

이온교환수지

Ion Exchange Resin

정의 이 품목에는 입상물, 분상물 또는 현탁액이 있고 각각을 이온교환수지(입상), 이온교환수지(분상) 및 이온교환수지(현탁액)이라 칭한다.

가. 이온교환수지(입상)

성상 이 품목은 흑색, 갈색, 옅은 적갈색 또는 백색의 둥근 모양, 덩어리 또는 알맹이로서 거의 냄새가 없다.

확인시험 (1) 양이온교환수지 : 이 품목 5mL를 안지름 1cm의 크로마토그래피용 유리관에 물과 같이 흘러 보내어 수지기둥을 만들고 염산(1→10) 25mL를 1분간 약 5mL의 속도로 유출시켜 다시 물 100mL를 동량의 속도로 유출시켜 물로 씻은 다음 다시 수산화칼륨용액(1→15) 25mL를 동량의 속도로 유출시킨 다음에 다시 물 75mL를 동량의 속도로 유출시켜 물로 씻는다. 최종액 5mL에 초산(1→20) 2mL를 가해서 다음에 코발트아질산나트륨시액 3방울을 가할 때 황색의 탁도를 나타내서는 아니 된다. 크로마토그래피용 유리관중의 수지 2mL를 시험관에 넣고 염산(1→9) 5mL를 가해서 5분간 잘 흔들어 섞은 다음 여과하고 여지상의 수지를 물로 씻고 세액을 여액에 합하여 약 5mL로 한다. 수산화나트륨용액(1→25) 4mL를 가해서

흔들어 섞고 초산(1→20) 2mL를 가해주고 이어서 코발트아질산나트륨시액 3방울을 가할 때, 황색의 침전을 생성한다.

(2) 음이온교환수지 : 이 품목 5mL를 안지름 약 1cm의 크로마토그래피용 유리관에 물과 함께 흘려 보내어 수지기등을 만들고 염산(1→10) 25mL를 1분간 약 5mL의 속도로 유출시킨 다음 이어서 물 100mL를 같은 속도로 유출시킨 다음 물로 씻어준다. 최종액 5mL에 초산(1→9) 1mL를 가하고 이어서 질산은용액(1→50) 3방울을 가할 때, 백탁 해서는 아니 된다. 크로마토그래피용 유리관중의 수지 1mL를 시험관에 넣고 수산화나트륨용액(1→25) 3mL를 가하여 5분간 잘 흔들어 섞은 다음 여과하고 여지상의 수지를 씻어주고 세액을 여액에 합하여 약 5mL로 한 다음 질산(1→9) 3mL를 가해주고 이어서 질산은용액(1→50) 3방울을 가할 때, 백색의 침전을 생성한다.

순도시험 ① 및 ②에 따라 기준형을 만들고 물에 잘 적신 다음 여과지를 사용하여 부착된 물을 제거시킨 것을 검체로 하여 다음 시험을 한다.

① 양이온교환수지 : 이 품목 25mL를 안지름 약 3cm의 크로마토그래피용 유리관에 넣고 10% 염산 1,000mL를 1분간 15~20mL의 속도로 유출시킨 다음 다시 물을 같은 속도로 유출시켜 씻는다. 그 씻은 액 10mL를 취하여 염화물시험을 하고 그 양이 0.01N 염산 0.3mL에 대응하는 양 이하로 될 때까지 물로 씻어 기준형(H형)을 만든다.

② 음이온교환수지 : 이 품목 25mL를 안지름 약 3cm의 크로마토그래피용 유리관에 넣고 4% 수산화나트륨용액 1,000mL를 1분간 15~20mL의 속도로 유출시킨 다음 다시 물을 같은 속도로 유출시켜 씻는다. 그 씻은 액이 페놀프탈레인시액으로 중성이 될 때까지 물로 씻어 기준형(OH형)을 만든다.

(1) 고휘분 : 검체 약 10g을 정밀히 달아 양이온교환수지일 때는 100℃에서 12시간, 음이온교환수지일 때는 40℃에서 30mmHg의 감압데시케이타에서 12시간 건조할 때, 그 양은 2.5g 이상이어야 한다.

