

변성전분

Food Starch Modified

정의 이 품목은 여러 가지 곡물이나 근경에서 유래한 전분을 소량의 화학물질로 처리하여 전분의 히드록시기와 반응물질사이의 반응에 의해 화학적으로 변형시킨 것 또는 이를 호화한 것으로 전분 본래의 물리적 특성을 변형시킨 것이다. 이 품목에 포함되는 것은 다음과 같다.

명칭	영문	생성반응	INS No.
산화전분	Oxidized Starch	차아염소산나트륨에 의한 산화반응	1404
아세틸아디프산이전분	Acetylated Distarch Adipate	무수아디판산 및 무수초산에 의한 에스테르화 반응	1422
아세틸인산이전분	Acetylated Distarch Phosphate	산화염화인 또는 메타삼인산나트륨과 무수초산 또는 초산비닐에 의한 에스테르화 반응	1414
옥테닐호박산나트륨 전분	Starch Sodium Octenyl Succinate	무수옥테닐호박산에 의한 에스테르화 반응	1450
인산이전분	Distarch Phosphate	산화염화인 또는 메타삼인산나트륨에 의한 에스테르화 반응	1412
인산일전분	Monostarch Phosphate	인산일전분반응 및 인산이전분반응	1410
인산화인산이전분	Phosphated Distarch Phosphate	폴리삼인산나트륨 및 메타삼인산나트륨에 의한 에스테르화 반응	1413
초산전분	Starch Acetate	무수초산 또는 초산비닐에 의한 에스테르화 반응	1420
히드록시프로필인산이전분	Hydroxypropyl Distarch Phosphate	산화염화인 또는 메타삼인산나트륨에 의한 에스테르화 반응 및 프로필렌옥시드에 의한 에테르화 반응	1442
히드록시프로필전분	Hydroxypropyl Starch	프로필렌옥시드에 의한 에테르화 반응	1440

성 상 이 품목은 백색 또는 거의 백색의 분말, 입자로서 냄새와 맛이 없으며 호화시킨 것은 조각, 무정형의 분말 또는 거친 입자로서 냄새와 맛이 없다.

확인시험 (1) 이 품목 1g을 물 20mL에 현탁시킨 액에 요오드시액 수방울을 가하면 암청~적색으로 된다.

(2) 이 품목 2.5g을 플라스크에 넣고 3% 염산 10mL 및 물 70mL을 가하여 흔들어 준 다음 냉각기를 부착한 수욕 중에서 3시간 가열한다. 식힌 다음 이 액 0.5mL을 뜨거운 펠링시액 5mL에 가해주면 많은 양의 적색 침전이 생성된다.

(3) 이 품목 50mg을 1% 메틸렌블루용액 25mL에 5~10분간 간간이 저으면서 현탁시킨 다음 과량의 상등액을 따르고 전분을 물로 씻는다. 이를 현미경으로 관찰할 때, 색을 나타낸다(다만, 산화전분에 한한다).

(4) 이 품목 10g을 물 25mL에 현탁시킨 다음 0.4N 수산화나트륨용액 20mL을 가한다. 이 액을 1시간동안 흔들어 준 다음 여과하고 여액을 건조기온도 110°C에서 증발시킨 후 잔류물에 물 몇 방울을 가하여 녹이고 시험관에 옮긴다. 수산화칼슘을 가하고 가열하면 발생하는 아세톤가스에 o-니트로벤즈알데히드포화용액을 적신 여지를 찍면 청색이 나타나고 염산(1→10) 1방울을 여지에 떨어뜨리면 o-니트로벤즈알데히드포화용액의 황색이 없어져 청색이 선명해 진다(다만, 아세틸아디프산이전분, 아세틸인산이전분 및 초산전분에 한한다).

o-니트로벤즈알데히드포화용액 : o-니트로벤즈알데히드를 2N 수산화나트륨용액에 포화되도록 녹이고, 사용 시 조제한다.

(5) 이 품목을 적외부흡수스펙트럼 측정법의 (1)브롬화칼륨정제법에 따라 시험할 때, 에스테르기를 나타내는 약 1720cm^{-1} 에서 흡수대가 나타난다. 이 때 검출한계는 아세틸기, 아디필기, 호박산기 약 0.5% 이다(다만, 아세틸아디프산이전분, 아세틸인산이전분, 옥테닐호박산나트륨전분 및 초산전분에 한한다).

