

## 폴리소르베이트20

### Polysorbate 20

INS No.: 432

이 명: Polyoxyethylene(20) sorbitan monolaurate;  
Sorbitan monododecanoate

CAS No.: 9005-64-5

**정 의** 이 품목은 소비톨 또는 소비톨의 1 또는 2 무수물 각 1M에 대해 에틸렌옥사이드 약 20M과 축합한 소비톨과 소비톨무수물의 라우린산과의 부분에스테르 혼합물이다.

**함 량** 이 품목을 무수건조물로 환산한 것은 옥시에틸렌( $C_2H_4O$ ) 70.0~74.0%를 함유한다. 이것은 폴리소르베이트20으로서 97.3~103.0%에 상당한다.

**성 상** 이 품목은 무~등황색의 기름상의 액체로서 약간 특이한 냄새가 있다.

**확인시험** 이 품목의 수용액(1→20) 5mL에 수산화나트륨시액 5mL를 가하여 수분간 끓이고 식힌 다음 묽은염산으로 산성으로 할 때 백탁이 된다.

**순도시험** (1) 산가 : 이 품목 약 10g을 정밀히 달아 미리 이소프로필알콜로 만든 1% 페놀프탈레인시액 2mL를 가하여 핑크색으로 중화시킨 톨루엔·이소프로필알콜의 혼액(1 : 1) 125mL에 필요하면 가온하여 녹인 액을 시험용액으로 하여 유지류시험법 중 산가에 따라 시험하였을 때, 그 값은 2 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 유도결합플라즈마 발광광도법에 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) 1,4-디옥산 : 이 품목 0.5g과 거품제거제(규소수지 함유)0.1g을 물 10mL을 가하고 10분간 초음파로 분산시킨 것을 시험용액으로 하여 25mL 퍼지엔트랩용 용기(Frit sparger)에 넣어 용기의 온도를 50℃를 유지하면서 퍼지엔트랩 및 기체크로마토그래프로 분석한다. 따로, 물 10mL에 1,4-디옥산 2.5μg이 함유되도록 한 용액에 거품제거제 0.1g을 가한 것을 표준용액으로 하여 이후 검체와 동일하게 분석한다(5.0ppm 이하).

#### 조작조건

##### 퍼지엔트랩

트랩 : Vorcarb 3000 또는 이와 동등한 것

퍼지시간 : 11분

탈착온도 및 시간 : 250℃, 4분

냉각장치 온도(Cryo focus temp.) : -150℃

베이킹 온도(Bake temp.) 및 시간 : 260℃, 10분

## 기체크로마토그래피

칼 럼 : HP-FFAP(60m × 0.32 $\mu$ m) 또는 이와 동등한 것

검 출 기 : 수소이온화검출기(FID)

칼 럼 온 도 : 70 $^{\circ}$ C에서 5분간 유지시킨 후 5 $^{\circ}$ C/min의 비율로 180 $^{\circ}$ C까지 승온시킨다.

주입구온도 : 220 $^{\circ}$ C

검출기온도 : 250 $^{\circ}$ C

이동상기체 및 유량 : 질소, 0.9mL/min

(7) 히드록실가 : 이 품목 약 3g을 정밀히 달아 250mL 공전플라스크에 넣고 피리딘·무수초산의 혼액(3 : 1) 5mL를 가하고 환류냉각기를 부착하여 수욕상에서 1시간 가열한다. 냉각기를 통해서 물 10mL를 가하고 10분간 다시 가열한다. 방냉한 다음 냉각기를 통해서 n-부탄올 15mL를 가하고 이어 냉각기를 제거한 후 플라스크 내벽을 n-부탄올 10mL로 씻고 페놀프탈레인시액 1mL를 가하여 0.5N 알콜성수산화칼륨용액으로 적정하여 이에 소비된 양을 S라 하고 따로 피리딘·무수초산시액 5mL로 검체의 경우와 같이 처리하여 소비된 양을 B로 한다. 유리산을 보정하기 위하여 이 품목 약 10g을 정밀히 달아 피리딘 10mL에 녹이고 페놀프탈레인시액 1mL를 가하여 0.5N 알콜성수산화칼륨용액으로 적정하여 소비된 양을 A로 하여 다음 계산식에 따라 히드록실가를 구할 때, 96~108이어야 한다.

$$\text{히드록실가} = \frac{[B + (WA / C) - S] \times 28.05}{W}$$

W : 아세틸화에 채취된 검체량(g)

C : 유리산 정량에 채취된 검체량(g)

(8) 검화가 : 이 품목 8g을 정밀히 달아 250mL 플라스크에 넣고 0.5N 알콜성수산화칼륨용액 50mL를 가한 액을 시험용액으로 하여 유지류시험법 중 검화가의 방법에 따라 시험하고, 다시 플라스크의 내용물이 끓을 때까지 가열하고 나타난 홍색이 없어질 때까지 적정하여 검화가를 구할 때, 그 값은 40~50 이어야 한다.