(2) 물가용물 : 검체 약 10g을 정밀히 달아 안지름 28mm, 길이 100mm의 원통여과지에 넣고 물 1,000mL중에 매달고 때때로 흔들어 섞으면서 5시간 추출한다. 이 추출액 50mL를 취하여 주의하면서 증발시킨 다음 110℃에서 3시간 건조할 때, 그 잔류물은 2.5mg 이하이어야 한다. 따로 같은 방법으로 공시험을 한다.

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

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

총이온교환용량

① 양이온교환수지 : 순도시험의 검체 약 5g을 정밀히 달아 0.2N 수산화나트륨용액 500mL에 담그어 때때로 흔들어 섞으면서 12시간 방치하고, 그 상징액 10mL를 취하여 0.1N 황산으로 적정한다

(지시약 : 메틸오렌지시액 3방울). 따로 같은 방법으로 공시험을 하여 다음 계산식에 따라 총이온교환용량을 구할 때, 그 값은 1.0 밀리당량/g 이상이어야 한다.

$$\text{총이온교환용량} = \frac{\text{공시험의 0.1N 황산의 소비량(mL)} - \text{본시험의 0.1N 황산의 소비량(mL)}}{\text{검체의 채취량(g)} \times \frac{\text{고형분(\%)}}{100}} \times 5(\text{밀리당량/g})$$

② 음이온교환수지 : 순도시험의 검체 약 5g을 정밀히 달아 0.2N 염산 500mL에 담귀 때때로 흔들어 섞으면서 12시간 방치하고 그 상징액 10mL를 취하여 0.1N 수산화나트륨용액으로 적정한다(지시약 : 페놀프탈레인시액 3방울). 따로 같은 방법으로 공시험을 하여 다음 계산식에 따라 총이온교환용량을 구할 때, 그 값은 1.0밀리당량/g 이상이어야 한다.

$$\text{총이온교환용량} = \frac{\text{공시험의 0.1N 수산화나트륨 용액의 소비량(mL)} - \text{본시험의 0.1N 수산화나트륨 용액의 소비량(mL)}}{\text{검체의 채취량(g)} \times \frac{\text{고형분(\%)}}{100}} \times 5(\text{밀리당량/g})$$

나. 이온교환수지(분상)

성 상 이 품목은 흑색, 갈색, 옅은 적갈색 또는 백색의 분말로서 거의 냄새가 없다.

확인시험 (1) 양이온교환수지 : 이 품목 2g을 안지름 약 7.5cm의 멤브레인여과지(공경 1 μ m)를 부착시킨 가압여과기에 물과 같이 흘려 보내서 수지층을 만들고 염산(1→9) 25mL를 1분간 약 5mL의 속도로

유출시킨 다음에 물 100mL를 동량의 속도로 유출시켜서 물로 씻은 다음 다시 수산화칼륨용액(1→15) 25mL를 같은 속도로 유출시키고 물 75mL를 같은 속도로 유출시킨 다음 물로 씻어준다. 최종액 5mL에 초산(1→20) 2mL를 가하여 다음에 코발트아질산나트륨시액 3방울을 가할 때, 황색의 혼탁이 나타나서는 아니 된다. 가압여과기 중의 수지 0.5g을 시험관에 넣고 염산(1→9) 5mL를 가하여 5분간 잘 흔들어 섞은 다음 여과하고 여지상의 수지를 물로 씻어 주고 세액을 여액에 합하여 약 5mL로 한다. 수산화나트륨용액(1→25) 4mL를 가해서 흔들어 섞고 초산(1→20) 2mL를 가하여 다음에 코발트아질산나트륨시액 3방울을 가할 때, 황색의 침전을 나타낸다.

(2) 음이온교환수지 : 이 품목 2g을 안지름 약 7.5cm의 멤브레인여과지(공경 1 μ m)를 부착시킨 가압여과기에 물과 같이 흘려 보내어 수지층을 만들고 염산(1→9) 25mL를 1분간 약 5mL의 속도로 유출시킨 다음에 물 100mL를 동량의 속도로 유출시켜서 물로 씻는다. 최종액 5mL에 질산(1→9) 1mL를 가한 다음에 질산은용액(1→50) 3방울을 가할 때, 백탁해서는 아니 된다. 가압여과기중의 수지 0.5g을 시험관에 넣고 수산화나트륨용액(1→25) 3mL를 가해 5분간 잘 흔들어 섞은 다음 여과하고 여지상의 수지를 물로 씻고 씻은 액은 여액에 합하여 약 5mL로 한다. 질산(1→9) 3mL를 가하여 다음에 질산은용액(1→50) 3방울을 가할 때, 백색의 침전을 나타낸다.

