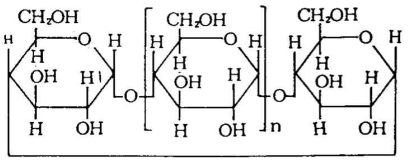
시클로덱스트린

Cyclodextrin



(n=4, 5, 6)

분자식: α-시클로덱스트린 $(C_6H_{10}O_5)_6$
β-시클로덱스트린 $(C_6H_{10}O_5)_7$
γ-시클로덱스트린 $(C_6H_{10}O_5)_8$

INS No.: 457, 459, 458

분자량: 972.85
1134.99
1297.14

CAS No.: 10016-20-3
7585-39-9
17465-86-0

정 의 이 품목에는 α-시클로덱스트린, β-시클로덱스트린, γ-시클로덱스트린이 있다. 각각의 정의는 다음과 같다.

α-시클로덱스트린 : 전분에 시클로덱스트린생성효소를 작용시켜 6개의 포도당이 α-1,4 글리코시드결합을 한 환상의 올리고당이다.

β-시클로덱스트린 : 전분에 시클로덱스트린생성효소를 작용시켜 7개의 포도당이 α-1,4 글리코시드결합을 한 환상의 올리고당이다.

γ-시클로덱스트린 : 전분에 시클로덱스트린생성효소를 작용시켜 8개의 포도당이 α-1,4 글리코시드결합을 한 환상의 올리고당이다.

함 량 이 품목을 건조한 다음 정량할 때, α-시클로덱스트린 $[(C_6H_{10}O_5)_6]$은 98.0% 이상, β-시클로덱스트린$[(C_6H_{10}O_5)_7]$은 98.0% 이상, γ-시클로덱스트린 $[(C_6H_{10}O_5)_8]$은 98.0% 이상을 각각 함유한다.

성 상 이 품목은 백색의 결정 또는 결정성 분말로 냄새가 없고, 약간의 감미가 있다.

확인시험 이 품목 0.2g에 0.1N 요오드시액 1mL를 가해 수욕상에서 가열하여 녹인 다음 실온에 방치할 때, α-시클로덱스트린은 청자색, β-시클로덱스트린은 황갈색, γ-시클로덱스트린은 적갈색의 침전이 생긴다.

순도시험 (1) 용상 : 이 품목 0.5mg을 물 50mL에 녹일 때, 그 액은 무색 징명하여야 한다.

(2) 비선광도 : 이 품목을 건조한 다음 약 1g을 정밀히 달아 물을 가하여 녹이고 100mL로 하여 이 액의 선광도를 측정할 때, α-시클로덱스트린의 $[\alpha]_D^{20}$ = +147.0 ~ +152.0°, β-시클로덱스트린의 $[\alpha]_D^{20}$ = +160.0 ~ +164.4°, γ-시클로덱스트린의 $[\alpha]_D^{20}$ = +173.0 ~ +178.0° 이어야 한다.

(3) 염화물 : 이 품목 0.5g을 취하여 염화물시험법에 따라 시험할 때, 그 양은 0.01N 염산 0.25mL에 대응하는 양 이하이어야 한다.

(4) 비소 : 이 품목을 비소시험법에 따라 시험할 때, 그 양은 1.0ppm 이하이어야 한다.

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

(6) 잔류용매 : 이 품목 0.25g을 정밀히 달아 물 10mL를 가해 주고 10분간 초음파로 분산시킨 액을 시험용액으로 하여 25mL 퍼지앤트랩용 용기(frit sparger)에 넣고 퍼지앤트랩 및 기체크로마토그래피를 행한다. 따로, 물 10mL에 혼합표준용액 0.25mL를 가해 주고 퍼지앤트랩 및 기체크로마토그래피 분석을 행할 때, β-시클로덱스트린에 한하여 톨루엔 및 삼염화에틸렌의 양은 각각 1.0ppm 이하이어야 한다.

혼합표준용액 : 톨루엔 및 삼염화에틸렌을 각각 50mg씩을 정밀히 달아 메탄올에 녹여 50mL로 하고, 다시 이 액 0.1mL를 취한 다음 물을 가하여 100mL로 한 액을 혼합표준용액으로 한다(각 액 1mL는 톨루엔 1μg, 삼염화에틸렌 1μg 함유).

조작조건

퍼지앤트랩

트　　랩 : Tenax TA 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 : DB-1(30m × 0.32μm) 또는 이와 동등한 것

검 출 기 : 수소염이온화검출기(FID)

칼럼온도 : 40℃에서 3분간 유지시킨 후 40℃/min의 비율로 220℃까지 승온 시킨다.

검출기온도 : 250℃

캐리어가스 : 질소 또는 헬륨

건조감량 이 품목을 5mmHg 이하의 감압하에 105℃로 4시간 건조할 때, 그 감량은 12% 이하이어야 한다.

강열잔류물 이 품목 1g을 취하여 강열잔류물시험법에 따라 시험할 때, 그 양은 0.1% 이하이어야 한다.

정 량 법 이 품목을 건조한 다음 약 0.1g을 정밀히 달아 물 10mL를 가하여 녹인 액을 시험용액으로 한다. 따로, 각 표준용액은 α-, β-, γ-시클로덱스트린표준품 각각을 건조한 다음 0.1g씩을 정밀히 달아 물 10mL씩을 가하여 녹인 액을 각각의 표준용액으로 한다. 각 표준용액 및 시험용액 각각 10μL씩을 다음의 조작조건으로 액체크로마토그래피에 주입하고, 다음 계산식에 따라 시클로덱스트린의 함량을 구한다.

$$\text{함 량}(\%) = \frac{Au \times Ws}{As \times Wu} \times 100$$

Au : 시험용액의 피크 면적
As : 표준용액의 피크 면적
Ws : 표준품의 채취량(g)
Wu : 검체의 채취량(g)

조작조건

검 출 기 : 시차굴절계(RI Detector)

칼 럼 : YMC-Pack Polyamine II(4.6mm×250mm) 또는 이와 동등한 것

칼럼온도 : 40℃

이 동 상 : 아세토니트릴:물(60:40)

유 속 : 1 mL/min

주 입 량 : 10 μL