폴리에틸렌글리콜

Polyethylene Glycol

분자식: $(C_2H_4O)_{n+1}H_2O$

분자량: 200～9500

이　명: Macrogol; PEG

INS No.: 1521

CAS No.: 25322-68-3

정　　의 이 품목은 분자량이 200～9,500으로 산화에틸렌과 물의 중합물이다.

성　　상 이 품목의 분자량이 700 미만인 경우 약간 흡습성이 있는 무색의 투명 또는 반투명의 액체로 특유의 냄새가 있고, 분자량 700～900인 것은 반고체이며, 분자량이 1000 이상이면 미백색의 덩어리, 얇은 조각 또는 분말이다.

확인시험 (1) 이 품목은 물에는 녹으나, 에테르에는 녹지 않는다.

(2) 분자량 1000 미만인 품목은 표시된 분자량의 95.0%～105.0%, 분자량 1000～7000인 품목은 표시된 분자량의 90.0%～110.0%, 분자량 7000 이상인 품목은 표시된 분자량의 87.5%～112.5%이다. 먼저 시료병을 98±2℃로 가열한 수욕에 30～60분간 유지한 다음 실온으로 식힌 후, 페놀프탈레인의 피리딘용액(1→100) 5방울을 넣어 0.5M 수산화나트륨으로 적정한다. 이 때 종말점은 약 15초 동안 분홍색이 유지되는 점이다. 따로 같은 방법으로 공시험을 하고 다음의 계산식에 따라 분자량을 구한다.

$$\text{평균분자량} = \frac{2000W}{(B-S)N}$$

W = 검체의 무게(g)
B = 공시험에서 0.5M 수산화나트륨용액의 소비량(mL)
S = 본시험에서 0.5M 수산화나트륨용액의 소비량(mL)
N = 수산화나트륨용액의 규정농도

무수프탈산용액 : 무수프탈산 49g을 갈색병에 담고 새로 증류한 피리딘 300mL에 녹인 후, 반응이 일어날 때 까지 세게 흔들어 준 뒤 사용하기 전에 하룻밤 방치한다.

액상 폴리에틸렌글리콜 : 준비해 둔 무수프탈산용액 25mL을 내열압용기에 취한 후, 표시된 분자량을 160으로 나눈 값에 해당하는 시료를 정확히 취한 후(예, PEG 200은 약 1.3g, PEG 600은 약 3.8g) 병을 잘 막고 질긴 천으로 된 주머니에 넣어 잘 감싸준다.

고형 폴리에틸렌글리콜 : 준비해 둔 무수프탈산용액 25mL을 내열압용기에 취한 후, 표시된 분자량을 160으로 나눈 값에 해당하는 시료를 정확히 취하여 같은 병에 담고 무수프탈산으로 바로 증류한 피리딘 25mL을 가하여 반응이 시작될 때 까지 섞어준 뒤, 병을 잘 막고 질긴 천으로 된 주머니에 넣어 잘 감싸준다.

순도시험 (1) 이 품목 수용액(1→20)의 pH는 4.5~7.5이다.

(2) 산도(초산으로서) : 이 품목 6g에 페놀프탈레인시액 2방울과 중화에탄올 50mL을 넣고 0.1N 에탄올성수산화칼륨시액으로 엷은 홍색이 15초가 유지될 때까지 적정할 때, 그 소비량은 0.5mL 이하이어야 한다.

(3) 점도 : 이 품목을 점도측정법 제1법 모세관 점도측정법에 따라 100±0.3℃에서 시험할 때 이 품목의 분자량별 점도는 다음과 같다.

평균 분자량	점도범위(cSt)	평균 분자량	점도범위(cSt)

200	4.1-4.8	2400	49.0-65.0
300	5.4-6.4	2500	51.0-70.0
400	6.8-8.0	2600	54.0-74.0
500	8.3-9.6	2700	57.0-78.0
600	9.9-11.3	2800	60.0-83.0
700	11.5-13.0	2900	64.0-88.0
800	12.5-14.5	3000	67.0-93.0
900	15.0-17.0	3250	73.0-105.0
1000	16.0-19.0	3350	76.0-110.0
1100	18.0-22.0	3500	87.0-123.0
1200	20.0-24.5	3750	99.0-140.0
1300	22.0-27.0	4000	110.0-158.0
1400	24.0-30.0	4250	123.0-177.0
1450	25.0-32.0	4500	140.0-200.0
1500	26.0-33.0	4750	150.0-228.0
1600	28.0-36.0	5000	170.0-250.0
1700	31.0-39.0	5500	206.0-315.0
1800	33.0-42.0	6000	250.0-390.0
1900	35.0-45.0	6500	295.0-480.0
2000	38.0-49.0	7000	350.0-590.0
2100	40.0-53.0	7500	405.0-735.0
2200	43.0-56.0	8000	470.0-900.0
2300	46.0-60.0		

※ 이 표에 없는 분자량의 점도범위는 표의 값에서 내삽법(內揷法)으로 구한다.