순도시험 ① 및 ②에 따라 기준형을 만들고 물에 잘 적신 다음 여과

지를 사용하여 부착된 물을 제거시킨 것을 검체로 하여 다음 시험을 한다.

① 양이온교환수지 : 이 품목 10g을 달아 안지름 약 7.5cm의 멤브레인여과지(공경 1 μ m)를 부착시킨 가압여과지에 넣고, 염산(1→10) 1,000mL를 1분간 15~20mL의 속도로 유출시킨 다음 다시 물을 같은 속도로 유출시킨 다음 물로 씻어준다. 세액 10mL를 취하여 염화물시험을 하고 그 양이 0.01N 염산 0.3mL에 대응하는 양 이하로 될 때까지 물로 씻어주고 기준형(H형)을 만든다.

② 음이온교환수지 : 이 품목 10g을 달아 안지름 약 7.5cm의 멤브레인여과지(공경 1 μ m)를 부착시킨 가압여과기에 넣고 수산화나트륨용액(1→25) 1,000mL를 1분간 15~20mL의 속도로 유출시킨 다음 다시 물을 같은 속도로 유출시켜서 물로 씻어준다. 세액을 페놀프탈레인시액으로 중성이 될 때까지 물로 씻어주고 기준형(OH형)을 만든다.

(1) 고품분 : 「이온교환수지(입상)」의 순도시험 (1)에 따라 시험한다.

(2) 물가용물 : 검체 10g을 달아 물 1,000mL를 가하여 현탁시켜 때때로 저어 섞으면서 5시간 추출한다. 이 현탁액을 안지름 7.5cm의 멤브레인여과지(공경 1 μ m)를 부착시킨 가압여과기를 이용하여 여과하고 이 여액 50mL를 취해 주의하면서 증발한 다음 110℃에서 3시간 건조할 때, 그 잔류물은 2.5mg 이하이어야 한다.

(3) 비소 : 이 품목을 비소시험법에 따라 시험할 때, 그 양은 4.0ppm

이하이어야 한다.

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

총이온교환용량

① 양이온교환수지 : 순도시험의 검체 약 5g을 정밀히 달아 0.2N 수산화나트륨용액 500mL에 담귀 때때로 흔들어 섞으면서 12시간 방치하고 이 현탁액을 안지름 7.5cm의 멤브레인여과지(공경 1 μ m)를 부착시킨 가압여과기를 이용하여 여과한다. 이 여액 10mL를 취하여 0.1N 황산으로 적정한다(지시약 : 메틸오렌지시액 3방울). 따로 같은 방법으로 공시험을 하여 다음 계산식에 따라 총이온교환용량을 구할 때, 그 값은 1.0밀리당량/g 이상이어야 한다.

$$\text{총이온교환용량} = \frac{\text{공시험의 0.1N 황산의 소비량(mL)} - \text{본시험의 0.1N 황산의 소비량(mL)}}{\text{검체의 채취량(g)} \times \frac{\text{고형분(\%)}}{100}} \times 5(\text{밀리당량/g})$$

② 음이온교환수지 : 순도시험의 검체 약 5g을 정밀히 달아 0.2N 염산 500mL에 담귀 때때로 흔들어 섞으면서 12시간 방치하고 이 현탁액을 안지름 7.5cm의 멤브레인여과지 (공경 1 μ m)를 부착시킨 가압여과기를 이용하여 여과한다. 이 여액 10mL를 취하여 0.1N 수산화나트륨용액으로 적정한다(지시약 : 페놀프탈레인시액 3방울).

따로 같은 방법으로 공시험을 하여 다음 계산식에 따라 총이온교

환용량을 구할 때, 그 값은 1.0밀리당량/g 이상이어야 한다.

$$\text{총이온교환용량} = \frac{\text{공시험의 0.1N 수산화나트륨 용액의 소비량(mL)} - \text{본시험의 0.1N수산화나트륨 용액의 소비량(mL)}}{\text{검체의 채취량(g)} \times \frac{\text{고형분(\%)}{100}}{}} \times 5(\text{밀리당량/g})$$

다. 이온교환수지(현탁액)

성 상 이 품목은 갈색, 옅은 적갈색 또는 백색의 현탁액으로서 거의 냄새가 없다.

