

자당지방산에스테르

Sucrose Esters of Fatty Acids

이 명: Sucrose fatty acid esters

INS No.: 473

정 의 이 품목에는 지방산과 자당의 에스테르 및 자당초산이소낙산에스테르가 있다.

성 상 이 품목은 백~황갈색의 분말 또는 덩어리, 무~엷은 황색의 점조한 수지상의 물질 또는 액상의 물질로서 냄새가 없거나 약간 특이한 냄새가 있다.

확인시험 (1) 이 품목 1g에 0.5N 알콜성수산화칼륨용액 25mL를 가하여 환류냉각기를 달아 수욕상에서 1시간 가열한다. 이 액에 물 50mL를 가하여 잔류액이 30mL로 될 때까지 증류한다. 식힌 다음 잔류액에 묽은염산 5mL를 가하여 잘 흔들어 섞은 다음 염화나트륨을 가하여 포화시키고 에테르 30mL씩으로 2회 추출한다. 에테르층을 모아서 물 20mL로 씻은 다음 에테르를 증발시켜 제거하고 잔류물을 5°C이하로 식히면 지방산과 자당의 에스테르는 기름방울 또는 무~엷은 황갈색의 고체가 석출되고, 자당초산이소낙산에스테르는 초산의 냄새 및 이소낙산의 냄새가 있는 액체가 남는다.

(2) 위 (1)의 시험에서 에테르층을 분리한 물층 2mL를 시험관에 취하여 수욕 중에서 에테르의 냄새가 없어질 때까지 가온하고 식힌 다음 안트론시액 1mL를 관벽을 따라 조용히 가하여 증적하면 접계

면은 청~녹색을 나타낸다.

- 순도시험** (1) 산가 : 이 품목 약 3g을 정밀히 달아 이소프로필알콜 40mL 및 물 20mL의 혼액에 녹인 액을 시험용액으로 하여 유지류 시험법 중 산가에 따라 시험하였을 때, 그 값은 6 이하이어야 한다.
- (2) 비소 : 이 품목을 비소시험법에 따라 시험할 때, 그 양은 4.0ppm 이하이어야 한다.
- (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.
- (6) 기타용매(자당초산이소낙산에스테르는 제외) : 이 품목을 다음의 (가) 및 (나)에 따라 시험할 때,

이소프로필알콜	} 350ppm 이하(단독 또는 병용시 합계)
초산에틸	
프로필렌글리콜	
이소부틸알콜	10ppm 이하
메탄올	10ppm 이하
메틸에틸케톤	10ppm 이하이어야 한다.

- (가) 이소프로필알콜, 초산에틸, 이소부틸알콜, 메탄올 및 메틸에틸케톤
: 이 품목 1g을 헤드스페이스바이알에 넣고 물 5 μ L를 정확히 가하여

시험용액으로 한다. 따로, 3개의 헤드스페이스바이알에 이 품목 1g씩을 달아 넣어 주고 각각에 표준용액 A, B 및 C를 정확히 5 μ L씩 가하여 각 표준용액으로 한다. 시험용액 및 3개 농도의 표준용액을 아래의 조작조건으로 헤드스페이스-가스크로마토그래피를 행하여 시험용액 및 각 표준용액의 각 용매 성분(이소프로필알콜, 초산에틸, 이소부틸알콜, 메탄올, 메틸에틸케톤)에 대한 피크면적을 측정한다. 표준첨가법에 따라 시험용액 및 각 표준용액 중의 각 용매 첨가량을 횡축에, 각 피크 면적을 종축으로 하여 관계선을 작성한다. 관계선과 횡축과의 교점과 원점과의 거리로부터 검체 중 각 용매의 양을 구한다.

표준용액 A, B 및 C : 이소프로필알콜, 초산에틸, 이소부틸알콜, 메탄올 및 메틸에틸케톤을 각각 0.2g씩 정밀히 달아 플라스크에 넣고 혼합한 다음 물을 가하여 50mL로 한 액을 표준용액 A로 한다. 표준용액 A를 5mL 및 10mL를 정확히 취한 다음 물을 가하여 각각 20mL씩으로 하고, 각각 표준용액 B 및 C로 한다.

