

가교카복시메틸셀룰로스나트륨

Cross-Linked Sodium Carboxymethyl Cellulose

크로스카멜로스나트륨

INS: 468

이 명: Croscarmellose sodium; Cross-linked cellulose gum; Cross-linked sodium CMC

CAS No.: 74811-65-7

성 상 이 품목은 약간 흡습성이 있는 백~회백색의 분말로서 냄새가 없다.

확인시험

- (1) 이 품목은 아세톤, 에탄올, 톨루엔에는 거의 녹지 않는다.
- (2) 이 품목 1g에 물 50mL을 가해주고 잘 흔들어 현탁액으로 한다. 이 액 1mL에 물 1mL 및 즉시 조제한 1-나프톨메탄올용액(1→25) 5방울을 가해주고 황산 2mL을 시험관 기벽에 조용히 흘러내리면서 가해줄 때, 액의 경계면은 적자색을 나타낸다.
- (3) 이 품목 1g에 메틸렌블루용액(1→250,000) 100mL을 가하여 잘 흔들어 주고 방치할 때, 청색의 섬유상 침전이 생긴다.
- (4) 이 품목 1g을 550~600°C에서 3시간 강열시켜 얻은 잔류물은 확인시험법 중 나트륨염의 반응을 나타낸다.

순도시험

- (1) 액성 : 이 품목 1g에 물 100mL을 가하여 5분간 저어줄 때, 상등액의 pH는 5.0~7.0 이어야 한다.

- (2) 물가용물 : 이 품목 10g을 정밀히 달아 물 800mL에 분산시키고 최초 30분간은 10분 간격으로 1분간씩 저어준다. 1시간 방치한 다음 필요시 원심분리한다. 이 액을 흡인여과하여 약 150mL의 여액을 모은다. 이 액 100mL을 건고되지 않을 정도로 가열농축하고 다시 100~105℃에서 4시간 건조한 후 잔류물의 무게를 정밀히 달아 다음 계산식에 따라 물가용물의 양을 구할 때, 그 양은 10% 이하이어야 한다.

$$\text{물가용물의 양(\%)} = \frac{M \times 800}{W}$$

M : 잔류물의 무게(g)

W : 검체의 채취량(g)

- (3) 치환도 : 이 품목 1g을 정밀히 달아 500mL 공전삼각플라스크에 넣고 염화나트륨시액 300mL을 가해 준 후 0.1M 수산화나트륨용액 25mL을 정확히 가하여 밀전하고 가끔씩 흔들어 섞어주면서 5분간 방치한다. 크레졸퍼플시액 5방울을 가해주고 다시 뷰렛으로 0.1M 염산 15mL을 가하여 밀전하고 흔들어 섞어 준다. 액의 색이 자색이 되면 황색이 될 때까지 0.1M 염산을 정확히 1mL씩 가해주고 그때 마다 흔들어 섞어준다. 이 액을 0.1M 수산화나트륨용액으로 적정한다. 종말점은 액의 황색이 자색으로 변하는 점으로 한다. 같은 방법으로 공시험을 행하고, 다음 계산식에 따라 무수포도당 1 unit당 카복시메틸그룹(산·카복시메틸기의 치환

도 A와 나트륨·카복시메틸기의 치환도 S의 합계)의 양을 구할 때, 그 양은 건조물로 환산 시 0.2~1.5 이어야 한다.

$$A = \frac{1150M}{7102 - 412M - 80C}$$

$$S = \frac{(162 + 58A)C}{7102 - 80C}$$

M : 건조물로 환산한 이 품목 1g 중화에 소비되는 수산화나트륨의 양 (mmol)

C : 강열잔류물에서 구한 값(%)

크레졸퍼플시액 : m-크레졸퍼플 0.1g을 최소량의 알코올에 녹인 후 물에 녹여 100mL로 한다.

(4) 염화나트륨 및 글리콜산나트륨 : 이 품목의 염화나트륨 및 글리콜산나트륨의 합계는 건조물로써 0.5% 이하이어야 한다.

