

히드록시프로필셀룰로스
Hydroxypropyl Cellulose

INS No.: 463

이 명: Cellulose hydroxypropyl ether

CAS No.: 9004-64-2

합 량 이 품목은 건조한 다음 정량할 때, 히드록시프로폭실기 (-OC₃H₆OH) 80.5% 이하를 함유한다.

성 상 이 품목은 백~황백색을 띤 섬유상의 분말 또는 과립으로 냄새가 없다.

확인시험 (1) 이 품목의 수용액(1→1,000)을 심하게 흔들면 거품층이 생긴다.

(2) 이 품목의 수용액(1→200) 5mL에 5% 황산동용액 또는 5% 황산알루미늄용액 5mL를 가할 때, 침전이 생기지 않는다.

순도시험 (1) 액성 : 이 품목의 수용액(1→100)의 pH는 5.0~8.0이어야 한다.

(2) 프로필렌클로로히드린 : 「히드록시프로필메틸셀룰로스」의 순도시험 (2)에 따라 시험할 때, 그 양은 0.1ppm 이하이어야 한다.

(3) 납 : 이 품목 약 5g을 정밀히 달아 백금제 또는 석영제 도가니에 넣고 황산 소량을 가하여 적신 다음 서서히 가열하여 가능한 한 저온에서 예비회화한 후, 다시 황산 1mL를 가하고 천천히 가열하여 450~550℃에서 회화될 때까지 강열한다. 회화가 끝나면 잔류물에 소량의 질산(1→150)을 가하여 녹이고, 다시 질산(1→150)을 가하여 10mL로 한

액을 시험용액으로 하여 원자흡광광도법 또는 유도결합플라즈마발광광도법에 따라 시험할 때, 그 양은 2.0ppm 이하이어야 한다.

건조감량 이 품목을 105℃에서 4시간 건조할 때, 그 감량은 10.0% 이하이어야 한다.

강열잔류물 이 품목의 강열잔류물은 0.5% 이하이어야 한다.

정 량 법 이 품목을 건조한 다음 0.065g을 정밀히 달아 분해병에 넣고 아디프산 0.065g, 내부표준용액 2mL 및 요오드화수소산 2mL를 가해 주고 마개를 한 후 그 무게를 정밀히 단다. 단, 내부표준용액은 옥탄·o-크실렌용액(1→25)을 사용한다. 분해병을 30초간 흔들어 섞고 가열기를 사용하여 150℃에서 5분 간격으로 흔들어 섞어 주면서 30분간 가열하고, 다시 30분간 가열을 지속한다. 식힌 다음 그 무게를 정밀히 달아 감량이 0.01g 이하가 되는 것을 확인하고, 그 상층액을 시험용액으로 한다. 따로 아디프산 0.065g, 내부표준용액 2mL, 요오드화수소산 2mL를 취하여 분해병에 넣고 마개를 한 후 그 무게를 정밀히 달고, 요오드화이소프로필 50μL를 가해 주고 그 무게를 정밀히 단다. 분해병을 30초간 흔들어 섞은 다음 상층액을 표준용액으로 한다. 시험용액과 표준용액을 각각 1μL씩 취하여 아래의 조작조건으로 가스크로마토그래피에 주입하고 다음 계산식에 따라 히드록시프로폭실기의 함량(%)를 구한다.

$$\text{히드록시프로폭실기의 양(\%)} = \frac{Q_t}{Q_s} \times \frac{W_s}{\text{검체의 채취량(g)}} \times 44.17$$

W_s : 표준용액 중의 요오드화이소프로필의 양(g)

Qt : 시험용액 중의 옥탄 피크면적에 대한 요오드화이소프로필
피크 면적비

Qs : 표준용액 중의 옥탄 피크면적에 대한 요오드화이소프로필
피크 면적비

분해병 : 5mL의 유리제 내압마개병으로 바닥의 안쪽은 원추형이며
외경 20mm, 높이 50mm로 약 30mm까지의 용량은 2mL이며, 마개는
내열성수지제, 내부 마개는 불소수지제의 것을 사용한다. 다만, 사용 전
가열시 내용물이 새지 않는 것을 미리 확인해 둔다.

가열기 : 높이 60~80mm의 금속알루미늄제 블록에 직경 20.6mm,
높이 32mm의 구멍이 있는 것으로 블록 내부의 온도는 1℃의 범위
에서 온도조절이 가능한 것을 사용한다.

조작조건

캐필러리칼럼 : DB-5 또는 이와 동등한 것

검출기 : 수소염이온화검출기(FID)

칼럼온도 : 50℃에서 3분간 유지한 후 분당 10℃의 비율로 100℃까지
승온하고, 다시 분당 35℃의 비율로 250℃까지 승온 후 8분간 유지
한다.

캐리어가스 : 헬륨

주입구 온도 : 250℃

검출기 온도 : 280℃

유량 : 옥탄의 피크가 약 8~10분에 나타나도록 조정한다.

칼럼의 선정 : 표준용액 1 μ L를 취하여 상기의 조작조건으로 조작하였을 때, 요오드화이소프로필, 옥탄 순으로 유출되고, 각각의 피크가 완전히 분리되는 것을 사용한다.