조작조건

컬럼 : HP-1 또는 이와 동등한 것

검출기 : 수소염이온화검출기(FID)

주입구온도 : 110 $^{\circ}$ C

컬럼온도 : 40 $^{\circ}$ C

캐리어가스 : 질소

헤드스페이스샘플러 조건

가열 온도 : 80℃

가열 시간 : 40분

(나) 프로필렌글리콜 : 이 품목 1g을 정밀히 달아 내부표준용액 0.1mL를 가해 주고 피리딘을 가하여 녹인 다음 정확히 10mL로 한다. 이 액 0.5mL를 정확히 취하여 헥사메틸디실라잔 0.25mL 및 트리메틸클로로실란 0.1mL를 가해 주고 격렬히 흔들어 섞은 다음 실온에서 30분간 방치한 후, 원심분리하여 상등액을 시험용액으로 한다. 시험용액을 아래의 조작조건으로 가스크로마토그래피를 행하여 내부표준법에 의한 검량선으로부터 프로필렌글리콜의 함량을 구한다.

내부표준용액 : 에틸렌글리콜 0.025g을 달아 피리딘을 가하여 50mL로 한다.

표준용액 : 프로필렌글리콜 0.025g을 정밀히 달아 피리딘을 가하여 50mL로 하고, 이 액 40, 200, 500 및 1,000 μ L를 정확히 취하여 각각의 10mL 플라스크에 넣고 각각에 내부표준용액 0.1mL를 첨가하고 피리딘으로 정확히 10mL씩으로 한다. 시험용액과 동일한 방법으로 처리한 액을 각 표준용액으로 한다.

검량선의 작성 : 4개 농도의 표준용액을 아래의 조작조건으로 가스크로마토그래피를 행하여 검량선을 작성한다.

조작조건

컬럼 : HP-1(30m \times 0.32mm, 0.25 μ m) 또는 이와 동등한 것

검 출 기 : 수소염이온화검출기(FID)

주입구온도 : 230℃

주 입 량 : 1μL

주 입 방 식 : 비분할(splitless)

컬럼 온도 : 60℃ 5분 유지, 250℃까지 분당 20℃의 속도로 승온,
250℃ 5분 유지

캐리어가스 : 헬륨

유 량 : 프로필렌글리콜유도체의 유지시간이 약 8분이 되도록
조정

(7) 디메틸설폭시드(자당초산이소낙산에스테르는 제외) : 이 품목 5g을 정밀히 달아 테트라히드로푸란에 녹여 25mL로 한 액을 시험용액으로 한다. 시험용액을 아래의 조작조건으로 가스크로마토그래피를 행하여 검량선으로부터 디메틸설폭시드의 함량을 구할 때, 그 양은 2.0ppm 이하이어야 한다.

표준용액 : 디메틸설폭시드 0.1g을 정밀히 달아 테트라히드로푸란에 녹여 100mL로 하고 이 액 1mL를 취하여 테트로히드로푸란으로 정확히 100mL로 한 액을 표준원액으로 한다. 표준 원액 0.5, 1, 2 및 5mL를 각각 취하여 테트라히드로푸란으로 정확히 50mL로 한 액을 표준용액으로 한다.

검량선의 작성 : 4개의 표준용액을 아래의 조작조건으로 가스크로마토그래피를 행하여 검량선을 작성한다.

조작조건

컬 럼 : HP-FFAP 또는 이와 동등한 것

검 출 기 : 염광광도검출기(FPD)

주입구온도 : 210℃

주 입 량 : 3 μ L

컬 럼 온 도 : 150~170℃

캐리어가스 : 질소

(8) 유리자당 : 이 품목 약 2g을 정밀히 달아 n-부탄올 40mL를 가하여 수욕상에서 가온하여 녹이고 이를 염화나트륨용액(1→20) 20mL씩으로 2회 추출하여 추출액을 합하고 묽은염산 2mL를 가하여 수욕 중에서 30분간 가열한다. 식힌 다음 페놀프탈레인시액 2~3방울을 가하여 1N 수산화나트륨용액으로 중화하고 물을 가하여 100mL로 하여 시험용액으로 한다. 이 시험용액 20mL에 벨트란시액 A 20mL 및 벨트란시액 B 20mL를 가하여 3분간 조용히 끓인 다음 방치하여 아산화동을 침전시킨다(이 때 상징액은 남색을 띠고 있어야 한다). 다음 상징액을 유리여과기로 여과하고 플라스크내의 침전을 씻은 액이 알칼리성을 나타내지 않을 때까지 온탕으로 씻은 다음 그 씻은 액을 유리여과기로 여과한다(아산화동은 될 수 있는 대로 공기와 접촉하지 않도록 하여야 한다). 다음(삼각플라스크를 다른 것으로 갈아준 후) 여과기내의 침전에 벨트란시액 C 20mL를 가하여 녹이고 이를 앞의 유리여과기로 여과하여 물로 씻고 그 씻은 액을 여액에 합한 다음 벨트란

