

히드록시프로필메틸셀룰로스
Hydroxypropylmethyl Cellulose

INS No.: 464

CAS No.: 9004-65-3

합 량 이 품목은 건조한 다음 정량할 때, 메톡실기($-OCH_3$: 31.04) 19.0~30.0% 및 히드록시프로폭실기($-OCH_2CHOHCH_2$: 75.09) 3.0~12.0%를 함유한다.

성 상 이 품목은 백~황색을 띤 백색의 분말 또는 알갱이로서 냄새가 없거나 또는 약간 특이한 냄새가 있다.

확인시험 (1) 이 품목의 수용액(0.1→100)을 심하게 흔들면 거품층이 생긴다.

(2) 이 품목의 수용액(0.5→100) 5mL에 5% 황산동용액 또는 5% 황산알루미늄용액 5mL를 가하면, 침전이 생기지 않는다.

순도시험 (1) 액성 : 이 품목 1g을 물 100mL에 녹인 액의 pH는 5.0~8.0이어야 한다

(2) 프로필렌클로로히드린 : 이 품목 1g을 정밀히 달아 디에틸에테르 5mL를 가해 주고 마개를 한 후 10분간 초음파 추출한다. 이 액을 원심분리하여 상등액을 시험용액으로 한다. 따로, 프로필렌클로로히드린[Aldrich 292087(1-Chloro-2-propanol 70%와 2-Chloro-1-propanol 25%의 혼합물) 또는 이와 동등한 것] 0.1g을 정밀히 달아 디에틸에테르를 가하여 100mL로 하고, 이 액 일정량을 취해

디에틸에테르로 희석하여 1mL당 6~25ng의 프로필렌클로로히드린을 함유하도록 조제한 액을 각 표준용액으로 한다. 시험용액 및 각 표준용액 1 μ L씩을 다음의 조작조건으로 가스크로마토그래피에 주입한다. 이어서 각 표준용액의 농도(ng/mL)에 대한 표준용액의 피크면적을 측정하여 검량선을 작성한다. 시험용액 중의 프로필렌클로로히드린의 피크면적을 측정하여 미리 작성한 검량선으로부터 시험용액 중의 프로필렌클로로히드린 함량을 구할 때, 그 양은 0.1ppm 이하이어야 한다.

조작조건

캐필러리칼럼 : DB-WAX(30m \times 0.53mm, 1 μ m) 또는 이와 동등한 것

검출기 : 전자포획검출기(ECD)

주입구온도 : 200 $^{\circ}$ C

칼럼 온도 : 35 $^{\circ}$ C에서 7분간 머무른 후 8 $^{\circ}$ C/min의 비율로 온도를 상승시켜 200 $^{\circ}$ C에서 5분간 유지한다.

검출기온도 : 230 $^{\circ}$ C

캐리어가스 : 질소 또는 헬륨

유량 : 1-클로로-2-프로판올의 유지시간은 약 11.7분, 2-클로로-1-프로판올의 유지시간은 약 12.5분이 되도록 조정한다.

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

(4) 카드뮴 : 이 품목 5.0g을 취하여 원자흡광광도법 또는 유도결합플라즈마발광광도법에 따라 시험할 때, 그 양은 1.0ppm 이하이어야 한다.

(5) 수은 : 이 품목을 수은시험법에 따라 시험할 때, 그 양은 1.0ppm 이하이어야 한다.

건조감량 이 품목을 105℃, 3시간 건조할 때, 그 감량은 10.0% 이하이어야 한다.

강열잔류물 이 품목의 강열잔류물은 점도가 50cps이상일 경우에는 1.5% 이하, 50cps미만일 경우에는 3.0% 이하이어야 한다. 점도는 「메틸셀룰로스」의 순도시험 (1)에 따라 시험한다.

정 량 법 이 품목 약 65mg을 정밀히 달아 분해병(5mL 내압마개 유리 병)에 넣고 아디프산 65mg, 내부표준용액 2.0mL 및 요오드화수소산(취급시 주의할 것) 2.0mL를 넣고 마개를 하고 그 무게를 정밀히 단다. 분해병을 30초간 흔들어서 섞고 가열기를 사용하여 150℃, 20분간 가열한다. 다음 조심스럽게 흔들어서 섞고 다시 40분간 가열한다. 45분간 식힌 다음 그 무게를 정밀히 달고 감량이 10mg 이하의 것의 상층을 시험용액으로 한다. 따로 아디프산 65mg, 내부표준용액 2.0mL, 요오드화수소산 2.0mL를 분해병에 취하여 마개를 하고 그 무게를 정밀히 달고 요오드화이소프로필 15μL를 넣고 무게를 정밀히 달아 같은 방법으로 요오드화메틸 45μL를 넣고 무게를 정밀히 단다. 분해병을 30초간 흔들어서 섞은 다음 상층을 표준용액으로 한다. 시험용액과 표준용액 1μL를 각각 가스 크로마토그래피에 주입하고 다음 식에 따라 메톡실기와 히드록시프로폭실기의 함량(%)을 구한다.

$$\text{메톡실기의 양(\%)} = \frac{Q_{Ta}}{Q_{Sa}} \times \frac{W_{Sa}}{\text{검체의 채취량(mg)}} \times 21.86$$

$$\text{히드록시프로폭실기의 양(\%)} = \frac{Q_{Tb}}{Q_{Sb}} \times \frac{W_{Sb}}{\text{검체의 채취량(mg)}} \times 44.17$$

W_{Sa} : 표준용액중의 요오드화메틸의 양(mg)

W_{Sb} : 표준용액중의 요오드화이소프로필의 양(mg)

Q_{Sa}, Q_{Sb} : 표준용액중 내부표준물질의 피크면적에 대한 요오드화메틸 및 요오드화이소프로필의 피크면적비

Q_{Ta}, Q_{Tb} : 시험용액중 내부표준물질의 피크면적에 대한 요오드화메틸 및 요오드화이소프로필의 피크면적비

조작조건

칼 럼 : 가스크로마토그래피용 규조토(Chromosorb WHP 또는 이와 동등한 것)에 10% 메틸실리콘오일을 입힌 것 또는 이와 동등한 것

검 출 기 : 열전도도검출기(TCD) 또는 수소염이온화검출기(FID)

주입구온도 : 200℃

칼 럼 온 도 : 50℃

검출기온도 : 200℃

캐리어가스 : 헬륨 또는 질소

유 지 시 간 : 요오드화메틸, 요오드화이소프로필, 톨루엔 순이다.

내부표준용액 : 톨루엔 0.25g을 정밀히 취하여 *o*-크실렌으로 50mL

로 한다.