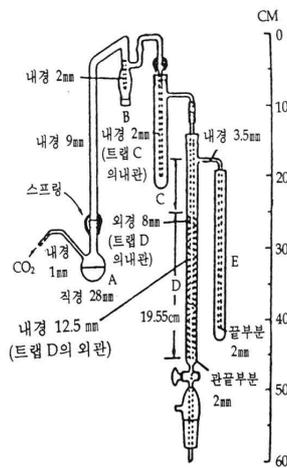
(9) 라우린산 : 이 품목 약 25g을 정밀히 달아 500mL 공전플라스크에 옮기고 에탄올 250mL 및 수산화칼륨 7.5g을 가하여 섞는다. 곧 냉각기를 연결하고 수욕상에서 1~2시간 환류 시킨다. 이것을 800mL의 비이커에 옮기고 다시 플라스크를 물 100mL로 세척하여 세액을 비이커에 합한다. 수욕상에서 증발되는 알콜량을 보충하기 위하여 가끔 물을 가하면서 알콜을 완전히 증발 제거한다. 황산(1→2)으로 중화하고 여기에 소비량의 10% 정도 더 넣는다. 이 액을 지방산층이 분리될 때까지 저어 주며 가열한다. 지방산층을 500mL 분액여두에 옮기고 약 20mL 씩의 뜨거운 물로 3~4회 세척하여 세척액을 검화시의 원래 수용액층에 합한다. 합한 수용액을 석유에테르 약 50mL로 3회 추출하여 지방산층에 가하고 미리 무게를 단 용기에서 증발건고시켜 무게를 달 때, 그 양은 15~17%이어야 한다. 이렇게 해서 얻어진 라우린산의 산가는 향

료시험법 중 산가측정법에 따라 시험할 때, 250~275이어야 한다.

수 분 이 품목의 수분은 수분정량법(칼-피셔법)의 역적정법에 따라 시험할 때, 그 양은 3% 이하이어야 한다.

강열잔류물 이 품목 5g을 취하여 강열잔류물시험법에 따라 시험할 때, 그 양은 0.25% 이하이어야 한다.

정 량 법 실험장치는 아래의 장치와 같다.



옥시에틸렌 정량장치

(1) 실험장치

- A : CO<sub>2</sub>가 통과할 수 있게 만든 가지 달린 증류플라스크
- B : 공기냉각관과 연결된 트랩(적인 현탁액이 담겨져 있음)
- C : 흡수관(에틸요오드를 흡수할 질산은용액이 담겨져 있음)
- D : 흡수관(1회전당 8.5mm 높이로 하여 23회전한 직경 1.75mm의 나선형 유리막대로 밑에 활전이 달려 있음)
- E : 트랩(CO<sub>2</sub>에 의해 밀려난 브롬을 포집할 요오드칼륨용액에 담겨져 있음)

## (2) 시 약

요오드수소산 : 알코실 정량에 적당한 최순품 요오드수소산을 사용한다.

질산은시액 : 질산은 15g을 물 50mL에 녹이고 에탄올 400mL를 섞은 다음 질산 수방울을 가한다.

(3) 실험방법 : 트랩(B)에 적인 60mg을 물 100mL에 현탁시킨 액을 삼입관에 담길 정도로 충분히 채우고 흡수관(C)에 질산은시액 10mL를 넣고 흡수관(D)에는 브롬·브롬화시액 15mL를 넣고 트랩(E)에는 요오드칼륨용액(1→10) 10mL를 넣는다. 이 품목 약 65mg을 정밀히 달아 반응플라스크(A)에 넣고 요오드수소산 10mL 및 유리구를 가하고 냉각관을 연결하여 1초당 1기포가 생기도록 CO<sub>2</sub>가스를 통과시키고 140~145℃의 유욕에서 플라스크를 가열하여 최소한 40분간 이 온도에서 반응시킨다. 냉각관에 혼탁한 역류가 투명하게 되고 질산은시액이 담겨진 관의 상층액이 거의 완전히 투명하게 될 때까지 가열을 계속한다. 반응이 끝나기 전 5분간 녹아있는 올레핀을 제거하기 위해 50~60℃의 수욕상에서 흡수관(C)를 가열한 다음 분해가 끝나면 흡수관(D)와 흡수관(C)를 순서대로 떼어내고 CO<sub>2</sub>의 연결관과 유욕조를 제거한다. 물 150mL와 요오드칼륨용액(1→10) 10mL를 가한 500mL 플라스크를 흡수관(D)에 연결하고 흡수관(D)의 브롬·브롬화시액을 플라스크로 흘려보낸 다음 물로 관과 나선관을 세척하고 트랩(E)의 요오드칼륨

용액을 플라스크로 옮기고 물 수mL로 가지와 관을 세척하고 플라스크에 마개를 한 후 5분간 방치한 다음 묽은황산 5mL를 가하고 즉시 0.05N 치오황산나트륨용액으로 적정한다(지시약 : 전분시액).

따로 같은 방법으로 공시험을 행하여 에틸렌(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)으로서의 옥시에틸렌그룹(-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O-)의 함량(%)을 다음 계산식에 따라 구한다.

$$\text{옥시에틸렌그룹의 함량(\%)} = \frac{(B - S) \times N \times 2.203}{\text{검체의 채취량(g)}}$$

B : 공시험의 0.05N 치오황산나트륨용액의 소비량(mL)

S : 본시험의 0.05N 치오황산나트륨용액의 소비량(mL)

N : 치오황산나트륨용액의 규정농도

이어서 흡수관(C)의 질산은시액을 다른 플라스크에 옮긴 다음 물로 관을 세척한 후 물 150mL를 가하여 가열하여 끓이고 식힌 후 0.05N 치오시아산암모늄용액으로 적정한다(지시약 : 황산제이철암모늄시액 3mL). 따로 같은 방법으로 공시험을 행하여 에틸요오드(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>I)로서의 옥시에틸렌그룹(-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O-)의 함량(%)을 다음 계산식에 따라 구한다.

$$\text{옥시에틸렌그룹의 함량(\%)} = \frac{(B' - S') \times N' \times 4.405}{\text{검체의 채취량(g)}}$$

B' : 공시험의 0.05N 치오시아산암모늄용액의 소비량(mL)

S' : 본시험의 0.05N 치오시아산암모늄용액의 소비량(mL)

N' : 치오시아산암모늄용액의 규정농도

이들의 합계로서 검체 중에 함유된 옥시에틸렌그룹의 함량(%)으로 한다.