

식품의약품안전처 공고 제2017-160호

「기능성화장품 기준 및 시험방법」(식품의약품안전처 고시 제2015-15호, 2015. 3. 25.)을 일부 개정함에 있어 국민에게 미리 알려 의견을 수렴하고자 그 취지, 개정 이유 및 주요 내용을 「행정절차법」 제46조에 따라 다음과 같이 공고합니다.

2017년 4월 10일

식품의약품안전처장

기능성화장품 기준 및 시험방법 일부개정고시(안) 행정예고

1. 개정 이유

기능성화장품의 범위 확대를 내용으로 하는 화장품법 개정(법률 제14264호, 2016. 5. 29. 공포, 2017. 5. 30. 시행) 및 같은 법 시행규칙 개정(총리령 제1357호, 2017. 1. 12. 공포, 2017. 5. 30. 시행)에 따라 새로 지정되는 기능성화장품에 적용할 수 있도록 통칙 중 제형, 기능성화장품 각조 및 일반시험법을 개정하여 기능성화장품 심사·보고 및 품질관리 등 업무의 적정을 기하려는 것임

2. 주요 내용

가. 신설되는 기능성화장품의 종류, 원료·제제에 대한 시험법 추가 및 이에 필요한 시약·시액 기준 신설(안 제2조, 별표 6, 별표 7, 별표 8, 별표 9)

- 현행 「의약외품에 관한 기준 및 시험방법」에서 정하고 있는 염모제, 제모제, 여드름성 피부 제품에 대한 원료, 제제의 기준 및 시험방법을 추가
- 신설되는 시험방법에서 사용되는 시약·시액 등의 기준 추가

나. 통칙에 침적마스크제 등 제형의 정의 추가(안 별표 1)

- 침적마스크제, 에어로졸제, 겔제, 분말제 등의 정의 신설
- * 현행 고시에는 로션제, 액제, 크림제만 정의되어 있음

다. 제제의 일반시험법 중 ‘염모력시험’ 추가(안 별표 9)

- * 현행 고시에는 pH 시험법, 자외선차단제 함량시험 대체시험법만 규정되어 있음

라. 기타 자구 수정 등(안 별표 9)

- 박층크로마토그래프법 중 ‘대조액’을 ‘표준액’으로 수정 등

3. 의견 제출

「기능성화장품 기준 및 시험방법」 일부개정고시(안)에 대하여 의견이 있는 단체 또는 개인은 2017년 4월 30일까지 다음 사항을 기재한 의견서를 붙임의 양식에 따라 식품의약품안전처장(우편번호: 28159, 주소: 충북 청주시 오송읍 오송생명2로 187 오송보건의료행정타운, 참조: 화장품정책과, 전화: 043-719-3405, 팩스: 043-719-3400, 전자우편: yeonhaehan@korea.kr)에 게 제출하여 주시기 바랍니다.

가. 예고사항에 대한 항목별 의견(찬·반 여부와 그 이유)

나. 성명(단체의 경우 단체명과 그 대표자의 성명), 전화번호 및 주소

다. 기타 참고사항

식품의약품안전처 고시 제2017- 호

「화장품법」 제4조제1항 및 같은 법 시행규칙 제9조제1항 및 제10조제1항에 따른 「기능성화장품 기준 및 시험방법」(식품의약품안전처 고시 제2015-15호, 2015. 3. 25.)을 다음과 같이 개정 고시합니다.

2017년 월 일

식품의약품안전처장

기능성화장품 기준 및 시험방법 일부개정고시(안)

기능성화장품 기준 및 시험방법 일부를 다음과 같이 개정한다.

제2조 제6호 중 “일반시험법은 별표 6과 같다”를 “모발의 색상을 변화(탈염(脫染)·탈색(脫色)을 포함한다)시키는 데 도움을 주는 기능성화장품 각조는 별표 6과 같다”로 한다.

제2조 제7호부터 제9호까지 다음과 같이 신설한다.

7. 체모를 제거하는 데 도움을 주는 기능성화장품 각조는 별표 7과 같다.

8. 여드름성 피부를 완화하는 데 도움을 주는 기능성화장품 각조는 별표 8과 같다.

9. 일반시험법은 별표 9와 같다.

별표 1 제6호 본문 중 “이 고시에 수재되어 있는 로션제, 액제, 크림제의 정의는”을 “화장품 제형의 정의는”으로 한다.

별표 1 제6호 라목에서 사목까지 다음과 같이 신설한다.

라. 침적마스크제란 액제, 로션제, 크림제, 겔제 등을 부직포 등의 지지체에 침적하여 만든 것을 말한다.

마. 겔제란 액체를 침투시킨 분자량이 큰 유기분자로 이루어진 반고형상을 말한다.

바. 에어로졸제란 원액을 같은 용기 또는 다른 용기에 충전한 분사제(액화기체, 압축기체 등)의 압력을 이용하여 안개모양, 포말상 등으로 분출하도록 만든 것을 말한다.

사. 분말제란 균질하게 분말상 또는 미립상으로 만든 것을 말하며, 부형제 등을 사용할 수 있다.

별표 6을 별지와 같이 한다.

별표 7을 별지와 같이 한다.

별표 8을 별지와 같이 한다.

별표 9에서 IX-1. 원료 일반시험법 중 박층크로마토그래프법, IX-2. 제제 일반시험법 중 염모력시험, 계량기, 용기, 색의 비교액, 시약, 시액, 용량 분석용표준액 및 표준액 중 시약·시액, 용량분석용표준액을 별지와 같

이 한다.

부칙

제1조(시행일) 이 고시는 2017년 5월 30일부터 시행한다

제2조(적용례) ① 이 고시는 고시 시행 이후 최초로 식품의약품안전평가원 장에게 제출되는 기능성화장품 심사의뢰서(변경을 포함한다) 또는 보고서부터 적용한다.

② 제1항에도 불구하고 이 고시 시행 당시 화장품법 시행규칙(총리령 제1357호) 제2조제6호부터 제9호까지의 개정규정에 따른 품목에 대하여 약사법 제31조제4항에 따라 품목허가를 신청하여 절차가 진행 중인 경우에도 이 고시를 적용한다.

제3조(경과조치) 이 고시 시행 당시 종전의 규정에 따라 기능성화장품으로 심사받거나 보고서를 제출한 품목은 이 고시에 따라 심사받거나 보고한 것으로 본다.

VI. 모발의 색상을 변화시키는 데 도움을 주는
기능성화장품 각조
(제2조제6호관련)

강암모니아수

Strong Ammonia Solution

이 원료는 정량할 때 암모니아(NH₃ : 17.03) 28.0 ~ 30.0 %를 포함한다.

성상 이 원료는 무색의 액으로, 특이한 강한 자극성의 냄새가 있다.

확인시험 1) 이 원료는 강알칼리성이다.

2) 이 원료에 염산으로 적신 유리봉을 가까이 댈 때 진한 흰 연기가 발생한다.

순도시험 1) 철 이 원료 22.2 mL를 증발건고하고, 잔류물에 묽은염산 5 mL를 가해 녹여, 이것을 검액으로 한다. 따로 철표준액 2.0 mL를 취하여, 검체를 제외하고는 검액과 동일하게 처리하여 비교액으로 한다. 검액과 비교액 각각에 묽은 질산 5 mL 및 물을 넣어 45 mL 로 하고, 각각에 치오시안산암모늄시액 5 mL 씩을 넣어 흔들어 섞고 5 분간 방치한 다음 비색할 때 검액이 나타내는 색은 비교액이 나타내는 색보다 진하지 않다.(1 ppm 이하)

2) 중금속 이 원료 5.6 mL를 수용상에서 증발건고하고, 묽은염산 1 mL를 가해 다시 증발건고 한 후, 묽은초산 2 mL를 가해 녹이고 물을 가해 50 mL로 하여, 이것을 검액으로 한다. 따로 납표준액 2.0 mL를 취하여 검체를 제외하고는 검액과 같은 조작을 하여 비교액으로 한다. 검액 및 비교액에 황화나트륨시액 1 방울씩을 넣어 흔들어 섞고 5 분간 방치한 다음 각 관을 백색을 배경으로 하여 위 또는 옆에서 관찰하여 액의 색을 비교할 때 검액의 색은 비교액의 색보다 진하지 않다.(5 ppm 이하)

3) 과망간산칼륨 환원성물질 이 원료 3.0 mL에 물 5 mL 및 묽은황산 40 mL를 냉각하면서 가하고 다시 과망간산칼륨시액 0.10 mL를 가해 5 분간 끓일 때, 액의 홍색은 10 분 이내에 사라지지 않는다.

증발 잔류물 이 원료 10 mL를 미리 무게를 단 증발접시에 달아 수용상에서 증발건고하고, 잔류물을 105 ℃에서 1 시간 건조한 후 데시케이터(실리카겔)에서 방냉할 때, 그 양은 1 mg 이하이다.(0.01 w/v % 이하)

정량법 이 원료 약 2 g을 정밀하게 달아, 물 25 mL를 가해 0.5 mol/L 황산으로 적정한다(지시약 : 메틸레드시액 2 방울).

0.5 mol/L 황산 1 mL = 17.031 mg NH₃

저장법 기밀용기

과붕산나트륨일수화물
Sodium Perborate, Monohydrate

NaBO₃ · H₂O : 99.81

이 원료는 정량할 때 과붕산나트륨(NaBO₃ · H₂O) 90.0 % 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 흰색의 결정성입자 또는 가루로서 냄새는 없다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 50) 5 mL에 페놀프탈레인시액 1방울을 넣을 때 액은 홍색을 나타낸다.

2) 이 원료의 수용액(1 → 50)은 나트륨염의 정성반응 1) 을 나타낸다.

3) 이 원료의 수용액(1 → 50)은 붕산염의 정성반응 2) 를 나타낸다.

4) 이 원료의 수용액(1 → 50)은 과산화물의 정성반응을 나타낸다.

순도시험 1) **용해상태** 이 원료 1.0 g을 물 20 mL에 넣어 끓일 때 거의 맑다.

2) **황산염** 이 원료 1.0 g을 달아 물 20 mL에 넣어 끓인다. 식히고 회석시킨 염산(2 → 3)으로 중화한 다음, 회석시킨 염산(2 → 3) 0.5 mL를 넣어, 10 분간 얼음으로 식힌 다음, 여과하여 잔류물을 찬물로 씻는다. 여액과 씻은 액을 합하여 100 mL로 하여 이것을 검액으로 한다. 검액 4 mL를 취하여 물을 넣어 20 mL로 하고, 염화바륨시액 2 mL를 넣고, 1 시간 방치한 다음 혼탁을 비교한다. 다만, 비교액은 중화에 필요한 회석시킨 염산(2 → 3)의 3/5 량을 취하여 수욕상에서 증발건조한 다음 0.005 mol/L 황산 1.68 mL 및 회석시킨 염산(2 → 3) 0.3 mL를 넣고, 다시 물을 넣어 20 mL로 하고, 이하 검액과 같은 방법으로 조작하여 시험한다.(1.5 % 이하)

3) **염화물** 이 원료 1.0 g을 달아 물 20 mL에 넣어 끓인다. 식히고 회석시킨 질산(1 → 3)으로 중화한 다음, 물을 넣어 100 mL로 하여 이것을 검액으로 한다. 검액 10 mL를 취하여 물을 넣어 20 mL로 하고, 회석시킨 질산(1 → 3) 2 mL, 진분시액(1 → 50) 0.2 mL 및 질산은시액 1 mL를 넣어, 15 분 방치한 다음 혼탁을 비교한다. 다만, 비교액은 중화에 필요한 회석시킨 질산(1 → 3)의 1/5 량을 취하여, 수욕상에서 증발건조한 다음, 0.01 mol/L 염산 1.4 mL를 넣고, 다시 물을 넣어 20 mL로 한다. 이하 검액과 같은 방법으로 조작하여 시험한다.(0.5 % 이하)

4) **과산화나트륨 및 붕사** 이 원료 2.0 g을 물 100 mL에 넣고 메칠오렌지시액 2 방울을 넣고, 1 mol/L 염산으로 적정한다. 그 소비량은 17.0 ~ 22.0 mL 이다. 같은 방법으로 공시험하여 보정한다.

5) **중금속** 이 원료 1.0 g을 물 10 mL 및 묽은염산 5 mL에 넣어 녹이고, 수욕

상에서 흔들며 섞으면서 증발건조 한다. 잔류물에 물 25 mL를 넣어 녹이고 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣은 다음 액이 옅은 홍색을 나타낼 때 까지 암모니아시액을 넣는다. 다음에 묽은초산 2 mL 및 물을 넣어 50 mL로 하고, 이것을 검액으로 한다. 다만 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다.(20 ppm 이하)

정 량 법 이 원료 약 0.1 g을 정밀하게 달아 물 50 mL에 넣어 녹인 다음 묽은황산 10 mL를 넣어 0.02 mol/L 과망간산칼륨액으로 적정한다. 같은 방법으로 공시험하여 보정한다.

0.02 mol/L 과망간산칼륨액 1 mL = 4.991 mg NaBO₃ · H₂O

저 장 법 기밀용기

과붕산나트륨사수화물
Sodium Perborate tetrahydrate

NaBO₃·4H₂O : 153.86

이 원료는 정량할 때 과붕산나트륨(NaBO₃·4H₂O) 95.0 % 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 흰색의 결정성입자 또는 가루로서 냄새는 없다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 50)은 나트륨염, 붕산염 및 과산화물의 정성반응을 나타낸다.

2) 이 원료의 수용액(1 → 50) 5 mL에 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣을 때 액은 홍색을 나타낸다.

순도시험 **중금속** 이 원료 1.0 g을 물 10 mL 및 묽은염산 5 mL에 넣어 녹여 수욕상에서 저어 섞으면서 증발건조한다. 이 잔류물을 물 25 mL에 넣어 녹이고 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣은 다음 액이 옅은 홍색을 나타낼 때까지 암모니아시액을 넣는다. 다음에 묽은 초산 2 mL 및 물을 넣어 50 mL로 하고 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

정 량 법 이 원료 약 0.25 g을 정밀하게 달아 물 50 mL에 넣어 녹인 다음 묽은황산 10 mL를 넣어 0.02 mol/L 과망간산칼륨액으로 적정한다. 같은 방법으로 공시험하여 보정한다.

0.02 mol/L 과망간산칼륨액 1 mL = 7.693 mg $\text{NaBO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

저 장 법 기밀용기

과산화수소수 35%

Hydrogen Peroxide Solution 35 %

35 % 과산화수소수

H_2O_2 : 34.01

이 원료는 과산화수소수의 수용액으로 적당한 안정제를 함유한다. 이 원료는 정량할 때 과산화수소(H_2O_2 : 34.01) 34.5 ~ 35.5 %를 함유한다.

성 상 이 원료는 맑은 무색의 액으로 냄새가 없거나 오존과 같은 냄새가 있다.

확인시험 이 원료 1 mL는 과산화물의 정성반응을 나타낸다.

pH 2.0 ~ 3.7

비 중 d_{20}^{20} : 1.132 ~ 1.137(제 1 법)

순도시험 1) 산 이 원료 30.0 g을 취하여 새로 끓여 식힌 물 150 mL 및 메틸레드 시액 2방울을 넣고 0.1 mol/L 수산화나트륨액 0.6 mL를 넣을 때 액은 황색을 나타낸다.

2) 중금속 이 원료 5.0 g을 물 20 mL 및 암모니아시액 2 mL에 넣고 수욕상에서 증발건고하고 잔류물에 묽은 초산 2 mL를 넣어 가열하여 녹이고 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.5 mL를 넣는다. 검액 및 비교액에 황화나트륨시액 1 방울씩을 넣어 흔들어 섞고 5 분간 방치한 다음 각 관을 백색을 배경으로 하여 위 또는 옆에서 관찰하여 액의 색을 비교한다. 검액이 나타내는 색은 비교액이 나타내는 색보다 진하지 않다.(5 ppm 이하)

3) 비 소 이 원료 1.0 g을 암모니아시액 1 mL에 넣고 수욕상에서 증발건고하고 잔류물에 물 10 mL를 넣어 녹여 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

4) 유기안정제 이 원료 100 g을 취하여 에테르·클로로포름혼합액(2 : 3) 각 50 mL, 25 mL 및 25 mL를 써서 추출하고 모든 추출액을 합하여 미리 질량을 단 용기에 넣고 수욕에서 가열하여 에텔 및 클로로포름을 날려 보내고 잔류물을 데시케이터(실리카겔)에서 향량이 될 때까지 건조한다(50 mg 이하).

5) 증발잔류물 이 원료 20.0 g을 수욕상에서 증발건고하여 잔류물을 105 °C에서 1 시간 건조한다(20 mg 이하).

정 량 법 이 원료 약 1 g을 정밀하게 달아 물에 넣어 정확하게 100 mL로 한다. 이

액 10 mL를 취하여 묽은황산 10 mL를 넣고 0.02 mol/L 과망간산칼륨액으로 적정한다. 다만, 적정의 종말점은 액의 홍색이 30 초간 지속할 때로 한다. 같은 방법으로 공시험하여 보정한다.

0.02 mol/L 과망간산칼륨액 1 mL = 1.7007 mg H_2O_2

저 장 법 차광한 기밀용기에 넣어 30°C 이하에 보존한다.

과산화수소수 50%

Hydrogen Peroxide Solution 50 %

50 % 과산화수소수

이 원료는 과산화수소수의 수용액으로 적당한 안정제를 함유한다. 이 원료는 정량할 때 과산화수소(H_2O_2 : 34.01) 50.0 ~ 52.0 %를 함유한다.

성 상 이 원료는 맑은 무색 액으로 냄새가 없거나 오존과 같은 냄새가 있다.

확인시험 이 원료 1mL는 과산화물의 정성반응을 나타낸다.

pH 2.0 ~ 3.0

비 중 d_{20}^{20} : 1.135 ~ 1.145(제 1 법)

순도시험 1) 산 이 원료 30.0 g을 취하여 새로 끓여 식힌 물 150 mL 및 메틸레드 시액 2 방울을 넣고 0.1 mol/L 수산화나트륨액 0.6 mL를 넣을 때 액은 황색을 나타낸다.

2) 중금속 이 원료 5.0 g에 물 20 mL 및 암모니아시액 2 mL를 넣고 수욕상에서 증발건고하고 잔류물에 묽은초산 2 mL를 넣어 가열하여 녹이고 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.5 mL를 넣는다. 검액 및 비교액에 황화나트륨시액 1방울씩을 넣어 흔들어 섞고 5 분간 방치한 다음 각 관을 백색을 배경으로 하여 위 또는 옆에서 관찰하여 액의 색을 비교한다. 검액이 나타내는 색은 비교액이 나타내는 색보다 진하지 않다.(5 ppm 이하).

3) 비 소 이 원료 1.0 g을 암모니아시액 1 mL에 넣고 수욕상에서 증발건고하고 잔류물에 물 10 mL를 넣어 녹여 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

4) 유기안정제 이 원료 100 g을 취하여 에테르·클로로포름혼합액(2 : 3) 50 mL를 써서 추출하고 모든 추출액을 합하여 미리 질량을 단 용기에 넣고 수욕에서 가열하

여 에텔 및 클로로포름을 날려 보내고 잔류물을 테시케이터(실리카겔)에서 항량이 될 때까지 건조한다(50 mg 이하).

5) 증발잔류물 이 원료 20.0 g을 수욕상에서 증발건고하여 잔류물을 105 °C에서 1 시간 건조한다(20 mg 이하).

정 량 법 이 원료 약 1 g을 정밀하게 달아 물에 넣어 정확하게 100 mL로 한다. 이 액 10 mL를 취하여 묽은황산 10 mL를 넣고 0.02 mol/L 과망간산칼륨액으로 적정한다. 다만, 적정의 종말점은 액의 홍색이 30 초간 지속할 때로 한다. 같은 방법으로 공시험하여 보정한다.

0.02 mol/L 과망간산칼륨액 1 mL = 1.7007 mg H₂O₂

저 장 법 차광한 기밀용기에 넣어 30°C 이하에 보존한다.

과탄산나트륨 Sodium Percarbonate

Na₂CO₃·1.5H₂O₂ : 157.01

이 원료는 탄산나트륨의 과산화수소 부가화합물로 정량할 때 과탄산나트륨(Na₂CO₃·1.5H₂O₂) 80.0 ~ 92.0 %를 함유한다.

성 상 이 원료는 흰색의 결정성 알갱이 또는 가루로서 냄새는 없다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 50) 5 mL에 페놀프탈레인시액 1방울을 넣을 때 액은 홍색을 나타낸다.

2) 이 원료의 수용액(1 → 50)은 탄산염의 정성반응 2)를 나타낸다.

3) 이 원료의 수용액(1 → 50)은 나트륨염의 정성반응 1)을 나타낸다.

4) 이 원료의 수용액(1 → 50)은 과산화물의 정성반응을 나타낸다.

pH 이 원료 3.0 g을 물 100 mL에 넣어 녹인 액의 pH는 10.0 ~ 11.0이다.

순도시험 1) 용해상태 이 원료 1.0 g을 물 20 mL에 넣어 끓일 때 액은 거의 맑다.

2) **염화물** 이 원료 1.0 g을 달아 물 20 mL에 넣어 끓여 식히고 회석시킨 질산(1 → 3)으로 중화한 다음 물을 넣어 100 mL로 하여 검액으로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 물에 넣어 20 mL로 하고 회석시킨 질산(1 → 3) 2 mL, 전분시액(1 → 50) 0.2 mL 및 질산은시액 1 mL를 넣어 15 분간 방치한 다음 혼탁을 비교한다. 비교액은 중화에 필요한 회석시킨 질산(1 → 3)의 1/5 량을 취하여 수욕상에서 증발건고한 다음,

0.01 mol/L 염산 1.12 mL를 넣고 다시 물을 넣어 20 mL로 한다. 이하 검액과 같은 방법으로 시험한다(4.0 % 이하).