순도시험 (1) 비소 : 이 품목을 비소시험법에 따라 시험할 때, 그 양은 1.3ppm 이하이어야 한다.

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

(3) 이산화황 : 이 품목 30g을 취하여 「카라멜색소」의 순도시험 (9)에 따라 시험하고 0.01N 수산화나트륨용액으로 적정하여 다음 계산식에 따라 이산화황의 양을 구할 때, 그 양은 50ppm 이하이어야 한다.

$$\text{이산화황의 양(ppm)} = \frac{(S - B) \times 32.02 \times 10}{\text{검체의 채취량(g)}}$$

(4) 아디프산기 : 다음의 시험방법에 따라 시험할 때, 아디프산기의 양은 0.135% 이하이어야 한다(다만, 아세틸아디프산이전분에 한한다).

총아디프산염 : 이 품목 1g을 정밀히 달아 250mL 삼각플라스크에 넣고 물 50mL 및 0.1% 글루타린산용액 1mL을 가한 다음 전분이 충분히 퍼지도록 손으로 흔든다. 이 액에 4N 수산화나트륨용액

50mL을 가하고 5분간 혼든 다음 12N 염산 20mL을 조심스럽게 가하여 식히고 250mL 분액여두에 옮긴다. 초산에틸 100mL씩 3회 추출한 다음 용매층을 미리 무수황산나트륨 20g을 넣은 삼각플라스크에 모은다. 10분간 주기적으로 혼든 다음 왓트만 No.1로 여과하고 초산에틸 50mL로 삼각플라스크 및 잔류물을 2회 씻은 후 40°C를 넘지 않는 온도에서 가수분해가 일어나지 않도록 가능한 빨리 감압건조(50mmHg)한다. 방치시에도 초산에틸이 가수분해되어 분해물이 아디프산분석에 영향을 미칠 수 있으므로 조작을 신속히 한다. 완전히 건조한 다음 피리딘 2mL 및 N, N-비스트리메틸실릴트리플로로아세트아미드 1mL을 가하여 마개를 하고 플라스크를 서서히 흔들며 내면의 내용물을 완전히 적셔준 다음 1시간 방치한다. 이 액을 작은 바이알에 옮기고 4μL를 가스크로마토그래피에 주입한다.

유리아디프산 : 이 품목 5.0g을 정밀히 달아 250mL 삼각플라스크에 넣고 물 100mL 및 0.1% 글루타린산용액 1.0mL을 가한 다음 1시간동안 흔들고 0.45μm 필터로 여과한다. 여액에 염산 1mL을 가하고 250mL 분액여두에 옮긴 다음 이하는 총아디프산염과 동일조작한다.

다음 계산식에 따라 총아디프산염 및 유리아디프산의 함량을 구한다.

$$\text{총아디프산염 또는 유리아디프산의 함량(\%)} = \frac{A}{\text{검체의 채취량(g)} \times 10}$$

A : 검량선에서 구한 시험용액중의 아디프산의 양(mg)

아디프산기의 양(%) = 총아디프산염의 양(%) - 유리아디프산의 양(%)

검량선의 작성 : 옥수수전분 1.0g을 달아 4개의 삼각플라스크에 각각 넣고 각 플라스크에 0.1% 글루타린산용액 1mL을 가한 다음 아디프산표준용액 0.25, 0.50, 0.75 및 1.0mL을 각각 넣는다. 전분이 충분히 퍼지도록 손으로 흔든다. 이하 총아디프산염과 동일조작한다. 아디프산과 글루타린산피크면적을 측정하여 아디프산의 양(mg)에 대한 면적비(아디프산피크면적/글루타린산피크면적)로 검량선을 작성한다.

아디프산표준용액 : 아디프산 1.00g을 따뜻한 물 900mL에 녹인 다음 상온으로 식히고 물로 1,000mL로 한다.