시액 D로 적정하여 그 적정량으로부터 동(구리)량을 산정하고 다음 표에 따라 전화당의 양을 구하여 다음 계산식에 따라 유리자당의 함량을 구할 때, 그 양은 5% 이하이어야 한다.

$$\text{유리자당의 함량(\%)} = \frac{\text{전화당의 양(mg)} \times 0.95 \times 5}{\text{검체의 채취량(mg)}} \times 100$$

벨트란 당류 정량 표

당류 (mg)	각당류에 상당하는 동중량(mg)					당류 (mg)	각당류에 상당하는 동중량(mg)				
	전화당	포도당	갈 락 토오스	맥아당	유 당		전화 당	포도 당	갈 락 토오스	맥아당	유 당
10	20.6	20.4	19.3	11.2	14.4	26	51.7	51.5	48.9	28.9	36.6
11	22.6	22.4	21.2	12.3	15.8	27	53.6	53.4	50.7	30.0	38.0
12	24.6	24.3	23.0	13.4	17.2	28	55.5	55.3	52.5	31.3	39.4
13	26.5	26.3	24.9	14.5	18.6	29	57.4	57.2	54.4	32.2	40.7
14	28.5	28.3	26.7	15.6	20.0	30	59.3	59.1	56.2	33.3	42.1
15	30.5	30.2	28.6	16.7	21.4	31	61.1	60.9	58.0	34.4	43.4
16	32.5	32.2	30.5	17.8	22.8	32	63.0	62.8	59.0	35.5	44.8
17	34.5	34.2	32.3	18.9	24.2	33	64.8	64.6	61.5	36.5	46.1
18	36.4	36.2	34.2	20.0	25.6	34	66.7	66.5	63.3	37.6	47.4
19	38.4	38.1	36.0	21.1	27.0	35	68.5	68.3	65.0	38.7	48.7
20	40.4	40.1	37.0	22.2	28.4	36	70.3	70.1	66.8	39.8	50.1
21	42.3	42.0	39.7	23.3	29.8	37	72.2	72.0	68.6	40.9	51.4
22	44.2	43.9	41.6	24.4	31.1	38	74.0	73.8	70.4	41.9	52.7
23	46.1	45.8	43.4	25.5	32.5	39	75.9	75.7	72.1	43.0	54.1
24	48.0	47.7	45.2	26.6	33.9	40	77.7	77.5	73.9	44.1	55.4
25	49.8	49.6	47.0	27.7	35.2	41	79.5	79.3	75.6	45.2	56.7