3) 황산염 이 원료 1.0 g을 달아 물 20 mL에 넣어 끓여 식히고 회석시킨 염산(2 → 3) 0.5 mL를 넣어 10 분간 얼음으로 식힌 다음, 여과하고 잔류물을 찬물로 씻고, 여액과 씻은 액을 합하여 100 mL로 하여 검액으로 한다. 이 액 4 mL를 취하여 물에 넣어 20 mL로 하고, 염화바륨시액 2 mL를 넣어 1 시간 방치한 다음 혼탁을 비교한다. 비교액은 중화에 필요한 회석시킨 염산(2 → 3)의 3/5 량을 취하여 수욕상에서 증발건고한 다음 0.005 mol/L 황산 1.26 mL 및 회석시킨 염산(2 → 3) 0.3 mL를 넣고 다시 물을 넣어 20 mL로 한다. 이하 검액과 같은 방법으로 시험한다(1.5 % 이하).

4) 중금속 이 원료 1.0 g을 물 30 mL에 넣어 녹이고, 수욕상에서 10 분간 가열한다. 식힌 다음 회석시킨 염산(2 → 3) 2 mL를 넣어 수욕상에서 증발건고하고 잔류물에 물 30 mL를 넣어 녹여 여과한다. 용기와 여과지를 약 50 °C의 물로 씻고, 이 씻은 액을 여액에 넣고 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣어 액이 옅은 홍색을 나타낼 때까지 암모니아시액을 넣는다. 다음에 묽은초산 2 mL 및 물을 넣어 50 mL로 하여 검액으로 한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

5) 과산화나트륨 이 원료 2.0 g을 물 100 mL에 넣고, 메틸오렌지시액 2 방울을 넣고 1 mol/L 염산으로 적정한다. 그 소비량은 20.0 ~ 26.0 mL이다. 같은 방법으로 공시험하여 보정한다.

6) 비소 이 원료 1.0 g을 물 30 mL에 넣어 녹이고, 수욕상에서 10 분간 가열하고, 거의 증발건고한 다음 물을 넣어 10 mL로 하여 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하)

정 량 법 이 원료 약 1 g을 정밀하게 달아 물에 넣어 250.0 mL로 한다. 이 액 25 mL에 물 50 mL 및 묽은황산 20 mL를 넣어 0.02 mol/L 과망간산칼륨액으로 적정한다. 같은 방법으로 공시험하여 보정한다.

0.02 mol/L 과망간산칼륨액 1 mL = 5.234 mg Na₂CO₃·1.5H₂O₂

저 장 법 기밀용기

과황산나트륨 Sodium Persulfate

Na₂S₂O₈ : 238.11

이 원료는 정량할 때 과황산나트륨(Na₂S₂O₈) 98.0 % 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 흰색 ~ 옅은 황색의 결정성 가루이다.

확인시험 1) 회석시킨 황산(1 → 20) 5 mL에 황산망간용액(1 → 100) 2 ~ 3 방울을 넣고 이에 질산은시액 1 방울 및 이 원료 0.2 g을 넣어 가온할 때 액은 홍색을 나타낸다.

2) 이 원료의 수용액(1 → 30)은 나트륨염의 정성반응 1)을 나타낸다.

순도시험 1) 용해상태 이 원료는 1.0 g을 물 30 mL에 넣고 가열하여 녹일 때 액은 거의 맑다.

2) **염화물** 이 원료는 1.0 g을 백금도가니에 달아 무수탄산나트륨 1 g을 넣어 섞고 천천히 가열한 다음 강열한다. 식힌 다음 물 30 mL를 넣어 녹이고 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 액의 홍색이 없어질 때까지 묽은질산을 넣는다. 다시 묽은질산 10 mL 및 물을 넣어 50 mL로 하고 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 0.01 mol/L 염산 0.25 mL를 넣는다(0.009 % 이하).

3) **중금속** 이 원료는 1.0 g을 온탕 30 mL 및 염산 3 mL에 넣고 수욕상에서 약 5 mL가 될 때까지 증발 농축한다. 식힌 다음 물 10 mL를 넣고 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣어 액이 약간의 홍색이 나타날 때까지 암모니아시액을 넣는다. 여기에 묽은초산 2 mL 및 물을 넣어 50 mL로 하고 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

정 량 법 이 원료는 약 2 g을 정밀하게 달아 물에 넣어 녹여 250.0 mL로 한다. 이 액 50.0 mL를 취하여 0.1 mol/L 황산제일철암모늄액 50 mL를 넣고 다시 인산 5 mL를 넣은 다음 과량의 황산제일철암모늄을 0.02 mol/L 과망간산칼륨액으로 적정한다. 같은 방법으로 공시험을 한다.

0.1 mol/L 황산제일철암모늄액 1 mL = 11.905 mg Na₂S₂O₈

저 장 법 기밀용기

**과 황산암모늄
Ammonium Persulfate**

(NH₄)₂S₂O₈ : 228.20

이 원료는 정량할 때 과황산암모늄((NH₄)₂S₂O₈) 98.0 % 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 황색을 띤 흰색의 결정성 가루로 약간의 특이한 냄새가 있다.

확인시험 1) 이 원료 1 g을 과량의 수산화나트륨시액에 넣어 가온하면 암모니아냄새가 나며 이 가스는 물에 적신 적색리트머스시험지를 청색으로 변화시킨다.

2) 묽은황산 5 mL에 황산망간용액(1 → 100) 2 ~ 3방울을 넣고 이에 질산은시액 1 방울 및 이 원료 0.2 g을 넣어 가온할 때 액은 홍색을 나타낸다.

순도시험 1) 용해상태 이 원료 1.0 g을 물 10 mL에 넣어 녹일 때 액은 무색이며 거의 맑다.

2) **중금속** 이 원료 1.0 g을 처음에 천천히 가열하고 계속하여 흰 연기가 나지 않을 때까지 약하게 가열하여 잔류물에 염산 1 mL 및 질산 5 방울을 넣고 수욕상에서 증발건고하고 잔류물에 묽은염산 5 mL를 넣어 다시 수욕상에서 증발건고한다. 잔류물에 묽은초산 2 mL 및 물 약 20 mL를 넣어 녹이고 다시 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

3) **철** 이 원료 2.0 g을 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 다시 황산으로 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣고 수욕상에서 증발건고하여 잔류물에 묽은염산 3 방울을 넣어 가온하고 물 25 mL를 넣어 녹인다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 1.0 mL를 넣는다(5 ppm 이하).

4) **비소** 이 원료 0.5 g을 물 5 mL에 넣어 황산 1 mL 및 아황산 10 mL를 넣어 약 2 mL가 될 때까지 증발농축한 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이 액을 검액으로 하여 시험한다. 비소표준액은 1.5 mL를 넣는다(3 ppm 이하).

강열잔분 0.05 % 이하(1 g, 800 °C, 항량)

정 량 법 이 원료 약 0.5 g을 정밀하게 달아 물 50 mL에 넣어 녹이고 0.2 mol/L 황산제일철암모늄액 25 mL를 넣고 마개를 하여 흔들어 섞은 다음 인산 5 mL를 넣은 다음 과량의 황산제일철암모늄액을 0.04 mol/L 과망간산칼륨액으로 적정한다. 같은 방법으로 공시험을 하여 보정한다.

0.2 mol/L 황산제일철암모늄액 1 mL = 22.82 mg(NH₄)₂S₂O₈

저 장 법 기밀용기

과 황산칼륨

Potassium Persulfate

$K_2S_2O_8$: 270.32

이 원료는 정량할 때 과황산칼륨($K_2S_2O_8$) 95.0 % 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 무색 ~ 흰색의 결정성가루로 냄새는 거의 없다.

확인시험 1) 이 원료 1.0 g을 황산망간용액(1 → 10)에 황산 2 mL를 넣은 액 및 질산용액(1 → 50) 2 mL에 넣어서 가운할 때 액은 적자색을 나타낸다.

2) 이 원료의 수용액(1 → 30)은 칼륨염의 정성반응 1)을 나타낸다.

순도시험 1) 용해상태 이 원료 1.0 g을 물 30 mL에 넣고 가열하여 녹일 때 액은 거의 맑다.

2) **염화물** 이 원료 1.0 g을 백금도가니에 달아 무수탄산나트륨 1 g을 넣어 섞고 천천히 가열한 다음 강열한다. 식힌 다음 물 30 mL를 넣어 녹이고 pH가 약 4가 되도록 희석시킨 질산(1 → 3)으로 중화한다. 이것에 묽은질산 6 mL 및 물을 넣어 50 mL로 하고 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 0.01 mol/L 염산 0.25 mL를 넣는다(0.01 % 이하).

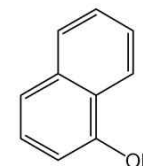
3) **중금속** 이 원료 1.0 g을 온수 30 mL에 넣어 녹이고 염산 3 mL를 넣은 다음 수용상에서 약 5 mL가 될 때까지 증발농축한다. 식힌 다음 물 10 mL를 넣고 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣어 액이 약간 홍색을 나타낼 때까지 암모니아시액을 넣는다. 다음에 묽은초산 2 mL 및 물을 넣어 50 mL로 하여 검액으로 한다. 비교액에는 납표준액 5.0 mL를 넣는다(50 ppm 이하).

정량법 이 원료 약 2 g을 정밀하게 달아 물에 넣어 녹여 250.0 mL로 한다. 이 액 50.0 mL를 취하여 0.1 mol/L 황산제일철암모늄액 50 mL 및 인산 5 mL를 넣은 다음 과량의 황산제일철암모늄액을 0.02 mol/L 과망간산칼륨액으로 적정한다. 같은 방법으로 공시험을 하여 보정한다.

0.1 mol/L 황산제일철암모늄액 1 mL = 13.517 mg $K_2S_2O_8$

저장법 기밀용기

α -나프톨
 α -Naphthol



1-나프톨

α -히드록시나프탈렌

1-히드록시나프탈렌

$C_{10}H_8O$: 144.17

이 원료를 건조한 것은 정량할 때 α -나프톨($C_{10}H_8O$) 95.0 % 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 흰색, 옅은 갈색, 옅은 회적자색 또는 옅은 회자색의 결정성가루 또는 결정성덩어리로서 특이한 냄새가 있다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(0.1 → 1000) 10 mL를 넣을 때 액은 흰색 ~ 옅은 갈색의 혼탁을 생성하고 방치하면 자갈색 ~ 갈색의 침전이 생긴다.

2) 이 원료 및 α -나프톨 표준품 각각 10 mg을 이소프로판올·물·강암모니아수(9 : 3 : 1) 혼합액 1 mL에 녹인 다음 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g을 넣고 흔들어 섞어 검액 및 표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 표준액 1 μ L씩을 박층판위에 점적하고, 헥산·아세톤·클로로포름혼합액(2 : 1 : 1)을 전개용매로 하여 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 발색제로 인몰리브덴산시액을 뿌릴 때 검액 및 표준액에서 얻은 반점의 R_f 값은 같고 단일 청색 ~ 자색의 반점을 나타낸다.

3) 이 원료의 수용액(0.1 → 1000) 10 mL에 황산제이세튬암모늄용액(1 → 100) 1 mL를 넣을 때 액은 백탁하고, 이어 옅은 자색 ~ 자색으로 변한다.

4) 이 원료 25 mg을 물에 넣어 녹여 100 mL로 한다. 이 액 10 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 하여 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 291 ~ 295 nm에서 흡수극대를 나타낸다.

용 점 92 ~ 97 °C(제 1 법)

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.5 g을 에탄올 10 mL에 넣어 녹일 때 액은 무색, 옅은 갈색 또는 옅은 자색이고 거의 맑다.

2) **중금속** 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1방울을 넣어 액이 거의 홍색을 나타

널 때까지 암모니아시액을 넣는다. 다음에 묽은초산 2 mL를 넣고 필요하면 여과하고, 잔류물을 물 10 mL로 씻어 씻은 액은 여액과 합하고 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

3) 철 이 원료 0.5 g을 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 다시 황산을 넣어 적시고 완전히 회화시킨다. 식히고 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣어 수욕상에서 증발건고한 다음 묽은염산 3 방울을 넣어 가운하고 물 25 mL를 넣어 녹인다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철 표준액 2.0 mL를 넣는다(40 ppm 이하).

4) 비소 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 엷은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산화모늄용액 15 mL를 넣고 흰 연기가 날 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 1.0 % 이하(1 g, 실리카겔, 4 시간)

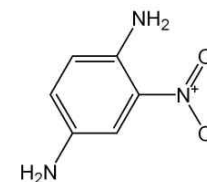
강열잔분 0.3 % 이하(3 g)

정 량 법 이 원료를 건조하여 그 약 0.2 g을 정밀하게 달아 물 100 mL에 넣어 가운하여 녹인 다음 물을 넣어 정확하게 200 mL로 한다. 이 액 20 mL를 정확하게 취하여 요오드병에 넣고 0.1 mol/L 브롬액 25 mL를 정확하게 넣은 다음 염산 5 mL를 넣고 마개를 하고 차광하여 30 분간 때때로 흔들어 섞으면서 방치한다. 요오드화칼륨 용액(1 → 10) 20 mL를 넣어 흔들어 섞은 다음 클로로포름 1 mL를 넣고 흔들어 섞어 유리된 요오드를 0.1 mol/L 치오황산나트륨액으로 적정한다(지시약 : 전분시액 1 mL). 같은 방법으로 공시험을 하여 보정한다.

$$0.1 \text{ mol/L 치오황산나트륨액 } 1 \text{ mL} = 2.4028 \text{ mg } \text{C}_{10}\text{H}_8\text{O}$$

저 장 법 기밀용기

니트로-*p*-페닐렌디아민 Nitro-*p*-Phenylenediamine



o-니트로-*p*-페닐렌디아민

2-니트로-*p*-페닐렌디아민

o-니트로-1,4-페닐렌디아민

니트로-1,4-페닐렌디아민

C₆H₇N₃O₂ : 153.14

이 원료를 건조한 것은 정량할 때 니트로-*p*-페닐렌디아민(C₆H₇N₃O₂) 92.0 % 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 적갈색 ~ 흑갈색 또는 녹색을 띤 흑갈색 가루, 결정 또는 과립상으로 냄새는 거의 없다.

확인시험 1) 이 원료 0.5 g을 물 100 mL에 넣어 녹이고 여과한다. 여액 5 mL에 질산은시액 5 방울을 넣어 가운할 때 액은 적갈색을 내며 혼탁해진다.

2) 이 원료 및 *p*-니트로아닐린 표준품 각각 0.01 g을 이소프로판올·물·강암모니아수 혼합액(9 : 3 : 1) 1 mL에 넣어 녹인 다음 다시 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g을 넣어 흔들어 섞어 검액 및 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 1 μL씩을 박층판에 점적하고, 이소프로필에틸·아세톤·이소프로판올혼합액(10 : 1 : 1)을 전개용매로 하여 박층 크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드·묽은염산 용액(0.5 → 100)을 뿌릴 때 *p*-니트로아닐린 표준품에 대하여 R_s값 0.7 부근에서 적색을 띤 황색 ~ 황갈색의 반점을 나타낸다.

3) 이 원료 1 g을 물 100 mL에 넣어 녹이고 여과한다. 여액 3 mL에 폴푸랄·초산시액 4 방울을 넣을 때 액은 적색을 띤 황색을 나타내며 혼탁해진다.

4) 이 원료 0.1 g을 물 100 mL에 넣어 녹이고 여과한다. 이 액 1.0 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 240 ± 2 nm에서 흡수극대를 나타낸다.

용 점 134 ~ 140 °C(제 1 법)

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.1 g을 에탄올 20 mL에 넣어 녹일 때 액은 적색 ~ 암적갈색을 나타내며 거의 맑다.

2) 중금속 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣고 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 엷은 황색이 될 때까지 가열한

다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 옅은 적색이 될 때까지 천천히 넣고 묽은초산 2 mL를 넣고 필요하면 여과한다. 잔류 물을 물 10 mL로 씻어 씻은 액은 여액과 합하고 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

3) 철 이 원료 0.4 g을 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 거의 회화 또는 휘산시킨 다음에 황산을 넣어 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣고 수욕상에서 증발건고한다. 잔류물에 묽은염산 3 방울을 넣어 가온하고 물 25 mL를 넣어 녹이고 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(50 ppm 이하).

4) 비소 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣고 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산암모늄용액 15 mL를 넣고 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 1.0 % 이하(1.5 g, 105 °C, 2 시간)

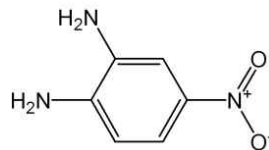
강열잔분 1.0 % 이하(2 g, 제 1 법)

정량법 이 원료를 건조하고 약 90 mg을 정밀하게 달아 아연가루 2 g, 물 15 mL 및 염산 15 mL에 넣고 조심하여 증발건고한다. 식힌 다음 질소정량법 제 2 법에 따라 시험한다.

$$0.05 \text{ mol/L 황산 } 1 \text{ mL} = 5.105 \text{ mg } \text{C}_6\text{H}_7\text{N}_3\text{O}_2$$

저장법 기밀용기

p-니트로-*o*-페닐렌디아민
p-Nitro-*o*-Phenylenediamine



4-니트로-*o*-페닐렌디아민

4-니트로-1,2-페닐렌디아민

$\text{C}_6\text{H}_7\text{N}_3\text{O}_2$: 153.14

이 원료를 건조한 것은 정량할 때 *p*-니트로-*o*-페닐렌디아민($\text{C}_6\text{H}_7\text{N}_3\text{O}_2$) 95.0 % 이상을 함유한다.

성상 이 원료는 적갈색의 가루 또는 결정으로서 냄새는 거의 없다.

확인시험 1) 이 원료 0.5 g을 물 100 mL에 넣어 녹인 다음 여과하고 이 여액 3 mL에 풀푸랄·초산시액 4 방울을 넣을 때 액은 황적색을 나타낸다.

2) 이 원료 및 *p*-니트로아닐린 표준품 각 10 mg을 이소프로판올·물·강암모니아수 혼합액(9 : 3 : 1) 1 mL에 넣어 녹인 다음 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g을 넣어 흔들어 섞어 검액 및 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 1 μ L씩을 박층판에 점적하고, 이소프로필에텔·아세톤·이소프로판올 혼합액(10 : 1 : 1)을 전개 용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드·묽은염산용액(1 → 200)을 뿌릴 때 *p*-니트로아닐린 표준품에 대하여 상대 R_f값 0.7 부근에서 옅은 적황색 ~ 황색의 반점을 나타낸다.

3) 이 원료 0.1 g을 물 100 mL에 넣어 녹이고 필요하면 여과한다. 이 액 1 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 자외부흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 268 ± 2 nm에서 흡수극대를 나타낸다.

용점 198 ~ 206 °C(제 1 법)

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.1 g을 묽은에탄올 20 mL에 넣어 가온하여 녹일 때 액은 적색이며 거의 맑다.

2) 철 이 원료 0.4 g을 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 황산을 넣어 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣고 수욕상에서 증발건고한다. 잔류물에 묽은염산 3 방울을 넣어 가온하고 물 25 mL를 넣어 녹인다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(50 ppm 이하).

3) 중금속 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣고 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 옅은 적색이 될 때까지 천천히 넣고 묽은초산 2 mL를 넣어 필요하면 여과한다. 잔류 물을 물 10 mL로 씻고 여액과 씻은 액을 네슬러관에 넣어 물을 넣어 50 mL로 하여 검액으로 한다. 단, 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

4) 비소 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣고 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산암모늄용액 15 mL를 넣고 흰연기가 발생할 때까지 가열하고 식힌

다음 여기에 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 2.0 % 이하(1.5 g, 105 °C, 2 시간)

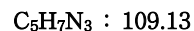
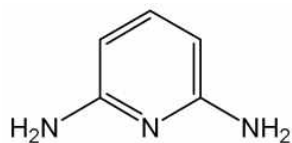
강열잔분 1.0 % 이하(2 g)

정량법 이 원료를 105 °C에서 2 시간 건조하고 그 약 90 mg을 정밀하게 달아 아연 가루 2 g, 물 15 mL 및 염산 15 mL에 넣어 조심하여 증발건고한다. 식힌 다음 질소정량법 제 2 법에 따라 시험한다.

$$0.05 \text{ mol/L 황산 } 1 \text{ mL} = 5.105 \text{ mg } \text{C}_5\text{H}_7\text{N}_3\text{O}_2$$

저장법 기밀용기

2, 6-디아미노피리딘 2,6-Diaminopyridine



이 원료를 건조한 것은 정량할 때 2,6-디아미노피리딘($\text{C}_5\text{H}_7\text{N}_3$) 93.0 % 이상을 함유한다.

성상 이 원료는 갈색 ~ 흑색의 결정성 가루로 약간 특이한 냄새가 있다.

확인시험 1) 이 원료의 에탄올용액(1 → 1000) 10 mL에 염화제이철시액·페리시안화칼륨시액혼합액(1 : 1) 1 방울을 넣을 때 액은 바로 진한 청색 ~ 진한 청록색을 나타내며 혼탁하다.

2) 이 원료 50 mg을 에탄올에 넣어 녹여 100 mL로 한다. 이 액 5 mL를 취하여 에탄올을 넣어 500 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 $309 \pm 2 \text{ nm}$ 및 $245 \pm 2 \text{ nm}$ 에서 흡수극대를 나타낸다.