조작조건

칼 럼 : 내경 1.83mm, 길이 2m의 스테인레스관

칼럼충전제 : 80~100메쉬의 크로모소브 GAW-DMCS에 5%
OV-17를 입힌 것 또는 이와 동등한 것

검 출 기 : 수소염이온화검출기(FID)

주입구온도 : 280℃

칼럼 온도 : 140℃

검출기온도 : 250℃

캐리어가스 및 유량 : 질소, 30mL/min

(5) 아세틸기 : 이 품목 5g을 정밀히 달아 200mL 삼각플라스크에 넣

고 물 50mL을 가하여 현탁시킨 다음 페놀프탈레인시액을 지시약으로 하여 0.1N 수산화나트륨용액으로 지속적인 옅은 홍색이 될 때까지 적정한다. 이 액에 0.45N 수산화나트륨용액 25mL을 가해준 다음 마개를 막고 30℃이하에서 30분간 진탕시키고 마개를 열고 마개 및 플라스크를 물을 가하여 씻어준다. 다음에 플라스크내의 과잉의 알칼리를 0.2N 염산으로 옅은 홍색이 없어질 때까지 적정하여 이의 소비량을 S로 하고 별도로 0.45N 수산화나트륨용액 25mL로 공시험을 하여 이의 소비량을 B로 한다. 다음 계산식에 따라 계산할 때, 아세틸기의 양이 2.5% 이하이어야 한다(다만, 아세틸아디프산이전분, 아세틸인산이전분 및 초산전분에 한한다).

$$\text{아세틸기(\%)} = \frac{(B-S) \times F \times 0.0086}{\text{검체의 채취량(g)}} \times 100$$

(6) 옥테닐호박산나트륨전분 치환도 : 이 품목 5g을 150mL 비이커에 넣고 이소프로필알콜 수mL로 골고루 적시고 2.5N 염산이소프로필알콜용액 25mL로 비이커 벽면을 씻어 내리면서 가한 다음 30분동안 잘 혼합하고 90% 이소프로필알콜 100mL을 가하여 10분동안 더 섞는다. 부크너깔대기로 여과한 다음 여액에 1% 질산은시액 1mL을 가하여 혼탁 또는 침전이 1분간 지속되지 않을 때까지 90% 이소프로필알콜로 잔류물을 씻는다. 잔류물을 600mL 비이커에 옮기고 물을 가하여 300mL로 하고 저으면서 10분간 수욕상에서 가열하고 뜨거울 때 페놀프탈레인시액을 지시약으로 하여 0.1N 수산화나트륨용액으로

적정하여 다음 계산식에 따라 치환도를 구할 때, 그 양은 0.02 이하이어야 한다(다만, 옥테닐호박산나트륨전분에 한한다).

$$\text{치환도(DS)} = \frac{0.162A}{1 - 0.210A}$$

A : 옥테닐호박산나트륨전분 1g에 요구되는 수산화나트륨 밀리당량수

$$A = \frac{0.1N \text{ 수산화나트륨용액 소비 mL수} \times 0.1}{\text{검체의 채취량(g)}}$$

(7) 인산염(인으로서) : 아래의 검체처리에 의해 얻은 건조물 10g을 실리카재질의 도가니에 취하여 초산아연용액 10mL을 골고루 젖도록 가한 다음 열판에서 조심스럽게 증발건고하고 열을 더 가하여 탄화시킨다. 이를 550℃에서 회화한 다음 물 15mL을 가하여 적시고 희석한 질산 5mL로 기벽을 씻어 내린다. 끓을 때까지 가열하고 식힌 다음 200mL 용량플라스크에 옮기고 물 20mL씩 세번 도가니를 씻어 이를 용량플라스크에 합한 다음 물로 200mL로 한다. 인으로서 1.5mg 이하를 함유하는 양 V(mL)을 취하여 100mL 용량플라스크에 가하고 공시험용 100mL 용량플라스크에는 물 50mL을 가한 다음 각 플라스크에 희석한 질산 10mL, 바나딘산암모늄용액 10mL 및 몰리브덴산암모늄용액 10mL을 순서대로 각각 가하고 완전히 섞은 다음 물을 가하여 100mL로 하고 10분간 방치한다. 공시험용액을 대조액으로 하여 액층 1cm, 파장 460nm에서 흡광도를 측정하고 검량선에서 인의 양 a(mg/100mL)를 구하여 다음 계산식에 따라 인(P)의 양(%)을 구할 때, 그 규격은 아래와 같다.

