600mm 스테인레스관

칼럼온도 : 실온

이 동 상 : 0.2M 인산완충액(pH 6.8)

유 속 : 1.0mL/min

측 정 : 2×10^{-5} RIUFS

시 액

0.2M 인산완충액(pH 6.8)

제 1 액 : 인산일칼륨 27.218g을 취한다음 물을 가하여 1L로 한다.

제 2 액 : 인산이나트륨 71.6g을 취한다음 물을 가하여 1L로 한다.

제 2 액에 제 1 액을 가해주면서 잘 섞어 pH 6.8로 한다.

(6) 납 : 이 품목 5.0g(다만, 액체의 경우 고형분 5.0g에 대응하는 양)을 취하여 원자흡광광도법 또는 유도결합플라즈마발광광도법에 따라 시험할 때, 그 양은 0.5ppm 이하이어야 한다.

(7) 니켈 : 이 품목 5.0g(다만, 액체의 경우 고형분 5.0g에 대응하는 양)을 취하여 원자흡광광도법 또는 유도결합플라즈마발광광도법에 따라 시험할 때, 그 양은 2.0ppm 이하이어야 한다(수소환원한 것에 한한다).

강열잔류물 이 품목 2g(다만, 액체의 경우 고형분 2g에 대응하는 양)을 취하여 강열잔류물시험법에 따라 시험할 때, 그 양은 0.3% 이하이어야 한다. 다만, 중화한 것은 2.0% 이하이어야 한다.

수 분 이 품목의 수분은 수분정량법(칼-피셔법)의 역적정법에 따라 시험할 때, 4.0% 이하이어야 한다. 다만, 액체의 경우 27.5~32.5% 이어야 한다.

정 량 법 이 품목 250mg(다만, 액체의 경우 고형분 250mg에 대응하는 양)을 250mL 메스플라스크에 취하여 물에 녹여 표선까지 채우고 이 액 10mL를 취하여 물을 가하여 250mL로 한다. 이 액 2mL씩을 3개의

바이알(8mL)에 취하고 이에 페놀용액(8→10) 0.12mL를 가하고 조용히 혼합한 다음 황산 5mL를 신속히 가하고 마개를 한 다음 격렬히 흔든다 (고무장갑을 사용하며 안전가리개를 사용한다). 이를 상온에서 45분간 방치한 후 액층 1cm, 파장 490nm에서 흡광도를 측정한다. 따로 글루코오스표준용액 각각 2mL씩을 취하여 검액의 경우와 동일하게 처리하여 흡광도를 측정하여 농도에 대한 검량선을 작성하고 다음 계산식에 따라 중합체의 함량(P)을 구한다. 따로 물 2mL, 페놀용액(8→10) 0.12mL 및 황산 5mL를 검액과 동일하게 처리하여 대조액으로 한다.

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

A : 검액의 흡광도(평균)

Y : 검량선에서의 y절편

S : 검량선에서 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 : 단량체시험에서 측정된 각각 글루코오스, 1,6-안히드로-D-글루코오스의 함량

시 약

글루코오스 표준용액 : α -D-글루코오스 100mg을 정밀히 달아 물에 녹여 500mL로 한다(200 μ g/mL). 이를 다시 희석하여 mL당 50, 40, 20, 10 및 5 μ g의 용액을 만든다.