3) 이 원료 및 염산 *m*-페닐렌디아민 표준품 각 10 mg을 이소프로판올·물·강암모니아수(9 : 3 : 1) 혼합액 1 mL에 넣어 녹인 다음 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g을 넣어 흔들어 섞어 검액 및 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 1 μL 씩을 박층판에 점적

하고 초산에칠·메탄올·물혼합액(50 : 10 : 8)을 전개용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메틸아미노벤즈알데히드·묽은염산용액(1 → 200)을 뿌릴 때 염산 *m*-페닐렌디아민 표준품에 대하여 R_f 값 0.7 부근에서 등색의 반점을 나타낸다.

용점 109 ~ 122 °C(제 1 법)

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.1 g을 묽은초산(18 → 100) 100 mL에 넣어 녹일 때 액은 어두운 황녹갈색이고 맑다.

2) 철 이 원료 1.0 g을 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 다시 황산을 넣어 적시고 완전히 회화시킨다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣어 수용상에서 증발건고한다. 잔류물에 묽은염산 3 방울을 넣고 가온하고 물 25 mL를 넣어 녹인다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

3) 중금속 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣고 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열하고 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 옅은 적색이 될 때까지 천천히 넣고 묽은초산 2 mL를 넣고 필요하면 여과한다. 잔류물을 물 10 mL로 씻고 여액과 씻은 액을 네슬러관에 넣어 물을 넣어 50 mL로 하여 검액으로 하여 시험한다. 단, 비교액에는 납표준액 1.0 mL를 넣는다(10 ppm 이하).

4) 비소 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산화암모늄용액 15 mL를 넣고 흰 연기가 발생할 때까지 가열하고 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 2.0 % 이하(2 g, 실리카겔, 4 시간)

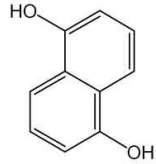
강열잔분 1.5 % 이하(1 g)

정량법 이 원료를 건조하고 약 60 mg을 정밀하게 달아 질소정량법 제 2 법에 따라 시험한다.

$$0.05 \text{ mol/L 황산 } 1 \text{ mL} = 3.6377 \text{ mg } \text{C}_5\text{H}_7\text{N}_3$$

저장법 기밀용기

1,5-디히드록시나프탈렌 1,5-Dihydroxynaphthalene



1,5-나프탈렌디올

$C_{10}H_8O_2$: 160.17

성 상 이 원료는 옅은 갈색 또는 회갈색의 가루로서 약간 특이한 냄새가 있다.

확인시험 1) 이 원료의 에탄올용액(1 → 1000) 10 mL에 염화제이철시액 3 방울을 넣을 때 액은 녹색을 나타낸다.

2) 이 원료 20 mg을 에탄올 100 mL에 넣어 녹이고, 이 액 10 mL를 취하여 에탄올에 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 331 ± 2 nm, 317 ± 2 nm 및 299 ± 2 nm에서 흡수극대를 나타낸다.

3) 이 원료 및 *a*-나프톨 표준품 각 10 mg을 이소프로판올·물·강암모니아수(9 : 3 : 1) 혼합액 1 mL에 넣어 녹인 다음 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g을 넣어 흔들어 섞어 검액 및 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 1 μL씩을 박층판에 점적하고 hexan·아세톤·클로로포름혼합액(2 : 1 : 1)을 전개 용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 인몰리브덴산시액을 뿌릴 때 *a*-나프톨 표준품에 대하여 Rs 값 0.6 부근에서 회청색 ~ 청색의 반점을 나타낸다.

용 점 257 ~ 261 °C(제 1 법)

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.1 g을 에탄올 10 mL에 넣어 녹일 때 액은 옅은 갈색이 되며 맑다.

2) 철 이 원료 0.5 g을 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 다시 황산을 넣어 적시고 완전히 회화시킨다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣어 수욕상에서 증발건고 시킨다. 잔류물에 묽은염산 3 방울을 넣어 가온하고 물을 넣어 녹이고 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 검액 10.0 mL를 취하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(0.02 % 이하).

3) 납 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(20 ppm 이하).

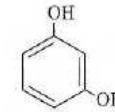
4) 비소 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣고 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한 다음 식히고 포화수산암모늄용액 15 mL를 넣어 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 1.0 % 이하(1 g, 105 °C, 2 시간)

강열잔분 1.0 % 이하(1 g)

저장법 기밀용기

레조시놀 Resorcinol



레소르시놀

레소르신

$C_6H_6O_2$: 110.111

이 원료를 건조한 것은 정량할 때 레조시놀($C_6H_6O_2$) 99.0 % 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 백색의 가루로, 조금 특이한 냄새가 있다.

확인시험 1) 이 원료 0.1 g에 수산화나트륨시액 2 mL를 가해 녹이고, 클로로포름 1 방울을 가해 가열할 때, 액은 진한 홍색을 나타내고, 여기에 다시 염산을 적가할 때 액은 옅은 황갈색을 나타낸다.

2) 이 원료의 수용액(1 → 200) 10 mL에 염화제이철시액 3 방울을 가할 때, 액은 청색을 띤 자색을 나타내며, 여기에 다시 암모니아시액을 적가할 때 액은 갈색을 띤 황색을 나타낸다.

용 점 109 ~ 112 °C(제 1 법)

순도시험 1) 액성 이 원료의 수용액(1 → 20) 5 mL에 메틸올렌지시액 1 방울을 가할 때, 액은 황색 ~ 등색을 나타낸다.

2) 페놀 이 원료의 수용액(1 → 20) 5 mL를 가만히 가열할 때, 페놀 고유의 냄새가 나지 않는다.

3) 카테콜 이 원료의 수용액(1 → 20) 10 mL에 묽은초산 2 방울 및 초산납시액 0.5 mL를 가할 때, 액은 혼탁하지 않는다.

4) **중금속** 이 원료 1.0 g을 취해 제 2 법에 따라 조작하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다.(20 ppm 이하)

5) **비소** 이 원료 1.0 g을 취해 제 3 법에 따라 검액을 조제하여 시험한다.(2 ppm 이하).

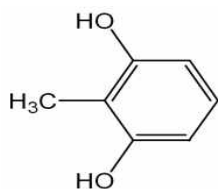
건조감량 1.0 % 이하(1.5 g, 실리카겔, 4 시간)

강열잔분 0.05 % 이하(2 g)

정량법 이 원료를 건조하여 그 약 0.3 g을 정밀하게 달아 물을 가해 녹이고 100 mL로 한다. 이 액 25 mL를 요오드병에 취하여 정확하게 0.05 mol/L 브롬액 50 mL, 물 50 mL 및 염산 5 mL를 가해 곧바로 마개를 하고 1 분간 잘 흔들어 섞고 2 분간 방치한다. 다음에 요오드화칼륨시액 5 mL를 가해 잘 흔들어 섞어 냉암소에 5 분간 방치한 후, 마개 및 요오드병 내벽의 부착물을 물 20 mL로 씻어 합하고, 유리된 요오드를 0.1 mol/L 치오황산나트륨액으로 적정한다(지시약 : 전분시액 1 mL). 같은 방법으로 공시험을 실시한다.

$$0.05 \text{ mol/L 브롬액 } 1 \text{ mL} = 1.8352 \text{ mg C}_6\text{H}_6\text{O}_2$$

2-메틸레조시놀 2-Methylresorcinol



2-메틸레조시놀

$\text{C}_7\text{H}_8\text{O}_2$: 124.14

이 원료를 건조한 것은 정량할 때 2-메틸레조시놀($\text{C}_7\text{H}_8\text{O}_2$) 94.0 % 이상을 함유한다.

성상 이 원료는 회백색 ~ 회갈색의 미세한 가루로 약간의 특이한 냄새가 있다.

확인시험 1) 이 원료 0.1 g을 에탄올 10 mL에 넣어 녹이고 이 액 10 μL 를 박층판에 점적하고 초산에칠 · 피리딘 · 물혼합액(70 : 25 : 25)을 전개용매로 하여 박층크로마토

그래프법에 따라 시험한다. 약 10 cm 전개하여 박층판을 꺼내어 바람에 말린 다음 관찰할 때 R_f 값 0.77 부근에 갈색의 반점을 나타낸다.

2) 이 원료 0.1 g을 에탄올 10 mL에 넣어 녹이고 이 액 10 μL 를 박층판에 점적하고 톨루엔 · 무수초산 · 물혼합액(50 : 50 : 5)을 전개용매로 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 약 10 cm 전개하여 박층판을 꺼내어 바람에 말린 다음 관찰할 때 R_f 값 0.40부근에 갈색의 반점을 나타낸다.

용점 110 ~ 120 °C(제 1 법)

순도시험 1) **용해상태** 이 원료 0.1 g을 에탄올 10 mL에 넣어 녹일 때 액은 맑다.

2) **납** 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(5 ppm 이하).

3) **철** 이 원료 1.0 g을 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 다시 황산을 넣어 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣어 수욕상에서 증발건고한 다음 묽은염산 3 방울을 넣어 가운하고 물을 넣어 50.0 mL로 한다. 이 액 10 mL를 취하여 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(100 ppm 이하).

4) **비소** 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산암모늄용액 15 mL를 넣어 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 3.0 % 이하(1 g, 황산, 4 시간)

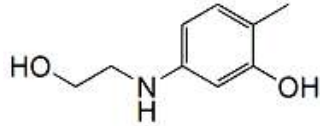
강열잔분 1.0 % 이하(2 g, 제 1 법)

정량법 이 원료를 건조하고 약 0.6 g을 정밀하게 달아 물에 넣어 녹여 100.0 mL로 한다. 이 액 15.0 mL 및 0.05 mol/L 브롬액 50.0 mL를 취하여 250 mL 요오드병에 넣는다. 물 20 mL 및 염산 5 mL를 넣고 곧 마개를 하여 흔들어 섞은 다음 2 분간 방치한다. 다음에 요오드화칼륨시액 5 mL를 넣고 마개를 하여 가만히 흔들어 섞고 5 분간 방치한다. 요오드병의 마개를 열고 물 20 mL로 마개와 병목을 씻어 넣고 0.1 mol/L 치오황산나트륨액으로 적정한다(지시약 : 전분시액 1 mL). 다만 적정의 종말점은 액의 청색이 없어질 때로 한다. 같은 방법으로 공시험을 하여 보정한다.

$$0.05 \text{ mol/L 브롬액 } 1 \text{ mL} = 2.069 \text{ mg C}_7\text{H}_8\text{O}_2$$

저장법 기밀용기

2-메틸-5-히드록시에틸아미노페놀
2-Methyl-5-Hydroxyethylaminophenol



5-(2-히드록시에틸아미노)-2-메틸페놀
 2-메틸-5-히드록시에틸아미노페놀

C₉H₁₃NO₂ : 167.21

이 원료를 건조한 것은 정량할 때 2-메틸-5-히드록시에틸아미노페놀(C₉H₁₃NO₂) 93.0 % 이상을 함유한다.

성상 이 원료는 갈색의 과립상의 가루로 냄새는 없다.

확인시험 1) 이 원료의 에탄올용액(1 → 1000)에 묽은염화제이철시액 3 방울을 넣을 때 액은 옅은 황색을 나타낸다.

2) 이 원료 30 mg을 에탄올에 넣어 녹여 100 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 에탄올을 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 207 ± 2 nm, 242 ± 2 nm 및 295 ± 2 nm에서 흡수극대를 나타낸다.

용점 86 ~ 90 °C(제 1 법)

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.1 g을 에탄올 10 mL에 넣어 녹일 때 액은 옅은 갈색이며 맑다.

2) 납 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(20 ppm 이하).

3) 철 이 원료 0.1 g을 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 다시 황산을 넣어 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣어 수용상에서 증발건고한 다음 묽은염산 3 방울을 넣어 가온하고 물 25 mL를 넣어 녹인다. 이 액을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(0.02 % 이하).

4) 비소 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때

로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산화암모늄용액 15 mL를 넣어 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 1.0 % 이하(1 g, 105 °C, 2 시간)

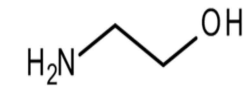
강열잔분 2.0 % 이하(1 g)

정량법 이 원료를 건조하여 약 0.15 g을 정밀하게 달아 질소정량법 제 2 법에 따라 시험한다.

0.05 mol/L 황산 1 mL = 16.72 mg C₉H₁₃NO₂

저장법 기밀용기

모노에탄올아민
Monoethanolamine



2-아미노에탄올

C₂H₇NO 61.08

이 원료는 정량할 때 모노에탄올아민(C₂H₇NO) 98.0 ~ 100.5 %를 함유한다.

확인시험 이 원료 및 모노에탄올 표준품을 가지고 적외부스펙트럼측정법의 브롬화칼륨 정제법에 따라 시험할 때 같은 파수에서 같은 강도의 흡수를 나타낸다.

강열잔분 0.1 % 이하 (1 g)

비중 d_{20}^{20} : 1.013 - 1.016

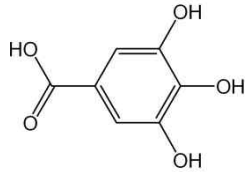
중류시험 167 ~ 173 °C, 95 vol% 이상.

정량법 이 원료 약 1 g을 정밀하게 달아 물 25 mL를 넣어 녹이고 0.5 mol/L 염산으로 적정한다 (지시약 : 브롬크레솔그린· 메틸레드 시액 (5:6)).

0.5 mol/L 염산 1 mL = 61.08 mg C₂H₇NO

저 장 법 차광한 기밀용기

몰식자산
Gallic Acid



갈르산
3,4,5-트리히드록시안식향산
갈루스산

C₇H₆O₅·H₂O : 188.14

성 상 이 원료는 흰색 ~ 옅은 황백색의 침상결정 또는 가루로서 냄새는 없다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 1000) 5 mL에 염화제이철시액 5 방울을 넣을 때 액은 청흑색을 나타낸다.

2) 이 원료 0.5 g을 물 10 mL에 넣어 흔들어 섞은 다음 여과한다. 여액 5 mL에 질산은암모니아시액 5 방울을 넣을 때 액은 은경 또는 흑갈색의 침전을 나타낸다.

순도시험 1) 용해상태 이 원료 1.0 g을 열탕 20 mL에 넣어 녹일 때 액은 무색 ~ 옅은 황색이며 거의 맑다.

2) 황산염 이 원료 1.0 g을 물 20 mL에 넣고 약 1 분간 흔들어 섞은 다음 여과한다. 여액 5 mL에 묽은 염산 1 mL 및 물을 넣어서 50 mL로 한다. 이 액을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 0.005 mol/L 황산 0.20 mL를 넣는다(0.02 % 이하).

3) 탄닌산 2)의 여액 5 mL에 젤라틴 시액 3 방울 또는 알부민시액 3 방울을 넣을 때 액은 침전이 생기지 않는다.

4) 중금속 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 옅은 적색이 될 때까지 천천히 넣고 묽은 초산 2 mL를 넣고 필요하면 여과하여 물 10 mL로 씻고 여액과 씻은 액을 네슬러관에 넣어 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을

검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

5) 비소 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어서 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산화납용액 15 mL를 넣어 흰 연기가 날 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 10.0 % 이하(1 g, 105 °C, 2 시간)

강열잔분 0.1 % 이하(1 g, 제 2 법)

저 장 법 기밀용기

수산화나트륨
Sodium Hydroxide

소듐하이드록사이드

NaOH : 40.00

이 원료는 정량할 때 총알칼리(NaOH로서) 95.0 % 이상을 함유하며 이중 탄산나트륨(Na₂CO₃ : 105.99)는 3.0 % 이하이다.

성 상 이 원료는 백색의 소구상(小球狀), 박편상(薄片狀), 봉상(棒狀) 또는 덩어리로 단단하고 부스러지기 쉬우며 단면(斷面)은 결정성이다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 500)은 강한 알칼리성이다.

2) 이 원료의 수용액(1 → 25)은 나트륨염의 정성반응을 나타낸다.

순도시험 1) 용해상태 이 원료 1.0 g 물 20 mL를 넣어 녹일 때 무색이며 맑다.

2) 염화물 이 원료 1.0 g에 물을 넣어 녹이고 100 mL로 한다. 이 액 25 mL를 취하여 묽은질산 10 mL 및 물을 넣어 50 mL로 하고 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 0.01 mol/L 염산 0.7 mL를 넣는다(0.1 % 이하).

3) 중금속 이 원료 1.0 g에 물 5 mL를 넣어 녹이고 묽은염산 11 mL를 넣어 수용중에서 증발건고한다. 잔류물에 물 35 mL 및 묽은초산 2 mL를 넣어 녹이고 다시 물을 넣어 50 mL로 하고 이것을 검액으로 한다. 비교액에는 납표준액 3.0 mL를 넣는다. 검액 및 비교액에 황화나트륨시액 1방울씩을 넣어 흔들어 섞고 5 분간 방치한 다음 각 관을 백색을 배경으로 하여 위 또는 옆에서 관찰하여 액의 색을 비교한다. 검액이 나타내는 색은 비교액이 나타내는 색보다 진하지 않다(30 ppm 이하).

4) 칼륨 이 원료 0.5 g에 물 10 mL를 넣어 녹이고 초산 4 mL를 넣고 아질산코발트나트륨시액 3 ~ 5 방울을 넣을 때 침전이 생기지 않는다.

정 량 법 이 원료 약 1.0 g을 정밀하게 달아 새로 끓여 식힌 물 약 100 mL에 녹이고

15 ℃로 식힌 다음 페놀프탈레인시액 2 방울을 넣고 0.5 mol/L 황산으로 적정하여 액의 홍색이 없어질 때 황산의 양을 기록한다. 이 액에 브롬페놀블루시액 3방울을 넣고 다시 1 mol/L 염산으로 액의 청자색이 지속하는 황색으로 될 때까지 적정한다. 0.5 mol/L 황산의 총량에서 총알칼리(NaOH로서)의 양을 구하고 지시약이 다른 것에 따른 0.5 mol/L 황산의 소비량의 차로부터 탄산나트륨(Na₂CO₃)의 양을 구한다.

$$0.5 \text{ mol/L 황산 } 1 \text{ mL} = 40.00 \text{ mg NaOH}$$

$$0.5 \text{ mol/L 황산 } 1 \text{ mL} = 105.99 \text{ mg Na}_2\text{CO}_3$$

스테아트리모늄염화물 Steartrimonium Chloride

스테아트리모늄클로라이드
염화스테아릴트리메틸암모늄
Stearyltrimethylammonium Chloride

이 원료는 주로 염화스테아릴트리메틸암모늄으로 된 양이온계면활성제로 보통 이소프로판올, 에탄올, 물 또는 이들의 혼합액을 함유한다. 이 원료는 정량할 때 표시량의 90.0 ~ 110.0 %에 해당하는 스테아트리모늄염화물(C₂₁H₄₆ClN : 348.05)를 함유한다.

성상 이 원료는 백색 ~ 옅은 황색의 액 또는 바셀린과 같은 물질로 특이한 냄새가 있다.

확인시험 1) 이 원료의 표시량에 따라 스테아트리모늄염화물 5 g에 해당하는 양을 달아 물 100 mL를 넣어 가온할 때 맑게 녹는다.

2) 이 원료 0.1 g을 달아 클로로포름 5 mL 및 브롬페놀블루·수산화나트륨시액(0.05 mol/L 수산화나트륨액 3 mL에 브롬페놀블루 0.1 g을 넣어 잘 흔들어 섞고 물을 넣어 25 mL로 한다.) 5 mL를 넣고 세게 흔들어 섞을 때 분리된 클로로포름층은 청색을 나타낸다.

3) 이 원료 1 g에 에탄올 20 mL를 넣고 가열하여 녹일 때 액은 염화물의 정성반응 2)를 나타낸다.

순도시험 1) 액성 이 원료의 표시량에 따라 스테아트리모늄염화물 0.1g에 해당하는 양을 달아 새로 끓여 식힌 물을 넣어 가온하여 녹이고 10 mL로 한 액에 치몰블루시액 2방울을 넣을 때 액은 황색을 나타낸다.

2) 암모늄염 이 원료 0.1 g을 달아 물 5 mL를 넣어 가온하여 녹이고 수산화나트륨시액 3 mL를 넣어 끓일 때 발생하는 가스는 물에 적신 적색리트머스시험지를 청색으로 변화시키지 않는다.

3) 중금속 이 원료 1.0 g을 달아 제 2 법에 따라 조작하여 시험한다. 비교액에는 납 표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

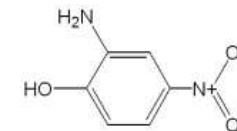
4) 비소 이 원료 1.0 g을 달아 제 3 법에 따라 조작하여 시험한다(2 ppm 이하).