인산일전분	0.5% 이하(감자 및 밀전분) 0.04% 이하(그외 다른 전분)
인산이전분	0.14% 이하(감자 및 밀전분) 0.04% 이하(그외 다른 전분)
인산화인산이전분	0.5% 이하(감자 및 밀전분) 0.4% 이하(그외 다른 전분)
아세틸인산이전분	0.14% 이하(감자 및 밀전분) 0.04% 이하(그외 다른 전분)
히드록시프로필인산이전분	0.14% 이하(감자 및 밀전분) 0.04% 이하(그외 다른 전분)

$$\text{인(P)의 양(\%)} = \frac{a \times 200 \times 100}{\text{건조물의 채취량(mg)} \times V} \times \frac{S}{W}$$

검체처리 : 이 품목 20~25g(W)에 메탄올·물의 혼액(7 : 3) 200mL 을 가하고 15분 동안 기계적으로 저은 다음 150mL 용량의 중간크기(10~15 μ m) 유리 또는 부크너여과기로 감압여과한다. 여과기내의 침전물을 메탄올·물의 혼액(7 : 3) 200mL로 씻어 준다. 침전물을 현탁시키고 이를 다시 여과 및 세척과정을 한 다음 50℃ 이하에서 건조한다. 건조물을 20메쉬 이하로 간 다음 완전히 섞어 100mmHg 이하의 감압하에 120℃로 5시간 건조하여 건조물의 양(S)을 구한다(위의 조작용 찬물에 녹지 않는 전분에 대한 것이며, 호화하거나 다른 수용성전분에 대해서는 1~2% 수용액페이스트로 조제한다. 이를 셀로판튜브에 넣고 30~40시간동안 물을 갈아 주면서 투석한다. 투석한 페이스트의 용량에 대해 4배 용량의 아세톤을 저으면서 가하여 전분을 침전시킨다. 이를 중간크기(10~15 μ m)의 유리 또는 부크너깔대기로 여과한 다음 에탄올로 세척한다. 이를 위의 불용성전분과 동일조작으로 건조하여 건조물의 양을 구한다).

검량선의 작성 : 인표준용액 5, 10, 15mL을 각각 취한 100mL 용

량플라스크 및 공시험용 100mL 용량플라스크에 희석한 질산 10mL, 바나딘산암모늄용액 10mL, 몰리브덴산암모늄용액 10mL을 순서대로 각각 가한 다음 완전히 섞는다. 물을 가하여 100mL로 하고 10분간 방치한 다음 공시험용액을 대조액으로 하여 액층 1cm, 파장 460nm에 대한 각각의 흡광도를 구하고 인의 농도 (mg/100mL)에 대한 흡광도로 검량선을 작성한다.

시 액

몰리브덴산암모늄용액(5%) : 몰리브덴산암모늄(4수화물)에 따듯한 물 900mL을 가하여 녹이고 상온으로 식힌 다음 물을 가하여 1,000mL로 한다.

바나딘산암모늄용액(0.25%) : 메타바나딘산암모늄 2.5g에 끓는 물 600mL을 가하여 녹이고 60~70℃로 식힌 다음 질산 20mL을 가한다. 이 액을 상온으로 식히고 물을 가하여 1,000mL로 한다.

초산아연용액(10%) : 초산아연(2수화물) 120g에 물 880mL을 가하여 녹이고 사용하기 전에 왓트만 No. 2V 또는 이와 동등한 여과지로 여과한다.

희석한 질산(29%) : 질산(비중 1.42) 300mL을 물 600mL에 가한다.

인표준용액 : 제일인산칼륨 438.7mg에 물을 가하여 1,000mL로 한다(이 액 1mL는 인 100 μ g 함유).