(i) 염화나트륨 : 이 품목 5g을 정밀히 달아 물 50mL 및 30% 과산화수소 5mL을 가해주고 가끔씩 저어주면서 수욕상에서 20분간 가열한다. 이를 식힌 다음 물 100mL 및 질산 10mL을 가해주고 0.05M 질산은용액으로 전위차적정으로 측정한다. 같은 방법으로 공시험을 하여 보정한다.

$$0.05M \text{ 질산은용액 } 1mL = 2.922mg \text{ NaCl}$$

(ii) 글리콜산나트륨 : 이 품목 0.5g을 정밀히 달아 초산 5mL 및 물 5mL을 가하여 15분간 저어준다. 아세톤 50mL을 가끔씩

저어주면서 서서히 가해 준 다음 염화나트륨 1g을 가하여 3분간 저어주고, 미리 소량의 아세톤으로 적셔둔 여지를 사용하여 여과한다. 잔류물을 아세톤 30mL로 잘 씻고 세액을 앞의 여액에 합해 주고 다시 아세톤을 가하여 정확히 100mL로 한 다음 24시간 정치한 후 맑은 상층액을 시험원액으로 한다. 별도로 글리콜산 0.100g을 정밀히 달아 물에 녹이고 정확하게 200mL로 한다. 이액 0.5mL, 1mL, 2mL, 3mL 및 4mL을 각각 취하여 물을 가하여 5mL씩으로 하고 다시 초산 5mL 및 아세톤을 가하여 100mL씩으로 한 액을 각각 표준원액(1), 표준원액(2), 표준원액(3), 표준원액(4) 및 표준원액(5)로 한다. 시험원액, 표준원액(1), 표준원액(2), 표준원액(3), 표준원액(4) 및 표준원액(5) 2mL씩 정확히 취하여 각각 수욕 중에서 20분간 가열하고 아세톤을 증발시킨다. 식힌 다음 2,7-히드록시나프탈렌시액 5mL을 정확히 가하여 혼화시킨 후 다시 2,7-히드록시나프탈렌시액 15mL을 가하여 혼화하고 용기의 입구를 알루미늄호일로 덮고 수욕중에서 20분간 가열한다. 식힌 다음 황산을 가하여 정확히 25mL로 하고 혼화한 액 각각을 시험용액, 표준용액(1), 표준용액(2), 표준용액(3), 표준용액(4) 및 표준용액(5)로 한다. 따로, 물·초산의 혼액(1:1) 10mL에 아세톤을 가하여 정확히 100mL로 하고 이 액 2mL을 정확히 취하여 이하 시험원액과 동일하게 조작하여 얻은 액을 공시험용액으로 한다. 시험용액, 표준

용액(1), 표준용액(2), 표준용액(3), 표준용액(4) 및 표준용액(5)에 대하여 공시험용액을 대조액으로 하여 액층 1cm, 파장 540nm 부근의 극대흡수파장에서 흡광도 A_T , A_{S1} , A_{S2} , A_{S3} , A_{S4} 및 A_{S5} 를 각각 측정한다. 검량선으로부터 시험용액 100mL 중에 함유된 글리콜산의 양을 구하여 다음 계산식에 따라 글리콜산나트륨의 양을 구한다.

$$\text{글리콜산나트륨의 양(\%)} = \frac{X \times 100 \times 1.2890}{\text{검체의 채취량(g)}}$$

A : 검량선으로부터 얻은 글리콜산의 양(g)

B : 검체의 채취량(g)

2,7-히드록시나프탈렌시액 : 2,7-히드록시나프탈렌 100mg을 정밀히 달아 황산 1,000mL에 녹인다. 황색이 사라질 때까지 방치한 후 암소에서 보관한다.

- (5) 비소 : 이 품목을 비소시험법에 따라 시험할 때, 그 양은 4.0ppm 이하이어야 한다.
- (6) 납 : 이 품목 5.0g을 취하여 원자흡광광도법 또는 유도결합플라즈마발광광도법에 따라 시험할 때, 그 양은 2.0ppm 이하이어야 한다.
- (7) 카드뮴 : 이 품목 5.0g을 취하여 원자흡광광도법 또는 유도결합플라즈마발광광도법에 따라 시험할 때, 그 양은 1.0ppm 이하이어야 한다.

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

건조감량 이 품목을 105℃에서 3시간 건조할 때, 그 감량은 6.0% 이하이어야 한다.

강열잔류물 이 품목 2g을 정밀히 달아 강열잔류물시험법에 따라 시험하고 건조물로 환산 시, 그 양은 14.0~28.0% 이어야 한다.