강열잔분 0.5 % 이하(스테아트리모늄염화물 약 1.0 g에 해당하는 양, 450 ~ 550 ℃)

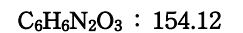
정량법 이 원료의 표시량에 따라 스테아트리모늄염화물 약 1.0g에 해당하는 양을 정밀하게 달아 에탄올 10 mL 및 물 50 mL를 넣어 가온하여 녹이고 200 mL의 메스플라스크에 넣어 초산나트륨 25g 및 초산 22 mL에 물을 넣어 100 mL로 한 액 8 mL를 넣고 다시 잘 흔들어 섞으면서 정확하게 0.05 mol/L 페리시안화칼륨액 50 mL를 넣고 물을 넣어 200 mL로 하여 다시 잘 흔들어 섞고 1 시간 방치한다. 건조여과지를 써서 여과하고 처음 여액 20 mL를 버리고 다음 여액 100 mL를 정확하게 취하여 250 mL 요오드병에 넣고 요오드화칼륨시액 10 mL 및 묽은염산 10 mL를 넣어 흔들어 섞고 1 분간 방치한다. 여기에 황산아연용액(1→10) 10 mL를 넣고 잘 흔들어 섞고 5 분간 방치한 다음 유리된 요오드를 0.1 mol/L 치오황산나트륨액으로 적정한다(지시약 : 전분시액 2 mL). 같은 방법으로 공시험을 하여 보정한다.

$$0.05 \text{ mol/L 페리시안화칼륨액 } 1 \text{ mL} = 52.21 \text{ mg C}_{21}\text{H}_{46}\text{ClN}$$

2-아미노-4-니트로페놀 2-Amino-4-nitrophenol



4-니트로-*o*-아미노페놀, 2-아미노-*p*-니트로페놀
o-아미노-*p*-니트로페놀, 4-니트로-2-아미노페놀
p-니트로-*o*-아미노페놀



이 원료를 건조한 것은 정량할 때 2-아미노-4-니트로페놀(C₆H₆N₂O₃) 90.0 % 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 황색 ~ 황갈색의 가루로서 약간 특이한 냄새가 있다.

확인시험 1) 이 원료 0.1 g을 물 10 mL에 넣어 녹이고 여과한다. 여액 10 mL에 염화제이철시액 1 방울을 넣을 때 액은 적갈색 ~ 갈색을 나타낸다.

2) 1)의 여액 10 mL에 묽은염산 1 mL를 넣을때 액은 약간의 황색을 나타낸다. 또 1)의 여액 10 mL에 탄산나트륨시액 1 mL를 넣을때 액은 적색을 나타낸다.

3) 이 원료 및 *p*-니트로아닐린 표준품 각 10 mg을 이소프로판올·물·강암모니아수(9:3:1) 혼합액 1 mL에 넣어 녹인다음 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g을 넣어 흔들어 섞어 검액 및 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 1 μL씩을 박층판에 점적하고 이소프로필에칠·아세톤·이소프로판올(10:1:1) 혼합액을 전개용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드·묽은염산용액(1 → 200)을 뿌릴 때 *p*-니트로아닐린 표준품에 대하여 Rs 값 1.0 부근에서 황색의 반점을 나타낸다.

4) 이 원료 25 mg을 0.1 mol/L 염산 100 mL에 넣어 녹인다. 이 액 3 mL를 취하여 0.1 mol/L 염산을 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 224 ± 2 nm 및 307 ± 2 nm에서 흡수극대를 나타낸다.

용 점 141 ~ 143 °C(제 1 법)

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.1 g을 묽은염산 10 mL에 넣어 녹일때 액은 옅은 자갈색 ~ 옅은 갈색이며 거의 맑다.

2) **철** 이 원료 1.0 g을 정밀하게 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 황산을 넣어 적시고 다시 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣어 수욕상에서 증발건고한다. 잔류물에 묽은 염산 3 방울을 넣어 가온하고 물 25 mL를 넣어 녹인다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철 표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

3) **중금속** 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될때까지 가열한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 옅은 적색이 될 때까지 천천히 넣고 필요하면 여과한다. 잔류물을 물 10 mL로 씻고 여액과 씻은 액을 네슬러관에 넣고 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

4) **비소** 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣고 가만히 가열한다. 때때

로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산화암모늄용액 15 mL를 넣고 환원기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 1.5 % 이하(1 g, 실리카겔, 4 시간)

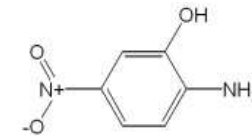
강열잔분 1.0 % 이하(1 g)

정 량 법 이 원료를 건조하고 약 14 mg을 정밀하게 달아 아연가루 2 g, 물 15 mL 및 염산 15 mL를 넣어 조심하여 증발건고한다. 식힌 다음 질소정량법 제 2 법에 따라 시험한다.

$$0.05 \text{ mol/L 황산 } 1 \text{ mL} = 7.707 \text{ mg } \text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_3$$

저 장 법 기밀용기

2-아미노-5-니트로페놀 2-Amino-5-nitrophenol



5-니트로-*o*-아미노페놀, 5-니트로-2-아미노페놀

C₆H₆N₂O₃ : 154.13

이 원료를 건조한 것은 정량할 때 2-아미노-5-니트로페놀(C₆H₆N₂O₃) 90.0 % 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 황색 ~ 황갈색 결정성가루로서 냄새는 거의 없다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 2500) 10 mL에 염화제이철시액 5 방울을 넣을 때 액은 등색 ~ 황갈색을 나타낸다.

2) 이 원료의 수용액(1 → 2500) 10 mL에 인몰리브덴산용액(1 → 100) 0.5 mL를 넣을 때 액은 녹색을 띤 황색 ~ 황색을 나타내며 강암모니아수 3 방울을 넣을 때 액은 등색 ~ 적색을 나타낸다.

3) 이 원료 및 *p*-니트로아닐린 표준품 각 10 mg을 이소프로판올·물·강암모니아수

(9 : 3 : 1) 혼합액 1 mL에 넣어 녹인 다음 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g을 넣어 흔들어서 섞어 검액 및 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 1 μ L씩을 박층판에 점적하고 이소프로필에틸·아세톤·이소프로판올(10 : 1 : 1) 혼합액을 전개용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메틸아미노벤즈알데히드·붉은염산용액(1 → 200)을 뿌릴때 *p*-니트로아닐린 표준품에 대하여 Rs 값 1.0 부근에서 등색의 반점을 나타낸다.

4) 이 원료 25 mg을 정밀하게 달아 0.1 mol/L 염산 100 mL에 넣어 녹인 다음 이 액 5 mL를 취하여 0.1 mol/L 염산을 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 228 ± 2 nm 및 263 ± 2 nm에서 흡수극대를 나타낸다.

용 점 191 ~ 206 °C(제 1 법)

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.1 g을 에탄올 10 mL에 넣어 녹일 때 액은 적색을 띠는 황색 ~ 적갈색을 나타내며 거의 맑다.

2) **철** 이 원료 1.0 g을 정밀하게 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 되도록 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 다시 황산을 넣어 적시고 완전히 회화시킨다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣어 수욕상에서 증발건고한 다음 붉은염산 3 방울을 넣어 가온하고 물 25 mL를 넣어 녹인다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

3) **중금속** 이 원료 1.0 g을 정밀하게 달아 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 엷은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 엷은 적색이 될 때까지 천천히 넣고 필요하면 여과한다. 잔류물을 물 10 mL로 씻고 여액과 씻은 액을 네슬러관에 넣어 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 3.0 mL를 넣는다(30 ppm 이하).

4) **비소** 이 원료 1.0 g을 정밀하게 달아 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣고 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 엷은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산화납용액 15 mL를 넣고 환원기가 발생할 때까지 가열하고 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 0.5 % 이하(1 g, 105 °C, 2 시간)

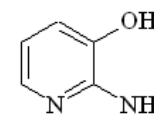
강열잔분 0.1 % 이하(2 g)

정 량 법 이 원료를 건조하여 약 0.14 g을 정밀하게 달아 아연가루 2 g, 물 15 mL 및 염산 15 mL를 넣어 조심하면서 증발건고한다. 식힌 다음 질소정량법 제 1 법에 따라 시험한다.

0.05 mol/L 황산 1 mL = 7.707 mg C₅H₆N₂O₃

저 장 법 기밀용기

2-아미노-3-히드록시피리딘 2-Amino-3-hydroxypyridine



C₅H₆N₂O : 110.12

이 원료는 정량할 때 환산한 무수물에 대하여 2-아미노-3-히드록시피리딘(C₅H₆N₂O : 110.12) 98.5 ~ 101.0 % 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 엷은 회색을 띤 결정성 가루이며 약하게 특이한 냄새가 있다.

확인시험 1) 이 원료를 건조하여 적외부스펙트럼측정법 브롬화칼륨 정제법에 따라 측정할 때 파수 3437 cm⁻¹, 3346 cm⁻¹, 3042 cm⁻¹, 2520 cm⁻¹, 1643 cm⁻¹, 1575 cm⁻¹, 1474 cm⁻¹, 1203 cm⁻¹, 783 cm⁻¹, 746 cm⁻¹ 부근에서 흡수를 나타낸다.

2) 이 원료 약 1 mg을 에탄올 100 mL에 녹인 액을 가지고 자외가시부흡광도 측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 300 nm 및 234 nm에서 흡수극대를 나타낸다.

용 점 170 ~ 176 °C

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.1 g을 물 10 mL에 넣어 녹이고 녹일 때 액은 맑고 무색이다.

2) **유연물질** 이 원료 0.1 g을 정밀하게 달아 에탄올 10 mL에 넣어 녹이고 이 액을 검액으로 한다. 이 액 1 mL를 정확하게 취하여 에탄올(95)을 넣어 정확하게 100 mL로 하여 표준액으로 한다. 검액 및 표준액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 표준액 5 μ L씩을 박층크로마토그래프용실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 초산에칠을 전개용매로 하여 점적한 곳으로부터 약 12 cm 전개한 다음 박층판을 전개용매 냄새가 나지 않을 때까지 건조한다. 여기에 발색제로 4-니트로

벤젠디아조늄클로라이드시액을 고르게 뿌릴 때 검액에서 얻은 주 반점 이외의 반점은 표준액에서 얻은 반점보다 진하지 않다.

3) 중금속 이 원료 1.0 g을 달아 제 2 법에 따라 조작하여 시험한다. 비교액에는 납 표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

4) 비소 이 원료 1.0 g을 달아 제 3 법에 따라 조작하여 시험한다(2 ppm 이하).

수 분 1.5 % 이하(2 g).

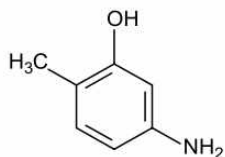
강열잔분 1.0 % 이하(2 g).

정 량 법 이 원료 약 100 mg을 정밀하게 달아 초산 70 mL에 녹여 0.1 mol/L 과염소산액으로 적정한다(적정종말점검출법 전위차적정법). 같은 방법으로 공시험을 하여 보정한다.

0.1 mol/L 과염소산액 1 mL = 11.01 mg C₅H₆N₂O

5-아미노-*o*-크레솔

5-Amino-*o*-Cresol



4-아미노-2-히드록시톨루엔

C₇H₉NO : 123.15

이 원료를 건조한 것은 정량할 때 5-아미노-*o*-크레솔(C₇H₉NO) 95.0 % 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 황갈색 ~ 갈색의 결정성가루 또는 과립으로서 냄새는 거의 없다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 1000) 10 mL에 염화제이철시액 5 방울을 넣을 때 액은 황갈색을 나타낸다.

2) 이 원료의 수용액(1 → 1000) 10 mL에 질산은시액 5 방울을 넣을 때 액은 회황록색을 나타내며 흑색의 침전이 생긴다.

3) 이 원료 0.5 g을 물 50 mL에 넣어 수욕상에서 가온하면서 잘 흔들여 녹이고 식힌 다음 여과한다. 여액 3 mL에 폴푸탈·초산시액 4 방울을 넣을 때 액은 적색을 띠는 황색을 나타내고 방치하면 적색 침전이 생긴다.

4) 이 원료 50 mg을 물 250 mL에 넣어 녹인 다음 여과한다. 여액 10 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 287 ± 2 nm에서 흡수극대를 나타낸다.

5) 이 원료 및 *p*-니트로아닐린 표준품 각 10 mg을 이소프로판올·물·강암모니아수(9 : 3 : 1) 혼합액 1 mL에 넣어 녹인 다음 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g을 넣어 흔들여 섞어 검액 및 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 1 μL씩을 박층판에 점적하고 이소프로필에테르·아세톤·이소프로판올혼합액(10 : 1 : 1)을 전개용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드·묽은염산용액(1 → 200)을 뿌릴 때 *p*-니트로아닐린 표준품에 대하여 Rs 값 0.7 부근에서 황색 반점을 나타낸다.

용 점 156 ~ 162 °C(제 1 법)

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.5 g을 묽은염산 10 mL에 넣어 녹일 때 액은 황갈색이며 거의 맑다.

2) 중금속 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣고 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 옅은 적색이 될 때까지 천천히 넣은 다음 묽은초산 2 mL를 넣고 필요하면 여과한다. 잔류물을 물 10 mL로 씻고 여액과 씻은 액을 네슬러관에 넣어 물을 넣어 50 mL로 한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하)

3) 철 이 원료 1.0 g을 정밀하게 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 황산을 넣어 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣어 수욕상에서 증발건고한다. 잔류물에 묽은염산 3 방울을 넣어 가온하고 물 25 mL를 넣어 녹인다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

4) 비소 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣고 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산화납용액 15 mL를 넣고 흰 연기가 발생할 때까지 가열하고 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

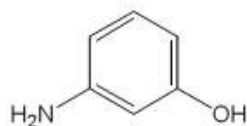
건조감량 1.0 % 이하(1.5 g, 실리카겔, 4 시간)

정 량 법 이 원료를 건조하여 그 약 0.22 g을 정밀하게 달아 질소정량법 제 2 법에 따라 시험한다.

0.05 mol/L 황산 1 mL = 12.315 mg C₇H₉NO

저장법 기밀용기

m-아미노페놀
m-Aminophenol



3-아미노페놀

C₆H₇NO : 109.13

이 원료를 건조한 것은 정량할 때 *m*-아미노페놀(C₆H₇NO) 98.0 % 이상을 함유한다.

성상 이 원료는 흰색 ~ 옅은 황색의 가루 또는 얇은 판상 또는 회색을 띤 흑색의 판상의 작은 조각으로 특이한 냄새가 있다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 100) 10 mL에 묽은염화제이철시액 5 방울을 넣을 때 액은 황색 ~ 적색을 띠는 갈색을 나타낸다.

2) 이 원료 및 *m*-아미노페놀 표준품 각 10 mg 을 이소프로판올·물·강암모니아수 (9 : 3 : 1) 혼합액 1 mL에 넣어 녹인 다음 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g 을 넣어 흔들어 섞어 검액 및 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 1 μL씩을 박층판에 점적하고 이소프로필에텔·아세톤·이소프로판올(10 : 1 : 1) 혼합액을 전개용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메틸아미노벤즈알데히드·묽은염산용액 (1 → 200)을 뿌릴때 표준품과 같은 R_f 값에서 황색의 반점을 나타낸다.

3) 이 원료의 수용액(1 → 1000) 5 mL에 묽은염산 2 mL 및 아질산나트륨시액 3 mL를 넣은 다음 2, 4-디니트로페놀용액(0.1 → 100) 0.5 mL를 넣을 때 액은 주황색을 나타낸다.

4) 이 원료 25 mg을 물 100 mL에 넣어 녹인다. 이 액 10 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 282 ± 2 nm에서 흡수극대를 나타낸다.

용점 117 ~ 125 °C(제 1 법)

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.5 g 을 묽은염산 10 mL에 넣어 녹일 때 액은 무색 ~ 옅은 황갈색이며 거의 맑다.

2) 중금속 이 원료 1.0 g 을 정밀하게 달아 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 옅은 적색이 될 때까지 천천히 넣고 묽은초산 2 mL를 넣고 필요하면 초과하여 물 10 mL로 씻고 여액과 씻은 액을 네슬러관에 넣어 물을 넣어 50 mL로 한다. 이 액을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

3) 철 이 원료 1.0 g 을 정밀하게 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음에 황산을 넣어 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣어 수욕상에서 증발건고한다. 식힌 다음 묽은염산 3 방울을 넣어 가온하고 물을 넣어 25 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 철시험법에 따라 시험한다. 비교액에는 철표준액 3.0 mL를 넣는다(30 ppm 이하).

4) 비소 이 원료 1.0 g 을 정밀하게 달아 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액의 색이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산암모늄용액 15 mL를 넣어 흰연기가 발생할 때까지 가열하고 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다 (2 ppm 이하).

건조감량 0.5 % 이하(1.5 g, 실리카겔, 4 시간)

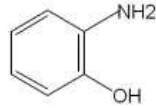
강열잔분 0.1 % 이하(2 g)

정량법 이 원료를 건조하고 약 0.19 g 을 정밀하게 달아 질소정량법 제 2 법에 따라 시험한다.

0.05 mol/L 황산 1 mL = 10.913 mg C₆H₇NO

저장법 기밀용기

o-아미노페놀
o-Aminophenol



2-아미노페놀

C₆H₇NO : 109.13

이 원료를 건조한 것은 정량할 때 *o*-아미노페놀(C₆H₇NO) 95.0 % 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 옅은 황갈색 ~ 갈색 또는 녹색을 띠는 갈색의 가루로서 냄새는 없거나 약간 특이한 냄새가 있다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 2000) 10 mL에 염화제이철시액 5 방울을 넣을 때 액은 적갈색 ~ 짙은 갈색으로 변한다.

2) 이 원료 및 *p*-니트로아닐린 표준품 각 10 mg 을 이소프로판올·물·강암모니아수 (9 : 3 : 1) 혼합액 1 mL에 넣어 녹인 다음 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g 을 넣어 흔들어 섞어 검액 및 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 1 μL씩을 박층판에 점적하고 이소프로필에테르·아세톤·이소프로판올혼합액(10 : 1 : 1)을 전개용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드·묽은염산용액 (1 → 200)을 뿌릴때 *p*-니트로아닐린 표준품에 대하여 Rs 값 1.0 부근에서 황색의 반점을 나타낸다.

3) 이 원료의 수용액(1 → 2000) 10 mL에 질산은시액 5 방울을 넣을 때 녹색을 띠 회색으로 변한다.

4) 이 원료 25 mg을 물 100 mL에 넣어 녹이고 이 액 10 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 282 ± 2 nm에서 흡수극대를 나타낸다.

용 점 167 ~ 175 °C(제 1 법)

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.5 g 을 묽은염산 10 mL에 넣어 녹일 때 액은 옅은 갈색 ~ 갈색 또는 옅은 녹색 ~ 옅은 암록색을 나타내며 맑다.

2) 철 이 원료 1.0 g 을 정밀하게 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음에 황산을 넣어 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣어 수욕상에서 증발건조한 다음 묽은염산 3 방울을 넣어 가온하고 물을 넣어 25 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 철시험법에 따라 시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

3) 중금속 이 원료 1.0 g 을 정밀하게 달아 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가

만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 옅은 적색이 될때까지 천천히 넣고 묽은초산 2 mL를 넣고 필요하다면 초과하여 물 10 mL로 씻고 여액과 씻은 액을 네슬러관에 넣어 물을 넣어 50 mL로 한다. 이 액을 검액으로 하여 시험한다. 단, 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

4) 비소 이 원료 1.0 g 을 정밀하게 달아 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액의 색이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산화모늄용액 15 mL를 넣어 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다 (2 ppm 이하).

건조감량 0.5 % 이하(1.5 g, 실리카겔, 4 시간)

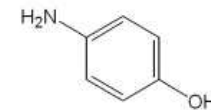
강열잔분 2.0 % 이하(2 g)

정 량 법 이 원료를 건조하고 약 0.19 g 을 정밀하게 달아 질소정량법 제 2 법에 따라 시험한다.

$$0.05 \text{ mol/L 황산 } 1 \text{ mL} = 10.913 \text{ mg C}_6\text{H}_7\text{NO}$$

저 장 법 기밀용기

p-아미노페놀
p-Aminophenol



4-아미노페놀

C₆H₇NO : 109.13

이 원료를 건조한 것은 정량할 때 *p*-아미노페놀(C₆H₇NO) 95.0 % 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 흰색 ~ 옅은 회색 또는 옅은 자색 ~ 자갈색의 결정성가루 또는 옅은 자색 및 옅은 갈색의 가루로서 냄새는 거의 없거나 또는 약간 특이한 냄새가

있다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 2000) 10 mL에 염화제이철시액 5 방울을 넣을 때 액은 적자색 ~ 갈색을 나타낸다.

2) 이 원료 0.1 g을 인팅그스텐산시액(1 → 100) 2 mL 및 탄산나트륨시액(1 → 10) 1 mL에 넣을 때 액은 적자색 ~ 청자색을 나타낸다.

3) 이 원료의 수용액(0.05 → 100) 5 mL에 니트로프루싯나트륨시액 2 mL를 넣을 때 액은 어두운 녹색을 나타낸다.

4) 이 원료 25 mg을 정밀하게 달아 물 100 mL에 녹이고 이 액 10 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 297 ± 2 nm에서 흡수극대를 나타낸다.

5) 이 원료 및 *p*-아미노페놀 표준품 각 10 mg을 이소프로판올·물·강암모니아수(9 : 3 : 1) 혼합액 1 mL에 넣어 녹인 다음 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g을 넣어 흔들어 섞어 검액 및 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 1 μL씩을 박층판상에 점적하고 이소프로필에틸·아세톤·이소프로판올(10 : 1 : 1) 혼합액을 전개용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드·붉은염산용액(1 → 200)을 뿌릴 때 표준품과 같은 R_f 값에서 황색의 반점이 나타난다.

용 점 180 ~ 188 °C(제 1 법)

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.5 g을 묽은염산 20 mL에 넣어 녹일 때 액은 맑다.

2) 중금속 이 원료 1.0 g을 정밀하게 달아 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열하고 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 옅은 적색이 될 때까지 천천히 넣고, 묽은초산 2 mL를 넣고 필요하면 여과하여 물 10 mL로 씻고 여액과 씻은 액을 네슬러관에 넣어 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

3) 철 이 원료 0.4 g을 정밀하게 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 회화 또는 휘산시킨 다음 다시 황산을 넣어 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣어 수용상에서 증발건고한 다음 묽은염산 3 방울을 넣어 가운하고 물 25 mL를 넣어 녹인다. 이것을 검액으로 하여 철시험법에 따라 시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(50 ppm 이하).