(8) 초산비닐 : 이 품목 30g을 100mL 플라스크에 넣고 설템(septum)으로 마개를 한 다음 밀봉하고 이 액과 표준용액을 70℃ 수

육상에서 30분간 방치한다. 두 플라스크의 기체부분(head-space)에서 가스실린지(gas-tight syringe)로 2.0mL씩 취하여 가스크로마토그래피에 주입하여 다음 계산식에 따라 초산비닐의 양을 구할 때, 그 양은 0.1ppm 이하이어야 한다(다만, 아세틸인산이전분에 한한다).

$$\text{초산비닐의 양(ppm)} = 150 \times \frac{A}{S} \times \frac{1}{\text{검체의 채취량(g)}}$$

A : 시험용액의 피크면적

S : 표준용액의 피크면적

150 : 표준액 중 초산비닐의 양(μg)

표준용액의 조제 : 초산비닐 150mg에 물을 가하여 100mL로 하고 이 액 1mL을 물을 가하여 10mL로 한 액(0.15mg/mL) 1mL을 검체와 동일한 원료의 변성되지 않은 전분 30g에 가하고 설템으로 마감틀 한 다음 밀봉한다.

조작조건

칼 럼 : 내경 2mm, 길이 2m의 유리관

칼럼충전제 : Porapak Q 또는 이와 동등한 것

검 출 기 : 수소염이온화검출기(FID)

주입구온도 : 200℃

칼 럼 온 도 : 150℃

검출기온도 : 200℃

캐리어가스 및 유량 : 질소, 20mL/min

(9) 카복실기 : 이 품목을 20메쉬 또는 이보다 미세한 분말로 한 다음 0.25meq(밀리당량수)에 대응하는 양을(약하게 산화된 것 5g 이하, 강하게 산화된 것 0.15g 이하) 정밀히 달아 비이커에 넣고 0.1N 염산 25mL을 가한 다음 30분간 간간히 젖는다. 이를 중간크기(10~20 μ m)의 유리여과지로 감압여과한 다음 여액 5mL에 1% 질산은시액 1mL을 가하여 혼탁 또는 침전이 1분간 지속되지 않을 때까지 물(일반적으로 300mL)로 씻어준다. 잔류물을 비이커에 옮기고 물 300mL을 가한 다음 끓는 수욕상에서 호화가 될 때까지 저으면서 가열하고 호화가 완전하도록 15분간 더 가열한다. 가열을 끝낸 다음 뜨거운 상태에서 페놀프탈레인시액을 지시약으로 하여 0.1N 수산화나트륨용액으로 적정하고 그 소비량을 S라 한다. 공시험용은 검체동량에 물 10mL을 가하여 30분간 5분 간격으로 저은 다음 감압여과하고 물 200mL로 씻어주고 잔류물을 본시험과 동일하게 조작하여 그 소비량을 구한다. 다음 계산식에 따라 계산할 때, 카복실기의 양이 1.1% 이하이어야 한다(다만, 산화전분에 한한다).

$$\text{카복실기(\%)} = \frac{(S - B) \times 0.0045 \times 100}{\text{검체의 채취량(g)}}$$

감자전분일 경우에는 인(P)의 양(%)을 구하여 인산염량을 뺀다.

$$\frac{2 \times 45.02 \times P}{30.97} = 2.907 \times P$$

(10) 프로필렌클로로히드린 : 이 품목 50g을 정밀히 취하여 압력병에 넣고 2N 황산 125mL을 가하고 흔들어 혼합한 후 마개를 하고 끓는 수욕에서 10분간 가열하고 다시 흔들어 준 다음 계속하여 15분간 더 가열한다. 식힌 후 25% 수산화나트륨용액으로 pH 7로 중화하고 왓트만여지 No.1을 사용하여 여과하고 물 25mL로 여지 및 압력병을 씻어 여액과 합한다. 이에 무수황산나트륨 30g을 가하고 자석식교반기를 사용하여 완전히 녹인다. 이를 500mL의 분액여두에 옮기고 용기는 물 25mL로 씻어서 분액여두에 합한다. 에테르 50mL씩으로 매 회 5분씩 5회 추출하고 이 추출액을 모아 50~55°C의 수욕에서 쿠테르나다니쉬농축기를 사용하여 8mL로 농축한다. 칼럼관에 미리 130°C에서 16시간 처리한 플로리실 PR(60~100메쉬) 10g을 채우고 그 위에 무수황산나트륨 1g을 채워 25mL의 에테르로 적신 후 농축물을 옮기고 에테르 25mL씩으로 3회 통과한다. 유출액은 모두 모아 5mL로 농축하여 시험용액으로 한다. 별도로 변성시키지 않은 옥수수전분 50g을 5개의 압력병에 넣고 2N 황산 125mL씩을 가한다. 이들 각각에 프로필렌클로로히드린 표준용액 0, 0.5, 1, 2 및 5mL을 가하여 검체와 동일하게 처리하여 표준용액으로 한다. 이들 표준용액의 농도는 전분을 기준으로 0, 0.5, 1, 2, 5mg/kg(ppm)이다. 시험용액 및 표준용액 각각 2 μ L씩 가스크로마토그래피에 주입하여 크로마토그래피(각각 2개의 피크)을 얻고 표준용액의 농도(ppm)에 대한 피크면적(2개의 이성체 합)으로 검량선을 작성하고 시험용액