확인시험 (1) 양이온교환수지 : 이 품목 0.5mL에 물 5mL 및 강산성 양이온교환수지 1mL를 가해 가끔씩 흔들어 섞으면서 1시간 반응시킨 다음 탈지면을 채운 깔대기로 여과한다. 이 여액에 염화나트륨 0.3g을 가해 3분간 흔들어 섞은 다음 메틸레드시액 1방울을 가하여 흔들어 섞을 때, 액은 적색을 나타낸다.

(2) 음이온교환수지 : 이 품목 0.5mL에 물 5mL 및 강염기성 음이온 교환수지 1mL를 가하여 가끔씩 흔들어 섞으면서 1시간 반응시킨 다음 탈지면을 채운 깔대기로 여과한다. 이 여액에 염화나트륨 0.3g을 가하여 3분간 흔들어 섞은 다음 페놀프탈레인시액 1방울을 가하여 흔들어 섞을 때, 액은 홍색을 나타낸다.

순도시험 (1) 고형분 : 이 품목 1g을 정밀히 달아 105℃에서 5시간 건조한 다음 무게를 측정할 때, 그 양은 40mg 이상이어야 한다.

(2) 물가용물 : 이 품목 100mL를 달아 안지름 약 7.5cm의 멤브레

인여과지(공경 0.05 μ m)를 부착시킨 가압여과기로 여과한다. 이 여액 10mL를 취해 주의하면서 증발한 다음 105 $^{\circ}$ C에서 3시간 건조할 때, 그 잔류물은 50mg 이하이어야 한다.

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

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

총이온교환용량

① 양이온교환수지 : 고형분 0.2g에 대응하는 양의 이 품목을 정밀히 달아 미리 강산성 양이온교환수지 10mL를 충전시킨 안지름 약 1cm의 크로마토그래피용 유리관에 1분간 약 2mL의 속도로 유출시킨 다음 물 약 20mL를 같은 속도로 유출시킨다. 다시 물 약 80mL를 1분간 15~20mL의 속도로 흘려 보내주고 물로 씻어 준다. 유출액 및 세액을 모두 합한 다음 염화나트륨 약 1g을 가해 주고 pH미터를 이용하여 0.1N 수산화나트륨용액으로 pH가 7.0이 될 때까지 적정한다. 따로 같은 방법으로 공시험을 하여 다음 계산식에 따라 총이온교환용량을 구할 때, 그 값은 1.0밀리당량/g 이상이어야 한다.

$$\text{총이온교환용량} = \frac{\text{공시험의 0.1N 수산화나트륨 용액의 소비량(mL)} - \text{본시험의 0.1N 수산화나트륨 용액의 소비량(mL)}}{\text{검체의 채취량(g)} \times \frac{\text{고형분(\%)}}{100}} \times 0.1(\text{밀리당량/g})$$

② 음이온교환수지 : 고형분 약 0.2g에 대응하는 양의 이 품목을 정밀히 달아 미리 강염기성 음이온교환수지 10mL를 충전시킨 안지름 약 1cm의 크로마토그래피용 유리관에 1분간 2mL의 속도로 유출시킨 다음 물 약 20mL를 같은 속도로 유출시킨다. 다시 물 약 80mL를 1분간 15~20mL의 속도로 흘려 보내주고 물로 씻어준다. 유출액 및 세액을 모두 합한 다음 염화나트륨 약 1g을 가해 주고 pH미터를 이용하여 0.1N 염산으로 pH가 7.0이 될 때까지 적정한다. 따로 같은 방법으로 공시험을 하여 다음 계산식에 따라 총이온교환용량을 구할 때, 그 값은 1.0 밀리당량/g 이상이어야 한다.

$$\text{총이온교환용량} = \frac{\text{공시험의 0.1N 염산의 소비량(mL)} - \text{본시험의 0.1N 염산의 소비량(mL)}}{\text{검체의 채취량(g)} \times \frac{\text{고형분(\%)}}{100}} \times 0.1(\text{밀리당량/g})$$