4) 비소 이 원료 1.0 g을 정밀하게 달아 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산화암모늄액 15 mL를 넣고 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2

ppm 이하).

건조감량 5.0 % 이하(1 g, 실리카겔, 4 시간)

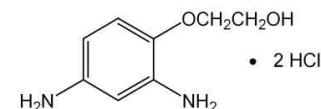
강열잔분 1.0 % 이하(2 g)

정량법 이 원료를 건조하고 약 0.19 g을 정밀하게 달아 질소정량법 제 2 법에 따라 시험한다.

$$0.05 \text{ mol/L 황산 } 1 \text{ mL} = 10.913 \text{ mg } \text{C}_6\text{H}_7\text{NO}$$

저장법 기밀용기

염산 2,4-디아미노페녹시에탄올 2,4-Diaminophenoxyethanol Hydrochloride



2,4-디아미노페녹시에탄올염산염

C₈H₁₂N₂O₂·2HCl : 241.12

이 원료를 건조한 것은 정량할 때 염산 2,4-디아미노페녹시에탄올(C₈H₁₂N₂O₂·2HCl) 95.0 % 이상을 함유한다.

성상 이 원료는 옅은 회색 ~ 옅은 청색의 가루로 냄새는 없다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 100) 10 mL에 질산은시액 5 방울을 넣을 때 액은 백탁된다.

2) 이 원료의 수용액(1 → 100) 3 mL에 폴푸랄·초산시액 4 방울을 넣을 때 액은 등적색을 나타낸다.

3) 이 원료 20 mg을 물 100 mL에 넣어 녹이고 그 10 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 286 ± 2 nm 및 238 ± 2 nm에서 흡수극대를 나타낸다.

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.5 g을 물 10 mL에 넣어 녹일 때 액은 옅은 적색 ~ 갈색이며 맑다.

2) 철 이 원료 0.5 g 을 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열한다. 되도록 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 다시 황산으로 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL 를 넣어 수욕상에서 증발건고한 다음 묽은염산 3 방울을 넣어 가온하고 물 25 mL를 넣어 녹인다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(40 ppm 이하).

3) 에틸가용물 이 원료 약 1 g 을 정밀하게 달아 에틸 50 mL에 넣고 환류냉각기를 달아 수욕상에서 때때로 흔들며 섞으면서 1 시간 끓인다. 뜨거울 때 미리 질량을 단 플라스크에 유리여과기(G₃)로 여과한다. 잔류물을 에틸 20 mL로 씻고, 씻은 액 및 여액을 합하여 수욕상에서 날려보낸 다음 105 °C에서 30 분간 건조하여 질량을 정밀하게 단다(1 % 이하).

4) 중금속 이 원료 1.0 g 을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 사용한다(20 ppm 이하).

5) 비소 이 원료 1.0 g 을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산암모늄용액 15 mL를 넣어 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 1.0 % 이하(1 g, 105 °C, 2 시간)

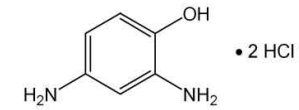
강열잔분 1.0 % 이하(2 g)

정량법 이 원료를 건조하고, 약 0.2 g 을 정밀하게 달아 질소정량법 제 2 법에 따라 시험한다.

$$0.05 \text{ mol/L 황산 } 1 \text{ mL} = 12.06 \text{ mg } \text{C}_8\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2 \cdot 2\text{HCl}$$

저장법 기밀용기

염산 2,4-디아미노페놀 2,4-Diaminophenol Hydrochloride



2,4-디아미노페놀염산염

염산 4-히드록시-*m*-페닐렌디아민

$\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O} \cdot 2\text{HCl}$: 197.06

이 원료를 건조한 것은 정량할 때 염산 2,4-디아미노페놀($\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O} \cdot 2\text{HCl}$) 93.0 % 이상을 함유한다.

성상 이 원료는 옅은 녹색의 가루 또는 회록색의 결정성 가루로서 냄새는 거의 없다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 1000) 5 mL에 염화제이철시액 5 방울을 넣을 때 액은 적색을 나타낸다.

2) 이 원료의 수용액(1 → 1000) 5 mL에 질산은시액 5 방울을 넣을 때 백탁이 되고 잠시 후에 적자색으로 변하여 침전이 생긴다.

3) 이 원료의 수용액(1 → 1000) 5 mL에 폴푸랄·초산시액 4 방울을 넣을 때 액은 황갈색을 나타낸다.

4) 이 원료 20 mg을 물 100 mL에 넣어 녹인다. 이 액 10 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 233 ± 2 nm 및 287 ± 2 nm에서 흡수극대를 나타낸다.

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.1 g 을 물 10 mL에 넣어 녹일 때 액은 옅은 적자색이며 맑다.

2) 에틸가용물 이 원료 약 1 g 을 정밀하게 달아 에틸 50 mL에 넣고 환류냉각기를 달아 수욕상에서 때때로 흔들며 섞으면서 1 시간 끓인다. 뜨거울 때 미리 질량을 단 플라스크에 유리여과기(G₃)로 여과한다. 잔류물을 에틸 20 mL로 씻고, 씻은 액과 여액을 합하여 수욕상에서 증발건고하고 105 °C에서 30 분간 건조시켜 질량을 단다(0.3 % 이하).

3) 철 이 원료 0.5 g 을 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 황산을 넣어 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣고 수욕상에서 증발건고한다. 잔류물에 묽은염산 3 방울을 넣고 가온하여 물 25 mL를 넣어 녹인다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(40 ppm 이하).

4) 중금속 이 원료 1.0 g 을 달아 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가만히 가열

한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열을 계속한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고, 액이 약간 홍색을 나타낼 때까지 암모니아시액을 넣는다. 묽은초산 2 mL를 넣어 필요하면 여과하고 잔류물을 물 10 mL로 씻은 다음 씻은 액을 여액에 합하고 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 3.0 mL를 넣는다(30 ppm 이하).

5) 비소 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산화암모늄용액 15 mL를 넣고 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 0.5 % 이하(1 g, 105 °C, 2 시간)

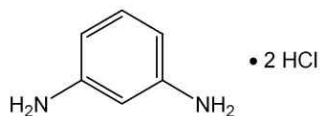
강열잔분 0.2 % 이하(1 g)

정량법 이 원료를 건조하고 약 0.18 g을 정밀하게 달아 질소정량법 제 2 법에 따라 시험한다.

$$0.05 \text{ mol/L 황산 } 1 \text{ mL} = 9.853 \text{ mg } \text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O}\cdot 2\text{HCl}$$

저장법 기밀용기

염산 *m*-페닐렌디아민
1,3-Benzenediamine Hydrochloride



m-페닐렌디아민염산염
염산 1,3-페닐렌디아민



이 원료를 건조한 것은 정량할 때 염산 *m*-페닐렌디아민($\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\cdot 2\text{HCl}$) 95.0 % 이상을 함유한다.

성상 이 원료는 흰색 ~ 옅은 적색 또는 옅은 자색의 결정성가루로서 냄새는 거

의 없다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 1000) 5 mL에 질산은시액 5 방울을 넣을 때 흰색의 침전이 생긴다.

2) 이 원료의 수용액(1 → 1000) 3 mL에 폴푸랄·초산시액 4 방울을 넣을 때 액은 황색을 띠는 적색을 나타낸다.

3) 이 원료 및 염산 *m*-페닐렌디아민 표준품 각각 10 mg을 이소프로판올·물·강암모니아수(9 : 3 : 1) 혼합액 1 mL씩에 넣어 녹인 다음 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g을 넣어 흔들어서 섞는다. 이 액을 검액 및 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 1 μL씩을 박층판에 점적하고 이소프로필에틸·아세톤·이소프로판올(10 : 1 : 1) 혼합액을 전개용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드·묽은염산용액(0.5 → 100)을 뿌릴 때 염산 *m*-페닐렌디아민 표준품과 같은 R_f 값에 단일 적색을 띠는 황색의 반점을 나타낸다.

4) 이 원료 50 mg을 물에 넣어 녹여 100 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 232 ± 2 nm 및 284 ± 2 nm에서 흡수극대를 나타낸다.

순도시험 1) 용해상태 이 원료 1.0 g을 물 10 mL에 넣어 녹일 때 액은 옅은 황갈색 ~ 옅은 갈색으로 되며 맑다.

2) 에틸가용물 이 원료 약 1 g을 정밀하게 달아 에틸 50 mL를 넣어 환류냉각기를 달아 수욕상에서 때때로 흔들어서 섞으면서 1 시간 끓인다. 뜨거울 때 미리 질량을 단 플라스크에 유리여과기(G_3)로 여과한다. 잔류물을 에틸 20 mL로 씻고, 씻은 액과 여액을 합하여 수욕상에서 증발건고한 다음 105 °C에서 30 분간 건조시켜 질량을 단다(1.0 % 이하).

3) 철 이 원료 1.0 g을 정밀하게 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가온하여 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 황산을 넣어 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣어 수욕상에서 증발건고한다. 잔류물에 묽은염산 3 방울을 넣고 가온하여 물 25 mL로 녹인다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

4) 중금속 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣어 액이 거의 홍색을 나타낼 때까지 암모니아시액을 넣는다. 묽은 초산 2 mL를 넣고, 필요하면 여과하고 잔류물을 물 10 mL로 씻은 다음 씻은 액은 여액과 합하고 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

5) 비소 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣고 가만히 가열한다. 때

때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산암모늄용액 15 mL를 넣고 흰 연기가 발생할 때까지 가열한 다음 식히고 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다.(2 ppm 이하).

건조감량 0.2 % 이하(1.5 g, 실리카겔, 4 시간)

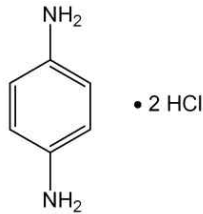
강열잔분 0.2 % 이하(2 g)

정량법 이 원료를 건조하고 약 0.16 g을 정밀하게 달아 질소정량법 제 2 법에 따라 시험한다.



저장법 기밀용기

염산 *p*-페닐렌디아민
***p*-Phenylenediamine Hydrochloride**



p-페닐렌디아민염산염
염산 1,4-페닐렌디아민



이 원료를 건조한 것은 정량할 때 염산 *p*-페닐렌디아민($\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{HCl}$) 95.0 % 이상을 함유한다.

성상 이 원료는 흰색 또는 옅은갈색의 결정성가루로서 냄새는 거의 없다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 100) 5 mL에 질산은시액 5 방울을 넣을 때 액은 백탁하고, 옅은 회색 ~ 옅은 자색침전이 생기고 이것을 가열하면 액의 색은 옅은 갈색이 된다.

2) 이 원료의 수용액(1 → 100) 3 mL에 폴푸랄·초산시액 4 방울을 넣을 때 액은 황

색을 띠는 적색을 나타낸다.

3) 이 원료 및 *p*-페닐렌디아민 표준품 각 10 mg을 이소프로판올·물·강암모니아수(9 : 3 : 1) 혼합액 1 mL에 넣어 녹인 다음 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g을 넣어 흔들어 섞어 검액 및 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 1 μ L씩을 박층판에 점적하고 이소프로필에틸·아세톤·이소프로판올(10 : 1 : 1) 혼합액을 전개용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드· 묽은염산용액(1 → 100)을 뿌릴 때 표준품과 같은 R_f 값에서 황색을 띠는 적색 ~ 적색의 반점을 나타낸다.

4) 이 원료 50 mg을 물에 넣어 녹여 100 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 $237 \pm 2 \text{ nm}$ 에서 흡수극대를 나타낸다.

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.5 g을 묽은염산 50 mL에 넣어 녹일 때 액은 무색 ~ 옅은 적색으로 되며 맑다.

2) 에텔가용물 이 원료 약 1 g을 정밀하게 달아 에텔 50 mL에 넣어 환류냉각기를 달아 수용상에서 때때로 흔들어 섞으면서 1 시간 끓인다. 뜨거울 때 미리 질량을 단 플라스크에 유리여과기(G_3)로 여과한다. 잔류물을 에텔 20 mL로 씻고, 씻은 액 및 여액을 합하여 수용상에서 증발건고하고 105 °C에서 30 분간 건조시켜 질량을 단다(1.0 % 이하).

3) 철 이 원료 1.0 g을 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 황산을 넣어 적시고 완전히 회화시킨다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣고 수용상에서 증발건고 시킨다. 잔류물은 묽은 염산 3 방울을 넣어 가온하고 물 25 mL를 넣어 녹인다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

4) 중금속 이 원료 1.0 g을 달아 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣고 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣어 액이 거의 홍색을 나타낼 때까지 암모니아시액을 넣는다. 다음에 묽은초산 2 mL를 넣고 필요하면 여과하고 잔류물을 물 10 mL로 씻고 씻은 액을 여액과 합하고 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 단 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

5) 비소 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산암모늄용액 15 mL를 넣어 흰연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 0.2 % 이하(1.5 g, 실리카겔, 4 시간)

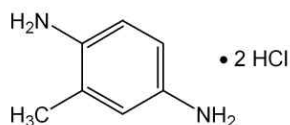
강열잔분 0.2 % 이하(2 g)

정량법 이 원료를 건조하고 약 0.16 g 을 정밀하게 달아 질소정량법 제 2법에 따라 시험한다.

0.05 mol/L 황산 1 mL = 9.053 mg C₆H₈N₂·2HCl

저장법 기밀용기

염산 톨루엔-2,5-디아민 Toluene-2, 5-diamine Hydrochloride



톨루엔-2,5-디아민염산염

염산 *p*-톨루엔디아민

염산 메칠-*p*-페닐렌디아민

염산 메칠-2, 5-페닐렌디아민

염산 2-메칠-*p*-페닐렌디아민

염산 *o*-메칠-*p*-페닐렌디아민

C₇H₁₀N₂·2HCl : 195.09

이 원료를 건조한 것은 정량할 때 염산 톨루엔-2, 5-디아민(C₇H₁₀N₂·2HCl) 95.0 % 이상을 함유한다.

성상 이 원료는 옅은 자색 ~ 옅은 적자색의 결정성가루로서 약간 특이한 냄새가 있다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 100) 10 mL에 질산은시액 5 방울을 넣을 때 백탁이 된다.

2) 이 원료의 수용액(1 → 100) 3 mL에 풀푸랄·초산시액 4 방울을 넣을 때 액은 황색을 띠는 적색을 나타낸다.

3) 이 원료 및 *m*-페닐렌디아민 표준품 각각 10 mg을 이소프로판올·물·강암모니아수

(9 : 3 : 1) 혼합액 1 mL씩에 넣어 녹인 다음, 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g 을 넣어 흔들어 섞는다. 이 액을 검액 및 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 1 μL씩을 박층판에 점적하고 이소프로필에틸·아세톤·이소프로판올(10 : 1 : 1) 혼합액을 전개용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드·물은 염산용액(0.5 → 100)을 뿌릴 때 *m*-페닐렌디아민 표준품에 대하여 Rs 값 0.9 부근에서 단일 황색 ~ 황색을 띠는 적색의 반점을 나타낸다.

4) 이 원료 15 mg을 물 100 mL에 넣어 녹이고 이 액 10 mL 를 취하여 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 235 ± 2 nm 및 286 ± 2 nm에서 흡수극대를 나타낸다.

순도시험 1) **용해상태** 이 원료 0.1 g 을 묽은 염산 10 mL에 넣어 녹일 때 액은 옅은 적자색이며 맑다.

2) **철** 이 원료 1.0 g 을 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 회화 또는 휘산시킨 다음 다시 황산을 넣어 적시고 완전히 회화시킨다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣고 수용상에서 증발건조한 다음 묽은염산 3 방울을 넣어 가운하고 물 25 mL를 넣어 녹인다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철 표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

3) **에틸가용물** 이 원료 약 1 g 을 정밀하게 달아 에틸 50 mL에 넣고 환류냉각기를 달아 수용상에서 때때로 흔들어 섞으면서 1 시간 끓인다. 뜨거울 때 미리 질량을 단 플라스크에 유리여과기(G₃)로 여과한다. 잔류물을 에틸 20 mL로 씻고, 씻은 액과 여액을 합하여 수용상에서 증발건조하고 105 °C에서 30 분간 건조시켜 질량을 단다(2.0 % 이하).

4) **중금속** 이 원료 1.0 g 을 달아 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열하고 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣어 액이 거의 홍색을 나타낼 때까지 암모니아시액을 넣는다. 다음에 묽은초산 2 mL를 넣고 필요하면 여과하고 잔류물을 물 10 mL로 씻어 씻은 액은 여액과 합하고 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

5) **비소** 이 원료 1.0 g 을 달아 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열하고 식힌 다음 포화수산암모늄용액 15 mL를 넣어 흰연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 1.0 % 이하(1 g, 105 °C, 2 시간)

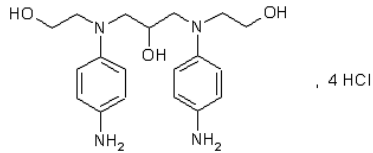
강열잔분 1.5 % 이하(2 g)

정량법 이 원료를 건조하고 약 0.17 g 을 정밀하게 달아 질소정량법 제 2 법에 따라 시험한다.

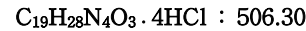
$$0.05 \text{ mol/L 황산 } 1 \text{ mL} = 9.755 \text{ mg } \text{C}_7\text{H}_{10}\text{N}_2 \cdot 2\text{HCl}$$

저장법 기밀용기

**염산 히드록시프로필비스(N-히드록시에틸-p-페닐렌디아민)
Hydroxypropyl bis(N-hydroxyethyl-p-phenylenediamine)
Hydrochloride**



히드록시프로필비스(N-히드록시에틸-p-페닐렌디아민염산염



이 원료는 정량할 때 환산한 무수물에 대하여 염산 히드록시프로필비스(N-히드록시에틸-p-페닐렌디아민)($\text{C}_{19}\text{H}_{28}\text{N}_4\text{O}_3 \cdot 4\text{HCl} : 506.30$) 98.0 ~ 101.0 % 이상을 함유한다.

성상 이 원료는 연한 회색 ~ 회색을 띠는 자주빛의 가루로 약한 특이한 냄새가 있다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 1000) 10 mL에 염화제이철시액 1 방울을 넣을 때 옅은 갈색 ~ 검은색을 나타낸다.

2) 이 원료 약 0.01 g을 정밀하게 달아 물을 넣어 녹여 100 mL로 하고 이 액 1 mL를 정확하게 취하여 다시 물을 가해 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡광도를 측정할 때 파장 $258 \pm 2 \text{ nm}$ 에서 흡수극대를 나타낸다.

3) 이 원료를 가지고 적외부스펙트럼측정법 브롬화칼륨정제법에 따라 시험할 때 파수 3371 cm^{-1} , 2844 cm^{-1} , 2572 cm^{-1} , 1635 cm^{-1} , 1611 cm^{-1} , 1585 cm^{-1} , 1516 cm^{-1} ,

1492 cm^{-1} , 824 cm^{-1} 부근에서 흡수를 나타낸다.

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.1 g에 에탄올 10 mL를 넣고 녹일 때 그 액은 거의 맑으며, 무색에서 옅은 갈색을 띤다.

2) 철 이 원료 1.0 g을 달아 제 2 법에 따라 검액을 만들고 조작법 A법에 따라 시험한다. 비교액에는 철표준액 3.0 mL를 넣는다(30 ppm 이하).

3) 중금속 이 원료 1.0 g을 달아 제 2 법에 따라 조작하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

4) 비소 이 원료 1.0 g을 달아 제 3 법에 따라 조작하여 시험한다(2 ppm 이하).

5) 에탄올, 이소프로판올 이 원료 약 1.0 g을 정밀하게 달아 물 90 mL를 넣어 녹인 다음 2 mol/L 수산화나트륨시액 5 mL를 가한 다음 물을 넣어 100 mL로 하여 검액으로 한다. 따로 에탄올표준액 5 종류와 이소프로판올표준액 5 종류($5 \mu\text{g/mL}$, $10 \mu\text{g/mL}$, $20 \mu\text{g/mL}$, $40 \mu\text{g/mL}$, $60 \mu\text{g/mL}$)를 조제하여 표준액으로 한다. 각각의 표준액 2 μL 씩을 가지고 다음의 조건으로 기체크로마토그래프법에 따라 시험하여 각 표준액의 에탄올과 이소프로판올의 피크면적을 구하고 에탄올과 이소프로판올의 양(각 g/100 mL)에 대한 피크면적을 구하여 각각에 대한 두개의 검량선을 작성한다. 똑같은 조건으로 검액 2 μL 에 대하여 기체크로마토그래프법에 따라 시험하여 에탄올과 이소프로판올의 피크면적을 구하여 검량선에서 검액의 에탄올양(Ce)과 이소프로판올양(Ci)을 읽고 다음 식에 따라 시료 취한량에서 에탄올과 이소프로판올의 양(%)을 계산할 때 에탄올은 0.5 %, 이소프로판올은 0.1 % 이하이다.

$$\text{에탄올의 양 \% (w/w)} = \frac{Ce \times 100}{P}$$

$$\text{이소프로판올의 양 \% (w/w)} = \frac{Ci \times 100}{P}$$

Ce = 100 mL 중 에탄올의 양(g)

Ci = 100 mL 중 이소프로판올의 양(g)

P = 시료 취한 양(g)

조작조건

검출기 : 불꽃이온화검출기

칼럼 : 안지름 0.53 mm, 길이 50 m인 모세유리관에 기체크로마토그래프용 6% 시아노프로필페닐-94% 디메칠실리콜폴리머를 3 μm 두께로 피복한 것 또는 이와 동등한 칼럼

칼럼온도 : 90 °C 부근의 일정온도

검체도입부온도 : 150 °C 부근의 일정온도
검출기온도 : 200 °C 부근의 일정온도
운반기체 : 질소 또는 헬륨
유 량 : 1.7 mL/분

수 분 2.0 % 이하(0.2 g)

강열잔분 0.1 % 이하(3.0 g)

정 량 법 이 원료 약 100 mg을 정밀하게 달아 물 50 mL에 녹이고 0.1 mol/L 수산화나트륨액으로 적정한다(적정종말점검출법 전위차적정법). 같은방법으로 공시험을 하여 보정한다.