중 프로필렌클로로히드린의 양을 구할 때, 그 양이 1ppm 이하이어야 한다(다만, 히드록시프로필전분 및 히드록시프로필인산이전분에 한한다).

조작조건

칼 럼 : 3m×3.2mm의 스테인레스관

칼럼충전제 : 80~100메쉬의 Gas chrom 2에 카보왁스 20M을 10% 입힌 것 또는 이와 동등한 것

검 출 기 : 수소염이온화검출기(FID)

주입구온도 : 210℃

칼럼 온도 : 110℃

검출기온도 : 240℃

캐리어가스 및 유량 : 헬륨, 25mL/min

시 액

프로필렌클로로히드린표준용액 : 프로필렌클로로히드린(2-클로로-1-프로판올을 25% 포함한 1-클로로-2-프로판올) 50.0 mg을 정밀히 달아 물을 가하여 100mL로 한다. 이 액 10mL을 정확히 취하여 메스플라스크에 넣고 물을 가하여 100mL로 한다(이 액 1mL는 혼합클로로히드린 50μg을 함유한다).

(11) 히드록시프로필기 : 이 품목 50~100mg을 정밀히 달아 100mL 용량플라스크에 넣고 1N 황산 25mL을 가한다. 공시험용으로 변성전분과 동일한 원료의 변성되지 않은 전분을 위와 동일조작을 한 다음

두 플라스크를 끓는 수욕상에서 용액이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 가하여 100mL로 하고 시험용액의 경우 필요하면 히드록시프로필기가 4mg 이하가 되도록 더 희석한다. 두 액을 25mL 눈금이 있는 시험관에 각각 1mL씩 넣고 시험관을 찬물에 담근 상태에서 황산 8mL씩 천천히 가한 다음 유리마개를 하여 잘 섞고 정확히 3분간 끓는 물에 방치한다. 액이 차가워질 때까지 즉시 얼음물에 옮기고 닌히드린시액 0.6mL씩 가한 다음 즉시 잘 흔들고 25℃ 수욕상에서 100분간 방치한다. 황산을 가하여 25mL로 하고 몇 번 뒤집어 준다(진탕하지 말 것). 공시험용액을 대조액으로 하여 액층 1cm, 파장 590nm에서 흡광도를 즉시 측정하여 다음 계산식에 따라 히드록시프로필기의 양(%)을 구할 때, 그 양은 7.0% 이하이어야 한다(다만, 히드록시프로필전분 및 히드록시프로필인산이전분에 한한다). 이 때 시험용액을 셀(cell)에 옮긴 다음 5분 후에 측정한다. 따로 프로필렌글리콜표준용액(각 액 1mL는 프로필렌글리콜 10, 20, 30, 40 및 50µg 함유) 1mL씩 25mL 눈금이 있는 시험관에 취하여 이하 위와 동일조작하여 검량선을 작성한다.

$$\text{히드록시프로필기의 양(\%)} = \frac{C \times 0.7763 \times 10 \times D}{\text{검체의 채취량(mg)}}$$

C : 검량선에서 구한 프로필렌글리콜의 양(µg/mL)

D : 희석배수

시 액

닌히드린시액 : 닌히드린 3g을 달아 5% 산성아황산나트륨용액
100mL에 녹인다.