(4) 1,4-디옥산 : 이 품목 0.5g에 거품제거제(규소수지 함유) 0.1g과 물 10mL을 가하고 10분간 초음파로 분산시킨 것을 시험용액으로 하여 25mL 퍼지앤트랩용 용기(Frit sparger)에 넣어 용기의 온도를 50℃를 유지하면서 퍼지앤트랩 및 기체크로마토그래프로 분석한다. 따로, 물 10mL에 1,4-디옥산 5μg이 함유되도록 한 용액에 거품제거제 0.1g을 가한 것을 표준용액으로 하여 이후 검체와 동일하게 분석한다(10ppm 이하).

조작조건

퍼지앤트랩

트　　랩 : Vorcarb 3000 또는 이와 동등한 것

퍼지시간 : 11분

탈착온도 및 시간 : 250℃, 4분

냉각장치 온도(Cryo focus temp.) : -150℃

베이크 온도(Bake temp.) 및 시간 : 260℃, 10분

기체크로마토그래피

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

검 출 기 : 수소이온화검출기(FID)

칼럼온도 : 70℃에서 5분간 유지시킨 후 5℃/min의 비율로 180℃까지 승온시킨다.

주입구 온도 : 220℃

검출기 온도 : 250℃

이동상기체 및 유량 : 질소, 0.9mL/min

(5) 산화에틸렌 : 이 품목 25g(W1)을 정밀히 달아 몰포린시액 50mL에 내열압용기에서 완전히 녹을 때까지 흔들어 섞는다. 병을 잘 막고 천 주머니에 넣어 단단히 감싼 후 수욕조 98±2℃에서 30분간 방치한 다음 꺼내어 상온에서 식힌 후 천주머니를 풀고 마개를 조심스럽게 열어 병 내부에 찬 압력을 뺀다. 무수초산 20mL을 천천히 가하여 완전히 녹을 때 까지 흔들어 준다. 이 용액을 상온으로 식힌 다음 혼합지시액 4~6방울을 점적하고 메탄올염산 표준액으로 투명한 푸른색의 종말점이 될 때까지 적정한다(A). 별도로 몰포린시액 50mL를 내열압용기에 취해 혼합지시액 4-6방울을 점적하고 메탄올염산 표준액으로 투명한 푸른색의 종말점이 될 때 까지 적정한다(B). 무수메탄올

50mL를 250mL 플라스크에 취한 다음 혼합지시액 4~6방울을 점적한 후 메탄올염산 표준액으로 투명한 푸른색이 될 때까지 적정한다. 이 품목 25g(W2)을 가한 다음 완전히 녹을 때 까지 잘 흔들어 준다. 메탄올염산 표준액으로 투명한 푸른색이 될 때가지 적정한다(C). 다음 계산식에 따라 산화에틸렌의 함량을 구할 때, 그 값은 0.02% 이하이어야 한다.

$$\text{산화에틸렌의 함량(\%)} = 4.41 \times N \times \frac{(A-B)}{W1 - \frac{C}{W2}}$$

N = 메탄올염산 표준액의 농도(mol/L)

W1 = 검체의 채취량(g)

W2 = 공시험용 검체의 채취량(g)

A = 시험용액 적정에 사용된 메탄올염산 표준액 소비량(mL)

B = 지시약 공시험 적정에 사용된 메탄올염산 표준액 소비량(mL)

C = 검체 공시험 적정에 사용된 메탄올염산 표준액 소비량(mL)

시 액

몰포린시액 : 재증류한 몰포린을 무수메탄올 용액에 희석한다(1→9).

혼합지시액 : 4,4'bis-(amino-1-naphthylazo-2,2'-stilbenedisulfonic acid) 0.05g과 브릴리언트 황색 0.01g을 정밀히 달아 60mL 유리병에 넣은 다음 0.1M 수산화나트륨시액 1.5mL을 가하여 잘 섞어준다. 여기에 증류수 3.5mL를 가한 혼합액을 저장용 유리병에 옮긴 다음 다시 메탄올 45mL로 씻어 옮긴 후 잘 섞어준다.