0.1 mol/L 수산화나트륨액 1 mL = 25.3 mg $C_{19}H_{28}N_4O_3 \cdot 4HCl$

인디고페라엽가루

Powdered Indigofera Tinctoria Leaf

이 원료는 인디고페라 *Indigofera tinctoria*(콩과 Leguminosae)의 잎을 건조하여 가루로 한 것이다.

이 원료는 정량할 때 인디칸(Indoxyl- β -D-glucoside, $C_{14}H_{17}NO_6$: 295.29) 3.0 % 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 연한녹색 ~ 녹색의 가루이고 흙냄새같은 특이한 냄새가 난다.

확인시험 1) 이 원료를 가지고 인디칸으로서 약 10 mg에 해당하는 양을 정밀하게 달아 메탄올을 넣어 10 mL로 하여 흔들어 섞고 방치한 다음 위의 맑은 액을 검액으로 한다. 따로 인디칸표준품 10 mg을 검액과 같은 방법으로 조작하여 표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 표준액 각각 5 μ L씩을 박층크로마토그래프용실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 클로로포름·메탄올·물혼합액(70 : 28 : 2)을 전개용매로 하여 점적한 곳으로부터 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 전개용매 냄새가 나지 않을 때까지 건조한다. 여기에 분무용 황산시액을 고르게 뿌리고 105 °C에서 5 ~ 10분간 가열하고 검액과 표준액의 같은 R_f 값 및 색상의 반점을 확인한다.

2) 이 원료를 가지고 정량법에 따라 시험할 때 검액은 표준액과 같은 유지시간에서 주피크를 나타낸다.

순도시험 1) 중금속 이 원료 1.0 g을 달아 제 3 법에 따라 조작하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

2) 비소 이 원료 1.0 g을 달아 제 3 법에 따라 조작하여 시험한다. 표준색 조제에는 비소표준액 3.0 mL를 넣는다(3 ppm 이하).

3) 잔류농약 이 원료를 가지고 대한민국약전 일반시험법 중 생약시험법에 따라 시험한다.

가) 총 디디터(p,p'-DDD, p,p'-DDE, o,p'-DDT 및 p,p'-DDT의 합) 0.1 ppm 이하

나) 디엘드린 0.01 ppm 이하.

다) 총 비에이치씨(α , β , γ 및 δ -BHC의 합) 0.2 ppm 이하

라) 알드린 0.01 ppm 이하

마) 엔드린 0.01 ppm 이하

건조감량 10.0 % 이하

회 분 15.0 % 이하

산불용성회분 5.0 % 이하

정 량 법 이 원료를 인디칸으로서 약 15 mg에 해당하는 양을 정밀하게 달아 메탄올을 넣어 정확하게 100 mL로 하고 10 분간 흔들어 추출한 다음 0.45 μ m 시린지필터로 여과하여 검액으로 한다. 따로 인디칸표준품 약 15 mg을 정밀하게 달아 메탄올을 넣어 정확하게 100 mL로 한 액을 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 10 μ L씩을 정확하게 취하여 다음 조건으로 액체크로마토그래프법에 따라 시험하여 검액 및 표준액의 인디칸 피크면적 A_T 와 A_S 를 구한다.

$$\text{인디칸}(C_{14}H_{17}NO_6)\text{의 양(mg)} = \text{인디칸 표준품의 양(mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

조작조건

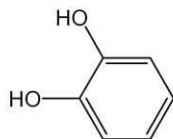
검 출 기 : 자외부흡광광도계(측정과장 280 nm)

칼 럼 : 안지름 약 4.6 mm, 길이 약 15 cm인 스테인레스강관에 5 μ m의 액체 크로마토그래프용옥타데실실릴실리카겔을 충전한 것 또는 이와 동등한 칼럼

이 동 상 : 물·메탄올혼합액(65 : 35)

유 량 : 0.5 mL/분

카테콜 Catechol



피로카테콜
피로카테킨
피로카테킨산
카테킨논
o-디페놀
o-히드록시페놀
2-히드록시페놀

$C_6H_6O_2$: 110.11

이 원료를 건조한 것은 정량할 때 카테콜($C_6H_6O_2$) 98.0 % 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 흰색 ~ 회색의 입상 또는 판상의 결정이며 냄새가 없거나 또는 약간 특이한 냄새가 있다.

확인시험 이 원료의 수용액(1 → 200) 10 mL에 염화제이철시액 3 방울을 넣을 때 액은 녹색을 나타내고 다음에 암모니아시액 2 방울을 넣을 때 액은 심홍색으로 변한다.

용 점 103 ~ 105 °C(제 1 법)

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.5 g을 물 100 mL에 넣어 녹인 액은 무색이며, 거의 맑다.

2) 중금속 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하고 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열을 계속한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 옅은 적색이 될 때까지 천천히 넣은 다음 필요하면 여과하여 물 10 mL로 씻고 여액과 씻은 액을 네슬러관에 넣고 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

3) 비소 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣고 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열을 계속

한다. 식힌 다음 포화수산화암모늄용액 15 mL를 넣고 흰 연기가 날 때까지 가열한 다음 농축한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 하고 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

4) 유기성불순물 이 원료의 수용액(1 → 100) 1 μL를 박층판에 점적하고 이소프로필에틸·아세톤·이소프로판올(10 : 1 : 1) 혼합액을 전개용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 인몰리브덴산시액을 뿌릴 때 단일 반점을 나타낸다.

건조감량 0.5 % 이하(1.5 g, 실리카겔, 4 시간)

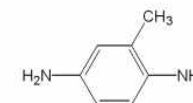
강열잔분 0.1 % 이하(2 g)

정 량 법 이 원료를 건조하고 약 0.5 g을 정밀하게 달아 물에 넣어 녹이고 100 mL로 한다. 이 액 20 mL를 취하여 카테콜정량용 초산납시액 30 mL 및 물 50 mL를 넣어 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 200 mL로 하여 여과한다. 처음의 여액 20 mL는 버리고 다음의 여액 100 mL를 취하여 0.05 mol/L 에칠렌디아민테트라초산디나트륨액으로 적정한다(지시약 : 키실레놀오렌지시액 3 방울). 다만, 적정의 종말점은 액의 적자색이 황색으로 변할 때로 한다. 같은 방법으로 공시험을 하여 보정한다.

0.05 mol/L 에칠렌디아민테트라초산디나트륨액 1 mL = 5.506 mg $C_6H_6O_2$

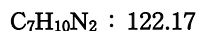
저 장 법 기밀용기

톨루엔-2, 5-디아민 Toluene-2,5-diamine



p-톨루이렌디아민
2,5-톨루이렌디아민
2,5-디아미노톨루엔
o-메틸-p-페닐렌디아민
p-톨루엔디아민
메틸-p-페닐렌디아민
메틸-2,5-페닐렌디아민

2-메칠-*p*-페닐렌디아민



이 원료를 건조한 것은 정량할 때 톨루엔-2, 5-디아민($C_7H_{10}N_2$) 95.0 % 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 흰색 ~ 옅은 황색 또는 옅은 적자색의 가루 또는 덩어리로서 약간 특이한 냄새가 있다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 200) 5 mL에 풀푸랄·초산시액 5 방울을 넣을 때 액은 적황색을 나타낸다.

2) 이 원료 및 염산 *m*-페닐렌디아민 표준품 각 10 mg을 이소프로판올·물·강암모니아수(9 : 3 : 1) 혼합액 1 mL 씩에 넣어 녹인 다음 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g을 넣어 흔들어 섞어 검액 및 표준액 1 μL씩을 박층판에 점적하고 이소프로필에틸·아세톤·이소프로판올혼합액(10 : 1 : 1)을 전개용매로 하며 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드·묽은염산용액(1 → 200)을 뿌릴 때 염산 *m*-페닐렌디아민 표준품에 대하여 R_s 값 0.9 부근에서 적색을 띠는 황색 ~ 황색의 반점을 나타낸다.

3) 이 원료 0.15 g을 물에 넣어 녹여 100 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 하여 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 237 ± 2 nm 및 303 ± 2 nm 에서 흡수극대를 나타낸다.

용 점 60 ~ 66 °C(제 1 범)

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.1 g을 묽은염산 10 mL에 넣어 녹일 때 액은 무색 ~ 옅은 적자색이며 거의 맑다.

2) 철 이 원료 1.0 g을 정밀하게 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 다시 황산을 넣어 적시고 완전히 회화시킨다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣고 수욕상에서 증발건고한 다음 묽은염산 3 방울을 넣어 가온하고 물 25 mL를 넣어 녹인다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

3) 중금속 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 옅은 적색이 될 때까지 천천히 넣고 필요하면 여과하여 물 10 mL로 씻고 여액과 씻은 액을 네슬러관에 넣고 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

4) 비소 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다.

식힌 다음 포화수산화모늄용액 15 mL를 넣고 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 5.0 % 이하(1 g, 실리카겔, 4 시간)

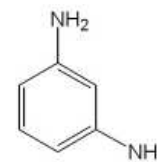
강열잔분 1.0 % 이하(2 g)

정 량 법 이 원료를 건조하고 약 0.11 g을 정밀하게 달아 질소정량법 제2 법에 따라 시험한다.

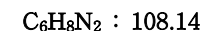
0.05 mol/L 황산 1 mL = 6.109 mg $C_7H_{10}N_2$

저 장 법 기밀용기

m-페닐렌디아민
m-Phenylenediamine



1, 3-페닐렌디아민



이 원료를 건조한 것은 정량할 때 *m*-페닐렌디아민($C_6H_8N_2$) 95.0 % 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 갈색 또는 청색을 띠는 흑갈색 ~ 흑갈색의 결정성 덩어리로서 냄새는 없다.

확인시험 1) 이 원료 1 g을 물 100 mL에 넣어 잘 흔들어 섞은 다음 여과한다. 여액 5 mL에 질산은시액 5 방울을 넣을 때 액은 옅은 흑자색을 나타낸다. 이 액을 가열할 때 액은 회색 ~ 회흑갈색으로 변하면서 은이 석출된다.

2) 1)의 여액 3 mL에 풀푸랄·초산시액 4 방울을 넣을 때 액은 황색을 띠는 적색 ~ 황갈색을 나타내면서 혼탁된다.

3) 이 원료 및 *m*-페닐렌디아민 표준품 각 10 mg을 달아 이소프로판올·물·강암모

니아수(9 : 3 : 1) 혼합액 1 mL를 넣어 녹인 다음 각각에 아황산수소나트륨 0.1g을 넣고 흔들어 섞어 검액 및 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 1 μ L씩을 박층판에 점적하고 이소프로필에틸·아세톤·이소프로판올(10 : 1 : 1) 혼합액을 전개용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드·묽은염산용액(1 → 200)을 뿌릴 때 표준액과 같은 R_f 값에서 적색을 때는 황색의 반점을 나타낸다.

4) 이 원료 25 mg을 정밀하게 달아 물에 넣어 녹여 100 mL로 하고 필요하면 여과하여 이 액 1 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 287 ± 2 nm에서 흡수극대를 나타낸다.

용 점 57 ~ 65 °C(제 1 법)

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.5 g을 정밀하게 달아 묽은염산 10 mL에 넣어 녹일 때 액은 흑갈색이며 맑다.

2) **철** 이 원료 1.0 g을 정밀하게 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 염산 0.5 mL를 넣어 수용상에서 증발건고한다. 잔류물에 묽은염산 3 방울을 넣어 가온하고 물 25 mL를 넣어 녹인다. 이 액을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

3) **중금속** 이 원료 1.0 g을 정밀하게 달아 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가만히 가열한다. 여기에 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 엷은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 엷은 적색이 될 때까지 천천히 넣은 다음 묽은초산 2 mL를 넣고 필요하면 여과한다. 잔류물을 물 10 mL로 씻고 씻은 액을 여액에 합하여 물을 넣어 50 mL로 한다. 이 액을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

4) **비소** 이 원료 1.0 g을 정밀하게 달아 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 가만히 가열한다. 여기에 가끔 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 엷은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산화몰리브덴용액 15 mL를 넣고 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 0.5 % 이하(1.5 g, 실리카겔, 4 시간)

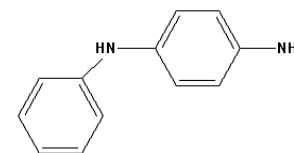
강열잔분 0.3 % 이하(2 g, 제 1 법)

정 량 법 이 원료를 건조하고 약 0.10 g을 정밀하게 달아 질소정량법 제 2 법에 따라 시험한다.

0.05 mol/L 황산 1 mL = 5.407 mg $C_6H_8N_2$

저 장 법 기밀용기

N-페닐-p-페닐렌디아민
N-Phenyl-p-Phenylenediamine



p - 아미노디페닐아민

$C_{12}H_{12}N_2$: 184.24

이 원료를 건조한 것은 정량할 때 N-페닐-p-페닐렌디아민($C_{12}H_{12}N_2$) 95.0% 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 흑갈색 ~ 자갈색의 덩어리 또는 작은 알맹이로서 약간 특이한 냄새가 있다.

확인시험 1) 이 원료 10 mg에 묽은 염산 10 mL를 넣어 녹이고 아질산나트륨시액 1 방울을 넣을 때 액은 적갈색을 나타내고 곧이어 녹색으로 변한다.

2) 이 원료의 묽은에탄올용액(1 → 1000) 3 mL에 폴푸랄·초산시액 4 방울을 넣을 때 액은 황색을 띠는 적색을 나타낸다.

3) 이 원료 및 *p*-니트로아닐린 각 10 mg을 달아 이소프로판올·물·강암모니아수 혼합액(9 : 3 : 1) 1 mL를 넣어 녹인 다음 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g을 넣고 흔들어 섞어 검액 및 표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 표준액 10 μ L씩을 박층크로마토그래프용실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 이소프로필에틸·아세톤·이소프로판올(10 : 1 : 1) 혼합액을 전개용매로 하여 약 15 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드·묽은염산용액(1 → 200)을 뿌릴 때 표준액 *p*-니트로아닐린에 대하여 R_s 값 0.8 부근에서 암적색 ~ 적갈색의 반점을 나타낸다.

4) 이 원료 30 mg을 달아 에탄올을 넣어 녹여 200mL로 한다. 이 액 2 mL를 취하여 에탄올을 넣어 100 mL로 한다. 이 액에 대하여 흡수스펙트럼을 측정 할 때 파장 286 ~ 290 nm에서 흡수극대를 나타낸다.

용 점 69 ~ 75 °C(제 1 법)

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.1 g에 에탄올 10 mL를 넣어 녹일 때 액은 어두운 적갈색 ~ 어두운 적자색을 나타내며 맑다.

2) 철 이 원료 1.0 g을 정밀하게 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 다시 황산으로 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣어 수욕상에서 증발건고한다. 잔류물에 묽은염산 3 방울을 넣어 가온하고 물 25 mL를 넣어 녹인다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

3) 중금속 이 원료 1.0 g에 황산 5 mL 및 질산 20 mL를 넣어 가만히 가열한다. 가끔 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 옅은 적색이 될 때까지 적가하고 묽은 초산 2 mL를 넣고 필요하면 여과한다. 잔류물을 물 10 mL로 씻고 씻은 액을 여액에 합하여 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

4) 비소 이 원료 1.0 g에 황산 2 mL 및 질산 5 mL를 넣고 가만히 가열한다. 가끔 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산화암모늄용액 15 mL를 넣고 현연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 0.5 % 이하(1.5 g, 실리카 겔, 4시간)

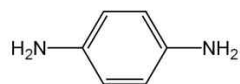
강열잔분 0.3 % 이하(2 g, 제 1 법)

정량법 이 원료를 데시케이터(실리카 겔) 에서 4시간 건조하고 그 원료 0.16 g을 정밀하게 달아 질소정량법 제 2법에 따라 시험한다.

$$0.05 \text{ mol/L 황산 } 1 \text{ mL} = 9.212 \text{ mg } C_{12}H_{12}N_2$$

저장법 기밀용기

***p*-페닐렌디아민**
***p*-Phenylenediamine**



1,4-페닐렌디아민

C₆H₈N₂ : 108.14

이 원료를 건조한 것은 정량할 때 *p*-페닐렌디아민(C₆H₈N₂) 98.0 % 이상을 함유한다.
성상 이 원료는 무색 ~ 옅은 자색 또는 자갈색을 띤 결정성가루 또는 덩어리로서 냄새는 없다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 1000) 5 mL에 질산은시액 5 방울을 넣을 때 액은 흑자갈색을 나타내면서 혼탁해진다. 가열할 때 액은 은이 석출된다.

2) 이 원료 100 mg을 묽은초산 10 mL에 넣어 녹인다. 이 액 1 mL에 아닐린용액(1 → 250) 1 mL를 넣은 다음 과황산암모늄 0.2 g을 넣을 때 액은 청색을 나타낸다.

3) 이 원료의 수용액(1 → 1000) 5 mL에 니트로프루시나트륨시액 1 mL을 넣을 때 액은 청색을 나타낸다.

4) 이 원료 25 mg을 물에 넣어 100 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 237 ± 2 nm에서 흡수극대를 나타낸다.

5) 이 원료 및 *p*-페닐렌디아민 표준품 각 10 mg을 이소프로판올 · 물 · 강암모니아수(9 : 3 : 1) 혼합액 1 mL씩에 넣어 녹인다음 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g을 넣어 흔들어 섞어 검액 및 표준액 1 μL씩을 박층판에 점적하고 초산에칠 · 메탄올 · 물(50 : 10 : 8) 혼합액을 전개용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드·묽은염산용액(1 → 200)을 뿌릴 때 표준품과 같은 R_f 값에서 황색을 띠는 적색의 반점을 나타낸다.

용점 136 ~ 144 °C(제 1 법)

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.5 g을 묽은염산 60 mL에 넣어 녹일 때 액은 무색 ~ 옅은 적색을 나타내며 맑다.

2) 중금속 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣어 천천히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 옅은 적색이 될 때까지 천천히 넣고 필요하면 여과한다. 잔류물을 물 10 mL로 씻고 여액과 씻은 액을 네슬러관에 넣고 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 단, 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

3) 철 이 원료 1.0 g을 정밀하게 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 회화 또는 휘산시킨 다음 황산을 넣어 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣고 수욕상에서 증발건고한다. 잔류물에 묽은염산 3 방

을 넣어 가운하고 물 25 mL를 넣어 녹인다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

4) 비소 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 천천히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산암모늄용액 15 mL를 넣고 현연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 0.2 % 이하(1.5 g, 실리카겔, 4 시간)

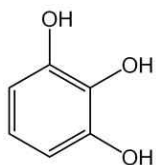
강열잔분 0.5 % 이하(2 g, 제 1 법)

정 량 법 이 원료를 건조하고 약 0.10 g을 정밀하게 달아 질소정량법 제 2 법에 따라 시험한다.

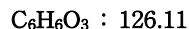
$$0.05 \text{ mol/L 황산 } 1 \text{ mL} = 5.407 \text{ mg } \text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$$

저 장 법 기밀용기

피로갈롤 Pyrogallol



피로갈릭산
피로몰식자산
초성몰식자산
2,3-디히드록시페놀



성 상 이 원료는 흰색의 결정으로 약간의 특이한 냄새가 있다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 100) 10 mL에 수산화나트륨시액 3 방울을 넣을 때 액은 적색을 띠는 황색 ~ 황갈색을 나타내며 방치하면 액은 천천히 갈색 ~ 흑갈색으로 변한다.

2) 이 원료의 수용액(1 → 200) 10 mL에 염화제이철시액 3 방울을 넣을 때 액은 적갈색 ~ 갈색을 나타낸다.

용 점 128 ~ 136 °C(제 1 법)

순도시험 1) 용해상태 이 원료 1.0 g을 물 20 mL에 넣어 녹인 액은 무색으로 거의 맑다.

2) 중금속 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열을 계속한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 옅은 적색이 될 때까지 천천히 넣고 필요하면 여과한다. 물 10 mL로 씻고 여액과 씻은 액을 네슬러관에 넣고 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

3) 비소 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열을 계속한다. 식힌 다음 포화수산암모늄용액 15 mL를 넣고 흰 연기가 날 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 하고 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

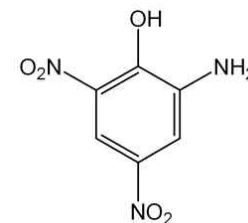
4) 유기성불순물 이 원료의 수용액(1 → 100) 1 μL를 박층판에 점적하고 이소프로필에틸 · 아세톤 · 이소프로판올혼합액(10 : 1 : 1)을 전개용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 인몰리브덴산시액을 뿌릴 때 단일의 청자색 반점을 나타내어야 한다.