당류 (mg)	각당류에 상당하는 동중량(mg)					당류 (mg)	각당류에 상당하는 동 중량(mg)				
	전화당	포도당	갈 락 토오스	맥아당	유 당		전화당	포도당	갈 락 토오스	맥아당	유 당
42	81.2	81.1	77.4	46.3	58.0	72	132.4	133.1	128.3	78.6	96.9
43	83.0	82.9	79.1	47.4	59.3	73	134.0	134.7	130.0	79.7	98.0
44	84.8	84.7	80.8	48.5	60.6	74	135.6	136.3	131.5	80.8	99.1
45	86.5	86.4	82.5	49.5	61.9	75	137.2	137.9	133.1	81.8	100.4
46	88.3	88.2	84.3	50.6	63.3	76	138.9	139.6	134.8	82.9	101.7
47	90.1	90.0	86.0	51.7	64.6	77	140.5	141.2	136.4	84.0	102.9
48	91.9	91.8	87.7	52.8	65.9	78	142.1	142.8	138.0	85.1	104.2
49	93.6	93.6	89.5	53.9	67.2	79	143.7	144.5	139.7	86.1	105.4
50	95.4	95.4	91.2	55.0	68.5	80	145.3	146.1	141.3	87.2	106.7
51	97.1	97.1	92.6	56.1	69.8	81	146.9	147.7	142.9	88.3	107.9
52	98.9	98.9	94.6	57.1	71.1	82	148.5	149.3	144.6	89.4	109.2
53	100.6	100.6	96.3	58.2	72.4	83	150.0	150.9	146.2	90.4	110.4
54	102.2	102.3	98.0	59.3	73.7	84	151.6	152.5	147.8	91.5	111.7
55	104.0	104.1	99.7	60.3	74.9	85	153.2	154.0	149.4	92.6	112.9
56	105.7	105.8	101.5	61.4	76.2	86	154.8	155.6	151.1	93.7	114.1
57	107.4	107.6	103.2	62.5	77.5	87	156.4	157.2	152.7	94.8	115.4
58	109.2	109.3	104.9	63.5	78.8	88	157.9	158.8	154.3	95.8	116.6
59	110.9	111.1	106.6	64.6	80.1	89	159.5	160.4	156.0	96.9	117.9
60	112.6	112.8	108.3	65.7	81.4	90	161.1	162.0	157.6	98.0	119.1
61	114.3	114.5	110.0	66.8	82.7	91	162.6	163.6	159.2	99.0	120.3
62	115.9	116.2	111.6	67.9	83.9	92	164.2	165.2	160.8	100.1	121.6
63	117.6	117.9	113.3	68.9	85.2	93	165.7	166.7	162.4	101.1	122.8
64	119.2	119.6	115.0	70.0	86.5	94	167.3	168.3	164.0	102.0	124.0
65	120.9	121.3	116.6	71.1	87.7	95	168.8	169.9	165.6	103.2	125.1
66	122.6	123.0	118.3	72.2	89.0	96	170.3	171.5	167.2	104.2	126.5
67	124.2	124.7	120.0	73.3	90.3	97	171.9	173.1	168.8	105.3	127.7
68	125.9	126.4	121.7	74.3	91.6	98	173.4	174.6	170.4	106.3	128.9
69	127.5	128.1	123.3	75.4	92.8	99	175.0	176.2	172.0	107.4	130.2
70	129.2	129.8	125.0	76.5	94.1	100	176.5	177.8	173.6	108.4	131.4
71	130.8	131.4	126.6	77.6	95.4						

(9) 디메틸포름아미드 : 이 품목 2g을 정밀히 달아 테트라히드로푸란에 녹여 정확히 20mL로 한 액을 시험용액으로 한다. 시험용액을 아래의 조작조건으로 가스크로마토그래피를 행하여 검량선으로부터 디메틸포름아미드의 함량을 구할 때, 그 양은 1.0ppm 이하이어야 한다.

표준용액 : 디메틸포름아미드 0.1g을 정밀히 달아 테트라히드로푸란에 녹여 정확히 100mL로 하고 이 액 1mL를 정확히 취하여 테트라히드로푸란으로 100mL로 한 액을 표준원액 로 한다. 표준원액 0.5, 1 및 2mL를 각각 취하여 테트라히드로푸란으로 정확히 100mL로 한 액을 표준용액으로 한다.

검량선의 작성 : 3개의 표준용액을 아래의 조작조건에 따라 가스 크로마토그래피를 행하여 검량선을 작성한다.

조작조건

컬 럼 : HP-FFAP 또는 이와 동등한 것

검 출 기 : 질소인검출기(NPD)

주입구온도 : 180℃

주 입 량 : 1μL

주 입 방 식 : 비분할(splitless)

컬 럼 온 도 : 40℃ 2분 유지, 160℃까지 분당 20℃의 속도로 승온,
160℃ 2분 유지

캐리어가스 : 헬륨

수 분 이 품목 약 500mg을 정밀히 달아 수분정량법(칼-피셔법)의 역적정법에 따라 시험할 때, 그 양은 4% 이하이어야 한다. 다만, 검체를 건조적정플라스크에 취하여 수분측정용메탄올 10mL를 가하고 다시 수분측정시액을 약 10mL 과잉이 되도록 일정량 가하고 밀전하여 20분간 저어 섞은 다음 심하게 저어 섞으면서 물·메탄올표준용액으로

적정한다. 따로 같은 방법으로 공시험을 한다.

강열잔류물 이 품목 1g을 취하여 강열잔류물시험법에 따라 시험할 때, 그 양은 2% 이하이어야 한다.