

폴리비닐피로리돈
Polyvinyl Pyrrolidone

INS No.: 1201

이 명: Soluble polyvinylpyrrolidone; Povidone;
PVP

CAS No.: 9003-39-8

성 상 이 품목은 백~황갈색의 분말이다.

확인시험 (1) 이 품목의 수용액(1→50) 10mL에 1N 염산 20mL과 중크롬산칼륨 5mL을 가할 때, 오렌지색의 침전이 생긴다.

(2) 이 품목의 수용액(1→50) 5mL에 75mg 질산코발트와 0.3g 치오시안산암모늄을 물 2mL에 녹여 혼합하고 묽은염산으로 산성화시킨다. 이 때 옅은 청색의 침전이 생긴다.

순도시험 (1) 액성 : 이 품목 5g을 물에 현탁시켜 100mL로 한 수용액의 pH는 3.0~5.0 이어야 한다.

(2) 납 : 이 품목 5.0g을 취하여 원자흡광광도법 또는 유도결합플라즈마발광광도법에 따라 시험할 때, 그 양은 2.0ppm 이하이어야 한다.

(3) 알데히드 : 이 품목 10g을 정밀히 달아 물 300mL에 녹여 25% 황산 80mL을 가하여 1,000mL 둥근플라스크에서 45분간 환류냉각기에서 추출한다. pH 3.1로 맞춘 1N 히드록실아민염산염 20mL이 있는 100mL에 증류한다. 0.1N 수산화나트륨용액으로 pH 3.1까지 pH 미터로서 적정한다. 따로 같은 방법으로 공시험을 한다[0.2% 이하(알데히드로서)].

0.1N 수산화나트륨용액 = 4.405mg C₂H₄O

(4) 히드라진 : 이 품목 2.5g을 50mL 원심분리관에 취하고 물 25mL을

가하여 녹인 후 살리실알데히드메탄올용액(1→20) 500 μ L를 가하여 혼든 후 60 $^{\circ}$ C 수욕상에서 15분간 가열한다. 이를 식힌 후 톨루엔 2.0mL을 가하여 튜브에 넣고 2분 동안 격렬히 혼든 후 원심분리하여 상층액을 취하여 시험용액으로 한다. 시험용액 10 μ L와 미리 조제한 살리실알다진 표준용액 10 μ L를 박층크로마토그래피판에 점적한다. 이때 사용되는 박층크로마토그래피판은 디메틸실란화된 실리카겔이 흡착된 것을 사용하고 이동상은 메탄올·물의 혼액(2 : 1)을 사용하여 3/4 지점까지 전개시키고 풍건하여 365nm 자외선하에서 관찰한다. 이때 시험용액의 반점은 표준용액의 것보다 진하여서는 아니 된다(1ppm 이하).

살리실알다진 표준용액 : 황산히드라진 300mg을 물 5mL에 녹이고 무수초산 1mL와 방금 제조한 20% 살리실알데히드 이소프로필용액을 가하여 노란색의 침전물이 생길 때까지 방치한다. 이를 메틸클로라이드 15mL로 두 번 추출하고 메틸렌클로라이드용액을 제거하여 완전히 증발건고 시킨다. 따뜻한 톨루엔·메탄올의 혼액(60 : 40)을 가한 후 냉각하여 살리실알다진을 재결정화 시켜 여과하고 진공하에서 건조시킨다. 이의 융점은 213~219 $^{\circ}$ C이며 융점 초기와 말기는 1 $^{\circ}$ C이상 초과하여서는 아니 된다. 이 표준용액 1mL는 톨루엔 9.38 μ g 함유되어 있다.

(5) 상대점도 : 이 품목을 건조물로서 약 1g을 정밀히 달아 물 50mL에 녹인 후 100mL로 하여 1시간 동안 정치시켜 여과한 다음 시험용액으로 한다. 미리 깨끗이 세척하고 건조시킨 압베점도계를 수욕상에서

25±0.2℃로 유지시킨 다음 시험용액 10mL를 넣고 10분 동안 점도계와 시험용액을 수욕상에서 가온한 후 시험용액의 상층부가 정확히 윗 표시선 위까지 가도록 모세관을 통하여 부드럽게 흡입한다. 흡입을 완료한 다음 모세관속 시험용액 곡면이 윗 표시선에 도달하였을 때 모세관을 통한 흐름시간 측정을 시작한다. 모세관속 시험용액 곡면이 윗 표시선에서 아래 표시선에 도달할 때까지의 정확한 시간을 측정하며 이 과정을 세 번 반복하여 0.1초 단위로 평균을 계산한다. 만약 반복측정 시간의 범위가 0.3초를 넘을 경우 점도계를 깨끗이 세척한 다음 시험용액 10mL로 다시 측정한다. 상대점도는 시험용액의 평균흐름시간을 동일하게 측정한 물의 흐름시간으로 나누어 계산한다[1.188~1.325(분자량 약 40,000), 3.225~5.662(분자량 약 360,000)].

(6) 모노머 : 이 품목 약 4g을 정밀히 달아 물 30mL을 가하여 공전플라스크에서 녹인 후 초산나트륨 0.5g과 혼합하면서 0.1N 요오드용액으로 적정한다. 요오드의 색이 더 이상 변하지 않을 때 적정액 3.0mL을 가하고 5~10분간 방치한 후 0.1N 치오황산나트륨으로 과잉의 요오드를 적정한다(지시액 : 전분시액). 동량의 0.1N 요오드를 사용하여 공시험을 행한다[1% 이하(비닐피로리돈으로서)].



(7) 질소 : 이 품목 0.1g을 분해플라스크에 취하여 황산칼륨과 황산동(1 : 1)의 혼합물 1g을 넣고 플라스크에 내벽을 소량의 물로 씻어 내린다. 다시 황산 7mL를 가하여 플라스크를 흔들어 주면서 30% 과산화

수소 1mL를 서서히 가하여 내용물이 청색의 투명한 액이 될 때까지 가열하여 분해한다. 분해가 완료되면 식힌 다음 물 20mL를 가한 액을 시험용액으로 하여 질소정량법에 따라 시험할 때, 그 양은 12.2~13.0% 이어야 한다.

수 분 이 품목의 수분은 수분정량법(칼-피셔법)의 직접적정법에 따라 시험할 때, 그 양은 5.0% 이하이어야 한다.