건조감량 0.5 % 이하(1.5 g, 실리카겔, 4 시간)

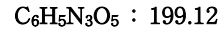
강열잔분 0.3 % 이하(2 g, 제 1 법)

저 장 법 기밀용기

피크라민산 Picramic Acid



2-아미노 4,6-디니트로페놀
 2,4-디니트로 6-아미노페놀
 4,6-디니트로 2-아미노페놀
 피크람산



이 원료를 건조한 것은 정량할 때 피크라민산($C_6H_5N_3O_5$) 90.0 % 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 황갈색 ~ 적갈색의 결정 또는 페이스트로서 냄새는 거의 없다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 1000) 10 mL에 묽은염산 1 mL를 넣을 때 액은 황색을 나타낸다. 또한 이 원료의 수용액(1 → 1000) 10 mL에 탄산나트륨시액 1 mL를 넣을 때 액은 적갈색을 나타낸다.

2) 이 원료의 수용액(1 → 1000) 10 mL에 황산동·암모니아시액 2 mL를 넣을 때 액은 어두운 갈색을 나타낸다.

3) 이 원료의 수용액(1 → 1000) 10 mL에 인팅그스텐산용액(1 → 100) 1 mL를 넣을 때 액은 황색을 나타내며 탄산나트륨시액 1 mL를 더 넣을 때 액은 적갈색으로 변한다.

4) 이 원료 25 mg을 물 100 mL에 넣어 녹이고 필요하면 여과하여 이 액 10 mL를 취하고 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 300 ± 2 nm, 226 ± 2 nm 에서 흡수극대를 나타낸다.

용 점 169 ~ 172 °C(제 1 법)

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.5 g을 아세톤 20 mL에 넣어 녹일 때 액은 황갈색 ~ 어두운 적갈색이며 거의 맑다.

2) 납 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL를 추가하여 액이 무색 ~ 엷은 황색으로 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(5 ppm 이하).

3) 철 이 원료 0.1 g을 정밀하게 달아 황산 5 mL를 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 다시 황산을 넣어 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣고 수욕상에서 증발건고 시킨다. 잔류물에 묽은염산 3 방울을 넣어 가운하고 물을 넣어 50 mL로 하여 검액으로 한다. 이 액 10 mL를 취하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(0.1 % 이하).

4) 비소 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 엷은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산화암모늄용액 15 mL를 넣고 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 35.0 % 이하(1 g, 105 °C, 2 시간)

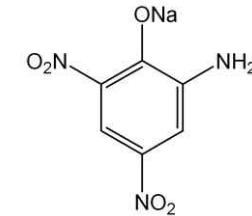
강열잔분 1.0 % 이하(1 g, 제 1 법)

정 량 법 이 원료를 건조하고 약 0.12 g을 정밀하게 달아 아연(입상) 2 g, 물 15 mL 및 염산 15 mL에 넣어 조심하면서 증발건고한 다음 식혀 질소정량법 제 2 법에 따라 시험한다.

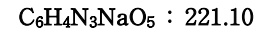
0.05 mol/L 황산 1 mL = 6.637 mg $C_6H_5N_3O_5$

저 장 법 기밀용기

피크라민산나트륨
Sodium Picramate



2-아미노 4,6-디니트로페놀나트륨
 4,6-디니트로 2-아미노페놀나트륨
 2,4-디니트로 6-아미노페놀나트륨
 피크람산나트륨



이 원료를 건조한 것은 정량할 때 피크라민산나트륨($C_6H_4N_3NaO_5$) 86.0 % 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 암적갈색 ~ 적자색의 습기가 있는 가루로서 약간 냄새가 있다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 100) 3 mL에 피로안티몬산칼륨시액 2 mL를 넣을 때 적색을 띠는 황색 ~ 황색의 결정성침전이 생긴다. 침전생성을 빠르게 해주기 위하여 유리병으로 시험관의 내벽을 긁어준다.

2) 이 원료의 수용액(1 → 1000)에 묽은염화제이철시액 5 방울을 넣을 때 액은 흑갈색을 나타낸다.

3) 이 원료 및 염산 *m*-페닐렌디아민 표준품 각 10 mg을 이소프로판올·물·강암모니아수(9 : 3 : 1) 혼합액 1 mL에 넣어 녹인 다음 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g을 넣어 흔들어 섞어 검액 및 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 1 μ L씩을 박층판에 점적하고 초산에칠·메탄올·물(50 : 10 : 8) 혼합액을 전개용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드·붉은염산용액(1 → 200)을 뿌릴 때 염산 *m*-페닐렌디아민 표준품에 대하여 R_s 값 0.75 부근에서 단일의 등색의 반점을 나타낸다.

4) 이 원료 20 mg을 물에 넣어 녹여 100 mL로 한다. 이 액 5 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 229 ± 2 nm 및 312 ± 2 nm 부근에서 흡수극대를 나타낸다.

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.1 g을 물 200 mL에 넣어 녹일 때 액은 적색이며 맑다.

2) **철** 이 원료 0.5 g을 정밀하게 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 황산으로 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣어 수용상에서 증발건고한 다음 묽은염산 3 방울을 넣고 가온하고 물을 넣어 50.0 mL로 하여 검액으로 한다. 이 액 10 mL를 취하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(0.02 % 이하).

3) **에텔가용물** 이 원료 1 g을 정밀하게 달아 에텔 50 mL를 넣어 환류냉각기를 달아 수용상에서 때때로 흔들어 섞어 주면서 1 시간 끓인 다음 뜨거울 때 미리 질량을 단 플라스크에 유리여파기(G_3)로 여과한다. 잔류물을 에텔 20 mL로 씻고 여액 및 씻은 액을 합하여 수용상에서 증발건고한 다음 105 °C에서 30 분간 건조시켜 질량을 단다(5 % 이하).

4) **납** 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 엷은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(10 ppm 이하).

5) **비소** 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 엷은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산화암모늄용액 15 mL를 넣어 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

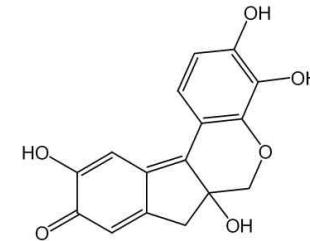
건조감량 40.0 % 이하(2 g, 60 °C, 향량)

정 량 법 이 원료를 60 °C 에서 향량이 될 때까지 건조하고 그 약 0.13 g을 정밀하게 달아 아연(입상) 2 g, 물 15 mL 및 염산 15 mL에 넣어 조심하면서 증발건고한다. 식힌 다음 질소정량법 제 2 법에 따라 시험한다.

0.05 mol/L 황산 1 mL = 7.370 mg $C_6H_4N_3NaO_5$

저 장 법 기밀용기

헤마테인
Hematein



히드록시브라실레인

$C_{16}H_{12}O_6$: 300.26

이 원료는 인도산 콩과식물 *Haematoxylon campechianum* Linne(Leguminosae)에서 얻어지는 것으로서 주로 헤마테인($C_{16}H_{12}O_6$)을 함유한다.

성 상 이 원료는 적갈색 ~ 흑갈색의 가루로서 특이한 냄새가 있다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 1000) 10 mL에 염화제이철시액 5 방울을 넣을 때 액은 청흑색 ~ 흑회색을 나타낸다.

2) 이 원료 0.1 g을 암모니아시액 10 mL에 넣어 녹일 때 액은 적자색 ~ 갈자색을 나타낸다.

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.1 g을 물 10 mL에 넣어 녹일 때 액은 적색이며 거의 맑다.

2) **중금속** 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣고 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL 씩을 추가하여 액이 무색 ~ 엷은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 엷은 적색이 될때까지 천천히 넣은 다음 묽은초산 2 mL를 넣고 필요하면 여과한다. 잔류물을 물 10 mL로 씻고 씻은 액을 여액에 합하여 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

3) **비소** 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어서 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL 씩을 추가하여 액이 무색 ~ 엷은 황색이 될 때까지 가열한다.

식힌 다음 포화수산화암모늄용액 15 mL를 넣어서 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다.

식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 5.0 % 이하(1 g, 실리카겔, 4 시간)

강열잔분 15.0 % 이하(1 g, 제 1 법)

저장법 기밀용기

헨나엽가루

Henna Leaf Powder

Pulvis Hennae Folium

이 원료는 헨나 *Lawsonia inermis* Linn.(= *Lawsonia alba*)(부처꽃과 Lythraceae)의 잎을 가루로 한 것이다.

이 원료는 정량할 때 로손(2-hydroxy 1,4-naphtho-quinone, C₁₀H₆O₃: 174.16) 0.5 % 이상을 함유한다.

성상 이 원료는 연한 녹색 ~ 녹갈색의 가루이고, 흙냄새 같은 특이한 냄새가 난다. 이 원료를 현미경으로 보면 녹색 ~ 녹갈색의 수많은 각질(cuticle) 조각과 잎의 유조직체, 수산칼슘 단정을 볼 수 있으며, 수산칼슘 단정은 대부분 지름 15 mm 정도 이나, 때때로 지름 40 mm 정도로 큰 것도 있다. 구형의 점액세포와 내부 유관속 조직, 길고 가느다란 후막조직 섬유가 있으며, 표피세포에 둘러싸인 기공과 가로무늬 각질이 있는 표피 조각이 보이고, 때때로 용모나 비선모 조각을 볼 수 있다.

확인시험 1) 이 원료를 로손으로서 약 5.0 mg에 해당량을 정밀하게 달아 클로로포름 5 mL를 넣어 2 시간 동안 초음파 처리한 다음 여과하여 검액으로 한다. 따로 로손표준품 5.0 mg을 클로로포름 5 mL에 녹여 표준액으로 한다. 이들 액을 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 표준액 2 mL씩을 박층크로마토그래프용실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 클로로포름:메칠에칠케톤:초산(100)혼합액(5:4:1)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 자연광 아래에서 관찰할 때 여러 개의 반점 중 1 개의 반점은 표준액에서 얻은 반점과 색상 및 R_f 값이 같다.

2) 아래 정량법에 따라 시험할 때 검액은 표준액과 같은 유지시간에서 피크를 나타낸다.

순도시험 1) **중금속** 이 원료 1.0 g을 가지고 제 3 법에 따라 조작하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다 (20 ppm 이하).

2) **비소** 이 원료 1.0 g을 달아 제 3 법에 따라 조작하여 시험한다. 다만 비교액에는

비소표준액 3.0 mL를 넣는다 (3 ppm 이하).

3) 잔류농약 이 원료를 가지고 대한민국약전 일반시험법 중 생약시험법에 따라 시험한다.

가) 총 디디티(p,p'-DDD, p,p'-DDE, o,p'-DDT 및 p,p'-DDT의 합) 0.1 ppm 이하.

나) 디엘드린 0.01 ppm 이하.

다) 총 비에이치씨(α, β, γ 및 δ-BHC의 합) 0.2 ppm 이하.

라) 알드린 0.01 ppm 이하.

마) 엔드린 0.01 ppm 이하.

건조감량 10.0 % 이하.

회분 15.0 % 이하.

산불용성회분 5.0 % 이하.

정량법 이 원료를 로손으로서 약 30 mg을 정밀하게 달아 이동상을 넣어 정확하게 100.0 mL로 하고 30 분 동안 흔들여 추출한 다음 여과하여 여액을 검액으로 한다. 따로 로손표준품 약 30.0 mg을 정밀하게 달아 이동상을 넣어 정확하게 100.0 mL로 하여 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 5 μL씩을 가지고 다음 조건으로 액체크로마토그래프법에 따라 시험하여 각 액의 로손 피크면적 A_T 및 A_S를 구한다.

$$\text{로손(C}_{10}\text{H}_6\text{O}_3\text{)의 양(mg)} = \text{로손표준품의 양(mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

조작조건

검출기 : 자외부흡광광도계(측정파장 248 nm)

칼럼 : 안지름 약 4 ~ 6 mm, 길이 15 ~ 25 cm인 스테인레스강관에 5 ~ 10 μm 의 액체크로마토그래프용 옥타데실실릴화한 실리카겔을 충전한 것 또는 이와 동등한 칼럼

칼럼온도 : 실온

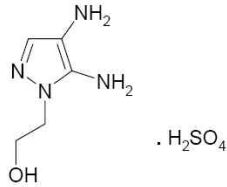
이동상 : 물:아세트니트릴혼합액(3:1)에 초산을 넣어 pH 3.0으로 한다.

유량 : 1.0 mL/분

저장법 기밀용기.

황산 1-히드록시에틸-4,5-디아미노피라졸

1-Hydroxyethyl-4,5-Diaminopyrazole Sulfate



1-히드록시에틸-4,5-디아미노피라졸황산염

$C_5H_{10}N_4O \cdot H_2SO_4 : 240.24$

이 원료는 정량할 때 황산 1-히드록시에틸-4,5-디아미노피라졸($C_5H_{10}N_4O \cdot H_2SO_4 : 240.24$)을 98.0 ~ 102 %를 함유한다.

성상 이 원료는 흰색 ~ 옅은 분홍색의 가루이다.

확인시험 이 원료를 가지고 적외부스펙트럼측정법 브롬화칼륨정제법에 따라 측정할 때 파수 3300 cm^{-1} , 3100 cm^{-1} , 2600 cm^{-1} , 1670 cm^{-1} , 1600 cm^{-1} , 1550 cm^{-1} , 1460 cm^{-1} , 1380 cm^{-1} , 1300 cm^{-1} , 1040 cm^{-1} 부근에서 흡수극대를 나타낸다.

순도시험 1) 중금속 이 원료 약 1.0 g을 달아 제 2 법에 따라 조작하여 시험한다.. 비교액에는 납표준액 1.0 mL를 넣는다(10 ppm 이하).

2) 비소 이 원료 약 1.0 g을 달아 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣고 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산화암모늄용액 15 mL를 넣고 흰 연기가 발생할 때까지 가열하고 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험할 때 다음의 표준색보다 진하지 않다(5 ppm 이하).

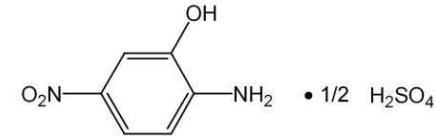
○ 표준색 : 이 원료를 사용하지 않고 위 검액과 같은 방법으로 조작한 다음 비소표준액 5.0 mL를 넣는다.

건조감량 1 % 이하(2 g, 105 °C, 2 시간)

정량법 이 원료 약 0.1 g을 정밀하게 달아 증류수 60 mL에 녹여 0.1 mol/L 수산화나트륨액으로 적정한다(지시약 : 브롬치몰블루시액). 적정의 종말점은 액이 파란색으로 변할 때로 한다. 같은 방법으로 공시험을 하여 보정한다.

0.1 mol/L 수산화나트륨액 1 mL = 24.0 mg $C_5H_{10}N_4O \cdot H_2SO_4$

황산 2-아미노-5-니트로페놀 2-Amino-5-nitrophenol Sulfate



2-아미노-5-니트로페놀황산염

황산 5-니트로-*o*-아미노페놀

황산 5-니트로-2-아미노페놀

황산 2-아미노-5-니트로페놀

$C_6H_6N_2O_3 \cdot 1/2 H_2SO_4 : 203.16$

이 원료를 건조한 것은 정량할 때 황산 2-아미노-5-니트로페놀($C_6H_6N_2O_3 \cdot 1/2 H_2SO_4$) 95.0 % 이상을 함유한다.

성상 이 원료는 녹색을 띠는 황갈색의 가루로서 냄새는 거의 없다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 2500) 10 mL에 염화제이철시액 5 방울을 넣을 때 액은 황갈색을 나타낸다.

2) 이 원료 0.5 g을 물 100 mL에 넣어 녹여 여과한다. 여액 5 mL에 염화바륨시액 5 방울을 넣을 때 백탁이 된다.

3) 이 원료 및 *p*-니트로아닐린 표준품 각 10 mg을 이소프로판올·물·강암모니아수(9 : 3 : 1) 혼합액 1 mL씩에 넣어 녹인 다음 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g을 넣어 흔들어 섞어 검액 및 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 1 μ L를 박층판에 점적하고 이소프로필에틸·아세톤·이소프로판올(10 : 1 : 1) 혼합액을 전개용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드· 묽은염산용액(1 → 200) 을 뿌릴 때 *p*-니트로아닐린 표준품에 대하여 Rs 값 1.0 부근에서 주황색의 반점을 나타낸다.

4) 이 원료 20 mg을 물 100 mL에 넣어 녹이고 이 액 10 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 $257 \pm 2\text{ nm}$ 에서 흡수극대를 나타낸다.

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.1 g을 묽은염산 20 mL에 넣어 녹일 때 액은 황색을 나타내며 맑다.

2) 철 이 원료 1.0 g을 정밀하게 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하

여 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 다시 황산으로 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣고 수욕상에서 증발건고한다. 잔류물에 묽은 염산 3 방울을 넣어 가온하고 물 25 mL를 넣어 녹인다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

3) 중금속 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣고 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 옅은 적색이 될 때까지 천천히 넣고 묽은 초산 2 mL를 넣고 필요하면 여과한다. 잔류물을 물 10 mL로 씻고 씻은 액을 여액과 합하고 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 3.0 mL를 넣는다(30 ppm이하).

4) 비소 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산화암모늄용액 15 mL를 넣고 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어서 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 5.0 % 이하(1.5 g, 105 °C, 2 시간)

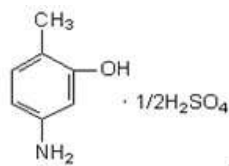
강열잔분 0.2 % 이하(2 g, 제 2 법)

정량법 이 원료를 105 °C에서 2 시간 건조하고 그 약 0.18 g을 정밀하게 달아 아연(입상) 2 g, 물 15 mL 및 염산 15 mL에 넣어 조심하면서 증발건고한다. 식힌 다음 질소정량법에 따라 시험한다.

$$0.05 \text{ mol/L 황산 } 1 \text{ mL} = 10.158 \text{ mg } \text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_3 \cdot 1/2\text{H}_2\text{SO}_4$$

저장법 기밀용기

황산 5-아미노-*o*-크레솔 5-Amino-*o*-Cresol Sulfate



5-아미노-*o*-크레솔황산염

$\text{C}_7\text{H}_9\text{NO} \cdot 1/2\text{H}_2\text{SO}_4 : 172.19$

이 원료를 건조한 것은 정량할 때 황산 5-아미노-*o*-크레솔($\text{C}_7\text{H}_9\text{NO} \cdot 1/2\text{H}_2\text{SO}_4$) 95.0 % 이상을 함유한다.

성상 이 원료는 흰색 ~ 옅은 갈색의 결정 또는 결정성 가루로 냄새는 거의 없다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 200) 5 mL에 염화제이철시액 5 방울을 넣을 때 액은 황갈색을 나타낸다.

2) 이 원료의 수용액(1 → 200) 5 mL에 염화바륨시액 5 방울을 넣을 때 액은 백탁이 된다.

3) 이 원료 및 *p*-니트로아닐린 표준품 각 10 mg을 이소프로판올·물·강암모니아수(9 : 3 : 1) 혼합액 1 mL에 넣어 녹인 다음 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g을 넣어 흔들어 섞은 다음 검액 및 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 1 μL를 박층판에 점적하고 이소프로필에틸·아세톤·이소프로판올(10 : 1 : 1) 혼합액을 전개 용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드·묽은 염산용액(1 → 200)을 뿌릴 때 *p*-니트로아닐린 표준품에 대하여 Rs 값 0.7 부근에 황색의 반점을 나타낸다.

4) 이 원료 50 mg을 물에 넣어 녹여 100 mL로 한다. 이 액 10 mL를 취하여 물에 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 273 ± 2 nm에서 흡수극대를 나타낸다.

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.5 g을 묽은 염산 20 mL에 넣어 녹일 때 액은 무색 ~ 옅은 황갈색을 나타내며 거의 맑다.

2) 에틸가용물 이 원료 1.0 g을 달아 에틸 50 mL에 넣고 환류냉각기를 달아 수욕상에서 때때로 흔들어 주면서 1 시간 끓인다. 뜨거울 때 미리 질량을 단 플라스크에 유리여과기(G₃)로 여과한다. 잔류물을 에틸 20 mL로 씻고 씻은 액 및 여액을 합하여 수욕상에서 증발건고하고 105 °C에서 30 분간 건조하여 질량을 단다(1.0 % 이하).

3) 철 이 원료 1.0 g을 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 낮은 온도에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 다시 황산을 넣어 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣고 수욕상에서 증발건고한 다음 묽은 염산 3 방울을 넣어 가온하고 물을 넣어 25 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철 표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

4) 중금속 이 원료 1.0 g을 달아 황산 5 mL 및 질산 20 mL를 넣고 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열을 계속한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 옅은 적색이 될 때까지 천천히 넣고 묽은 초산 2 mL를 넣고 필요하면 여

과한다. 잔류물을 물 10 mL로 씻고 씻은 액은 여액과 합하고 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납 표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

4) 비소 이 원료 1.0 g을 정밀하게 달아 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하면서 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열을 계속한다. 식힌 다음 포화수산암모늄용액 15 mL를 넣어 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 1.0 % 이하(1 g, 105 °C, 2 시간)

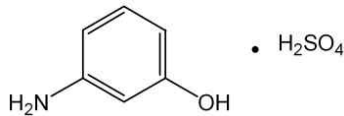
강열잔분 0.2 % 이하(1 g, 제 1 법)

정 량 법 이 원료를 건조하여 약 0.31 g을 정밀하게 달아 질소정량법에 따라 시험한다.

$$0.05 \text{ mol/L 황산 } 1 \text{ mL} = 17.219 \text{ mg } \text{C}_7\text{H}_9\text{NO} \cdot 1/2\text{H}_2\text{SO}_4$$

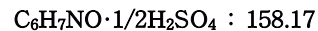
저 장 법 기밀용기

황산 *m*-아미노페놀
***m*-Aminophenol Sulfate**



m-아미노페놀황산염

황산 3-아미노페놀



이 원료를 건조한 것은 정량할 때 황산 *m*-아미노페놀($\text{C}_6\text{H}_7\text{NO} \cdot 1/2\text{H}_2\text{SO}_4$) 97.0 % 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 흰색 ~ 회색의 결정성가루 또는 침상결정으로 특이한 냄새가 있다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 100) 10 mL에 염화제이철시액 5 방울을 넣을 때 액은 자갈색 ~ 옅은 자색을 나타낸다.