메탄올염산 표준액 : 염산 8.5mL과 무수메탄올 1000mL을 혼합하여

0.1M 수산화나트륨 용액의 소비량이 약 9mL이 되도록 지시액인 페놀프탈레인의 종말점까지 적정하여 표정한다. 만일 표정 후 48시간이 지난 후 재사용될 때는 다시 표정을 하여야 한다.

(6) 에틸렌글리콜 및 디에틸렌글리콜 : 이 품목의 에틸렌글리콜 및 디에틸렌글리콜의 시험은 분자량에 따라 각각 다음과 같이 한다.

가. 분자량 450 미만 품목

이 품목 약 4.0g을 정밀히 달아 물을 가하여 10mL로 한 액을 시험용액으로 한다. 따로 에틸렌글리콜 및 디에틸렌글리콜 표준품 0.1~0.6g을 정밀히 달아 각 글리콜의 농도가 1~6mg/mL의 범위가 되도록 물을 가하여 100mL로 한 액을 표준용액으로 한다. 시험용액 및 표준용액 2μL를 기체크로마토그래프에 주입하여 다음 조건에 따라 시험할 때, 그 양은 에틸렌글리콜 및 디에틸렌글리콜의 합으로서 0.25% 이하이어야 한다.

$$\text{에틸렌글리콜의 양(\%)} = \frac{\text{Hta}}{\text{Hsa}} \times \frac{\text{Esa}}{\text{검체의 채취량(g)}} \times 100$$

$$\text{디에틸렌글리콜의 양(\%)} = \frac{\text{Htb}}{\text{Hsb}} \times \frac{\text{Esb}}{\text{검체의 채취량(g)}} \times 100$$

Esa : 표준용액 1mL 중의 에틸렌글리콜의 양(mg)

Esb : 표준용액 1mL 중의 디에틸렌글리콜의 양(mg)

Hsa : 에틸렌글리콜 표준용액의 피크 높이(mm)

Hsb : 디에틸렌글리콜 표준용액의 피크 높이(mm)

Hta : 시험용액 중 에틸렌글리콜의 피크 높이(mm)

Htb : 시험용액 중 디에틸렌글리콜의 피크 높이(mm)

조작조건

검출기: 수소염이온화검출기(FID)

칼럼 : 내경 3mm, 길이 1.5m 스테인레스관

칼럼충진제: 산 세척하지 않은 60～800메쉬의 가스크로마토그래피용 규조토(Chromosorb W 또는 이와 동등한 것)에 대해서 12%되는 양의 소비톨을 입힌 것

캐리어가스 및 유량 : 질소(또는 적당한 기체), 70mL/분

컬럼온도: 165℃

주입구온도: 260℃

나. 분자량 450 이상 품목

이 품목 약 50.0g을 정밀히 달아 250mL 증류플라스크에 취하여 디페닐에테르 75mL을 가하여 녹인 후 수은증류장치를 이용하여 수은 1～2mm 압력에서 천천히 증류액 25mL를 받는다. 여기에 물 25mL을 가하여 흔들어 섞은 다음 층 분리가 되도록 방치한다. 얼음물 중에서 식혀 디페닐에테르를 응고시켜 제거를 용이하게 하고 물층을 여과지를 이용하여 50mL 유리마개 메스실린더에 여과한다. 여액에 바로 증류한 아세토니트릴 동량을 가하여 시험용액으로 한다. 따로 디에틸렌글리콜 표준품 50mg을 정밀히 달아 25mL 플라스크에 취한 후 아세토니트릴:물(1:1)이 되도록 바로 증류한 아세토니트릴을 가하

여 25mL로 한 액을 표준용액으로 한다. 시험용액 및 표준용액 10mL을 각각 질산암모늄세륨시액 15mL이 들어있는 50mL 플라스크에 정확하게 취하여 섞는다. 2~5분 사이에 파장 450nm에서 흡광도를 측정한다. 따로, 공시험액은 질산암모늄세륨시액 15mL과 아세토니트릴:물 혼합액(1:1) 10mL을 혼합한 액으로 하여 파장 450nm에서 흡광도를 측정한다. 시험용액의 흡광도는 표준용액의 흡광도를 초과하지 않아야 한다.

질산암모늄세륨시액 : 질산암모늄세륨[$(NH_4)_2Ce(NO_3)_6$] 6.25g을 정밀히 달아 0.25N 질산용액에 녹여 100mL로 한다.

(7) 납 : 이 품목 5.0g을 취하여 원자흡광광도법 또는 유도결합플라즈마발광광도법에 따라 시험할 때, 그 양은 1.0ppm 이하이어야 한다.

강열잔류물 이 품목 5g을 취하여 강열잔류물시험법에 따라 시험할 때, 그 양은 0.1% 이하이어야 한다.