2) 이 원료의 수용액(1 → 1000) 5 mL에 묽은염산 2 mL 및 아질산나트륨시액 3 mL를 넣고 여기에 2, 4-디니트로페놀용액(1 → 1000) 0.5 mL를 넣을 때 액은 주황

색을 나타낸다.

3) 이 원료의 수용액(1 → 100) 10 mL에 염화바륨시액 5 방울을 넣을 때 액은 백탁이 된다.

4) 이 원료 50 mg을 물 100 mL에 넣어 녹이고 이 액 10 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 $272 \pm 2 \text{ nm}$ 및 $277 \pm 2 \text{ nm}$ 에서 흡수극대를 나타낸다.

5) 이 원료 및 *m*-아미노페놀 표준품 각 10 mg을 이소프로판올·물·강암모니아수(9 : 3 : 1) 혼합액 1 mL에 넣어 녹인 다음 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g을 넣어 흔들어 섞어 검액 및 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 1 μL 씩을 박층판에 점적하고 이소프로필에틸·아세톤·이소프로판올(10 : 1 : 1) 혼합액을 전개용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드·묽은염산 용액(1 → 200)을 뿌릴 때 표준품과 같은 R_f값에서 황색의 반점을 나타낸다.

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.5 g을 물 50 mL에 넣어 녹일 때 액은 무색이며 맑다.

2) 철 이 원료 0.5 g을 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 황산으로 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣고 수욕상에서 증발건고한다. 잔류물에 묽은염산 3 방울을 넣어 가온하고 물을 넣어 녹여 25 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(40 ppm 이하).

3) 에틸가용물 이 원료 약 1 g을 정밀하게 달아 에틸 50 mL에 넣고 환류냉각기를 달아 수욕상에서 때때로 흔들어 섞으면서 1 시간 끓인 다음 뜨거울 때 미리 질량을 단 플라스크에 유리여과기(G₃)로 여과한다. 잔류물을 에틸 20 mL로 씻고 씻은 액 및 여액을 합하여 수욕상에서 증발건고하고 105 °C 에서 30 분간 건조하여 질량을 단다(1 % 이하).

4) 중금속 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 옅은 적색이 될 때까지 천천히 넣고 묽은초산 2 mL를 넣고 필요하면 여과한다. 잔류물을 물 10 mL로 씻고 씻은 액을 여액과 합하고 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

5) 비소 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열하고 식힌 다음 포화수산암모늄용액 15 mL를 넣어 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 0.2 % 이하(1.5 g, 105 °C, 2 시간)

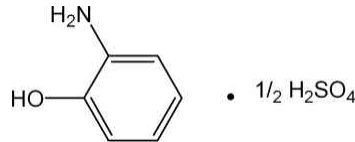
강열잔분 0.2 % 이하(2 g, 제 2 법)

정량법 이 원료를 건조하고 약 0.28 g을 정밀하게 달아 질소정량법에 따라 시험한다.

$$0.05 \text{ mol/L 황산 } 1 \text{ mL} = 15.816 \text{ mg } \text{C}_6\text{H}_7\text{NO} \cdot 1/2\text{H}_2\text{SO}_4$$

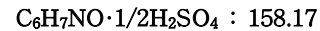
저장법 기밀용기

황산 *o*-아미노페놀
***o*-Aminophenol Sulfate**



o-아미노페놀황산염

황산 2-아미노페놀



이 원료를 건조한 것은 정량할 때 황산 *o*-아미노페놀($\text{C}_6\text{H}_7\text{NO} \cdot 1/2\text{H}_2\text{SO}_4$) 95.0 % 이상을 함유한다.

성상 이 원료는 흰색 ~ 옅은 갈색의 결정성가루로서 냄새는 없거나 약간 특이한 냄새가 있다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 100) 10 mL에 염화제이철시액 5 방울을 넣을 때 액은 적자색 ~ 진한 갈색을 나타낸다.

2) 이 원료의 수용액(1 → 100) 10 mL에 질산은시액 5 방울을 넣을 때 액은 황갈색을 나타내며 서서히 회흑색으로 변하며 혼탁한다.

3) 이 원료의 수용액(1 → 100) 10 mL에 염화바륨시액 5 방울을 넣을 때 액은 백탁이 된다.

4) 이 원료 및 *p*-니트로아닐린 표준품 각 10 mg 을 이소프로판올 · 물 · 강암모니아수(9 : 3 : 1) 혼합액 1 mL에 넣어 녹인 다음 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g을 넣어 흔들어 섞어 검액 및 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 1 μ L씩을 박층판에 점적하고 이소프로필에틸 · 아세톤 · 이소프로판올(10 : 1 : 1) 혼합액을 전개용매로 하여

박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드 · 묽은염산용액(1 → 200) 을 뿌릴 때 *p*-니트로아닐린 표준품에 대하여 Rs 값 1.0 부근에서 황색의 반점을 나타낸다.

5) 이 원료 50 mg을 물 100 mL에 넣어 녹이고 이 액 10 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 $272 \pm 2 \text{ nm}$ 에서 흡수극대를 나타낸다.

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.1 g을 묽은염산 10 mL에 넣어 녹일 때 액은 주황색을 띤 갈색이고 맑다.

2) 에틸가용물 이 원료 약 1 g을 정밀하게 달아 에틸 50 mL에 넣어 환류냉각기를 달아 수욕상에서 때때로 흔들어 섞으면서 1 시간 끓인 다음 뜨거운 때 미리 질량을 단 플라스크에 유리여과기(G_3)로 여과한다. 잔류물을 에틸 20 mL로 씻고 씻은 액 및 여액을 합하여 수욕상에서 증발건고 하고 105 °C 에서 30 분간 건조하여 질량을 단다(1 % 이하).

3) 철 이 원료 0.50 g을 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 다시 황산으로 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣고 수욕상에서 증발건고 한다. 잔류물에 묽은염산 3 방울을 넣고 가온하여 물을 넣어 50 mL로 한다. 이 액 25 mL를 취하여 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(80 ppm 이하).

4) 중금속 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 옅은 적색이 될 때까지 천천히 넣고 묽은초산 2 mL를 넣고 필요하면 여과한다. 잔류물을 물 10 mL로 씻고 씻은 액을 여액과 합하여 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

5) 비소 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산암모늄용액 15 mL를 넣고 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이 액을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 0.3 % 이하(2 g, 105 °C, 2 시간)

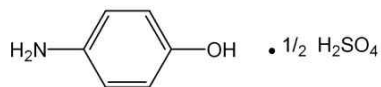
강열잔분 1.0 % 이하(2 g, 제 2 법)

정량법 이 원료를 건조하고 약 0.28 g을 정밀하게 달아 질소정량법에 따라 시험한다.

$$0.05 \text{ mol/L 황산 } 1 \text{ mL} = 15.816 \text{ mg } \text{C}_6\text{H}_7\text{NO} \cdot 1/2\text{H}_2\text{SO}_4$$

저 장 법 기밀용기

황산 *p*-아미노페놀 *p*-Aminophenol Sulfate



p-아미노페놀황산염
황산 4-아미노페놀

C₆H₇NO · 1/2H₂SO₄ : 158.17

이 원료를 건조한 것은 정량할 때 황산 *p*-아미노페놀(C₆H₇NO · 1/2H₂SO₄) 95.0 % 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 흰색 ~ 옅은 회갈색의 가루 또는 침상결정으로서 냄새는 거의 없다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 100) 10 mL에 염화제이철시액 5 방울을 넣을 때 액은 자색을 나타낸다.

2) 이 원료의 수용액(1 → 100) 10 mL에 인팅그스텐산용액(1 → 100) 2 mL 및 탄산 나트륨시액 1 mL를 넣을 때 액은 청자색을 나타낸다.

3) 이 원료의 수용액(1 → 100) 5 mL에 니트로프루시나트륨시액 2 mL를 넣을 때 액은 옅은 녹색을 나타낸다.

4) 이 원료의 수용액(1 → 100) 10 mL에 염화바륨시액 5 방울을 넣을 때 액은 백탁이 된다.

5) 이 원료 및 *p*-아미노페놀 표준품 각 10 mg을 이소프로판올 · 물 · 강암모니아수(9 : 3 : 1) 혼합액 1 mL에 넣어 녹인 다음 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g을 넣어 흔들어 섞은 다음 검액 및 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 1 μL씩을 박층판에 점적하고 이소프로필에틸 · 아세톤 · 이소프로판올(10 : 1 : 1) 혼합액을 전개용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드 · 묽은염산용액(1 → 200) 을 뿌릴 때 표준품과 같은 R_f값에서 황색의 반점을 나타낸다.

6) 이 원료 50 mg을 물 100 mL에 넣어 녹이고 이 액 10 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 273 ± 2 nm 에서 흡수극대를 나타낸다.

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.5 g을 묽은 염산 20 mL에 넣어 녹일 때 액은 무색이며 맑다.

2) 철 이 원료 1.0 g을 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 다시 황산을 넣어 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣어 수욕상에서 증발건고 한 다음 묽은염산 3 방울을 넣어 가온하여 물 25 mL를 넣어 녹인다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 3.0 mL를 넣는다(30 ppm 이하).

3) 에틸가용물 이 원료 1 g을 달아 에틸 50 mL를 넣고 환류냉각기를 달아 수욕상에서 때때로 흔들어 섞으면서 1 시간 끓인 다음 뜨거울 때 미리 질량을 단 플라스크에 유리여과기(G₃)로 여과한다. 잔류물을 에틸 20 mL로 씻고 씻은 액 및 여액을 합하여 수욕상에서 증발건고하고 105 °C 에서 30 분간 건조시켜 질량을 단다(1 % 이하).

4) 중금속 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL 씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 옅은 적색이 될 때까지 천천히 넣고 묽은초산 2 mL를 넣고 필요하면 여과한다. 잔류물을 물 10 mL로 씻고 씻은 액을 여액과 합하고 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

5) 비소 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL 씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산암모늄용액 15 mL를 넣고 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 0.2 % 이하(1.5 g, 105 °C, 2 시간)

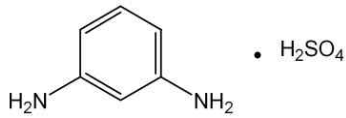
강열잔분 0.2 % 이하(2 g, 제 2 법)

정 량 법 이 원료를 건조하고 약 0.28 g을 정밀하게 달아 질소정량법에 따라 시험한다.

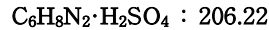
0.05 mol/L 황산 1 mL = 15.816 mg C₆H₇NO · 1/2H₂SO₄

저 장 법 기밀용기

황산 *m*-페닐렌디아민 *m*-Phenylenediamine sulfate



m-페닐렌디아민황산염
 황산 1,3-페닐렌디아민



이 원료를 건조한 것은 정량할 때 황산 *m*-페닐렌디아민($C_6H_8N_2 \cdot H_2SO_4$) 90.0 % 이상을 함유한다.

성상 이 원료는 흰색 ~ 옅은 갈색의 가루로서 약간 특이한 냄새가 있다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 100) 5 mL에 질산은시액 5 방울을 넣어 가열하면 액은 옅은 자색을 나타낸다.

2) 이 원료의 수용액(1 → 100) 10 mL에 아질산나트륨시액 2 방울을 넣을 때 액은 적갈색을 나타낸다.

3) 이 원료의 수용액(1 → 100) 5 mL에 염화바륨시액 5 방울을 넣을 때 흰색의 침전이 생긴다.

4) 이 원료 20 mg을 물에 넣어 녹여 100 mL로 한다. 이 액 10 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 하여 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 235 ± 2 nm 및 285 ± 2 nm 에서 흡수극대를 나타낸다.

5) 이 원료 및 염산 *m*-페닐렌디아민 표준품 각 10 mg을 이소프로판올 · 물 · 강암모니아수(9 : 3 : 1) 혼합액 1 mL 씩에 넣어 녹인 다음 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g을 넣어 흔들어 섞어 검액 및 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 1 μL를 박층판에 점적하고 이소프로판올·아세톤·이소프로판올(10 : 1 : 1) 혼합액을 전개용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드·물은 염산용액(1 → 200)을 뿌릴 때 표준품과 같은 R_f 값에서 적색을 띠는 황색의 반점을 나타낸다.

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.5 g을 묽은염산 1 mL에 넣어 녹일 때 액은 옅은 주황색이며 맑다.

2) 철 이 원료 1.0 g을 정밀하게 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 다시 황산을 넣어 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣고 수욕상에서 증발건고 한 다음 잔류물에 묽은염산 3 방울을 넣어 가온하고 물 25 mL를 넣어 녹인다. 이것을 검액으로 하여

시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

3) 에텔가용물 이 원료 약 1 g을 정밀하게 달아 에텔 50 mL에 넣고 환류냉각기를 달아 수욕상에서 유리여과기(G_3)로 여과한다. 잔류물을 에텔 20 mL로 씻고 씻은 액 및 여액을 합하여 수욕상에서 증발건고 하고 105 °C에서 30 분간 건조하여 질량을 단다(1 % 이하).

4) 중금속 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열하고 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 옅은 적색이 될 때까지 천천히 넣고 묽은초산 2 mL를 넣고 필요하면 여과한다. 잔류물을 물 10 mL로 씻고 씻은 액을 여액과 합하고 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

5) 비소 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산화모늄용액 15 mL를 넣어 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 0.2 % 이하(1.5 g, 실리카겔, 4 시간)

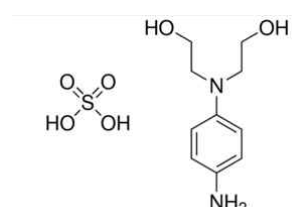
가열잔분 0.2 % 이하(2 g, 제 1 법)

정량법 이 원료를 건조하고 약 0.18 g을 정밀하게 달아 질소정량법에 따라 시험한다.

$$0.05 \text{ mol/L 황산 } 1 \text{ mL} = 10.311 \text{ mg } C_6H_8N_2 \cdot H_2SO_4$$

저장법 기밀용기

황산 N,N-비스(2-히드록시에틸)-*p*-페닐렌디아민
N,N-Bis(2-hydroxyethyl)-*p*-phenylenediamine Sulfate



N,N-비스(2-히드록시에틸)-*p*-페닐렌디아민황산염
 N,N-비스(2-히드록시에틸)-*p*-페닐렌디아민설페이트
 2,2'-[(4-아미노페닐)이미노]비스에탄올설페이트

C₁₀H₁₈N₂O₆S : 294.32

이 원료를 건조한 것은 정량할 때 황산 N,N-비스(2-히드록시에틸)-*p*-페닐렌디아민 (C₁₀H₁₈N₂O₆S) 95.0 % 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 회백색, 밝은 회색 또는 분홍색의 결정 또는 가루이며 냄새는 거의 없다.

확인시험 1) 이 원료 및 황산 N,N-비스(2-히드록시에틸)-*p*-페닐렌디아민 표준품을 가지고 적외부스펙트럼측정법 중 페이스트법에 따라 적외부스펙트럼을 측정할 때 같은 파수에서 같은 강도의 흡수를 나타낸다.

2) 이 원료 약 10 mg을 50 % 메탄올 1 mL에 넣어 녹여 검액으로 한다. 따로 황산 N,N-비스(2-히드록시에틸)-*p*-페닐렌디아민 표준품 약 10 mg을 50 % 메탄올 1 mL에 넣어 녹여 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 5 μL씩을 취하여 박층판에 점적하고 에텔을 전개용매로 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 박층판을 70 °C에서 1분간 방치하고 발색제로 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드·물은염산용액(0.5 → 100)을 뿌릴 때 검액 및 표준액의 반점은 같은 R_f 값에서 같은 색상을 나타낸다.

용 점 163 ~ 171 °C(제 1 법)

순도시험 1) 용해상태 이 원료 약 0.1 g을 묽은염산 10 mL에 넣어 녹일 때 액은 무색을 나타내며 거의 맑다.

2) 철 이 원료 1.0 g을 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 다시 황산으로 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣어 수욕상에서 증발건고하고 잔류물에 묽은염산 3 방울을 넣고 가온한 다음 물을 넣어 50.0 mL로 한다. 이 액 10 mL를 취하여 검액으로 한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(100 ppm 이하).

3) 중금속 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 옅은 적색이 될 때까지 한방울씩 넣고 필요하다면 여과하여 물 10 mL로 씻고 여액과 씻은 액을 네슬러관에 넣어 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

4) 비소 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때 까지 가열한다.

식힌 다음 포화수산암모늄용액 15 mL를 넣고 흰연기가 발생할 때까지 가열한 다음 식히고 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 6.5 % 이하(1 g, 황산, 4시간)

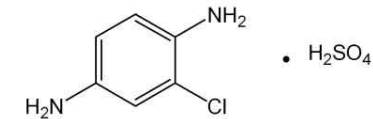
강열잔분 2.0 % 이하(2 g, 제 1 법)

정 량 법 이 원료를 건조하고 약 0.3 g을 정밀하게 달아 질소정량법 제 2 법에 따라 시험한다.

0.05 mol/L 황산 1 mL = 14.7165 mg C₁₀H₁₈N₂O₆S

저 장 법 기밀용기

**황산 *o*-클로로-*p*-페닐렌디아민
o-Chloro-*p*-phenylenediamine Sulfate**



o-클로로-*p*-페닐렌디아민황산염
 황산 2-클로로-*p*-페닐렌디아민
 황산 2-클로로-1,4-페닐렌디아민

C₆H₇ClN₂ · H₂SO₄ : 240.66

이 원료를 건조한 것은 정량할 때 황산 *o*-클로로-*p*-페닐렌디아민(C₆H₇ClN₂·H₂SO₄) 95.0 % 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 옅은 자색 ~ 자색의 가루로서 약간 특이한 냄새가 있다.

확인시험 1) 이 원료 1 g을 물 100 mL에 넣어 잘 흔들어 섞은 다음 여과하여 여액을 검액으로 한다. 검액 5 mL에 질산은시액 5 방울을 넣고 가온할 때 액은 자갈색을 나타낸다.

- 2)** 1)의 검액 5 mL에 염화바륨시액 5 방울을 넣을 때 액은 흰색의 침전이 생긴다.
- 3)** 1)의 검액 3 mL에 풀푸랄·초산시액 4 방울을 넣을 때 액은 주황색을 나타낸다.
- 4)** 이 원료 0.2 g에 물 1 방울을 넣어 적시고 구리망에 묻혀 식품첨가물공전 일반

시험법 중 염색반응시험법에 따라 시험할 때 녹색을 나타낸다.

5) 이 원료 및 염산 *m*-페닐렌디아민 표준품 각 10 mg을 이소프로판올·물·강암모니아수(9 : 3 : 1) 혼합액 1 mL에 넣어 녹인 다음 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g을 넣어 흔들어 섞어 검액 및 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 1 mL를 박층판에 점적하고 이소프로필에틸·아세톤·이소프로판올(10 : 1 : 1) 혼합액을 전개용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드·묽은 염산용액(1 → 200)을 뿌릴 때 염산 *m*-페닐렌디아민 표준품에 대하여 *R_s* 값 1.8 부근에서 주황색 ~ 적색의 반점을 나타낸다.

6) 이 원료 10 mg을 물 100 mL에 넣어 녹이고 이 액 10 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 238 ± 2 nm 및 292 ± 2 nm에서 흡수극대를 나타낸다.

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.2 g을 묽은염산 20 mL에 넣어 녹일 때 액은 어두운 적색 ~ 엷은 적자색이며 거의 맑다.

2) **철** 이 원료 1.0 g을 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하고 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 다시 황산을 넣어 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣어 수욕상에서 증발건고한다. 잔류물에 묽은염산 3 방울을 넣고 가온하여 물 25 mL를 넣어 녹인다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

3) **에틸가용물** 이 원료 1 g을 달아 에틸 50 mL에 넣고 환류냉각기를 달아 수욕상에서 때때로 흔들어 섞으면서 1 시간 끓인 다음 뜨거울 때 미리 질량을 단 플라스크에 유리여과기(G₃)로 여과하고 잔류물을 에틸 20 mL로 씻고 씻은 액 및 여액을 합하여 수욕상에서 증발건고 한 다음 105 °C 에서 30 분간 건조하여 질량을 단다(3 % 이하).

4) **중금속** 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가만히 가열한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 엷은 적색이 될 때까지 천천히 넣고 묽은초산 2 mL를 넣고 필요하면 여과한다. 잔류물을 물 10 mL로 씻고 씻은 액을 여액과 합하고 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

5) **비소** 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL 씩을 추가하여 액이 무색 ~ 엷은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산암모늄용액 15 mL를 넣어 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 1.0 % 이하(1 g, 105 °C, 2 시간)

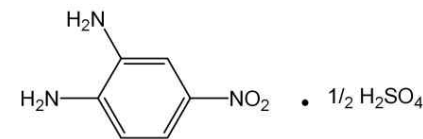
강열잔분 2.0 % 이하(1 g, 제 1 법)

정량법 이 원료를 건조하고 약 0.21 g을 정밀하게 달아 질소정량법에 따라 시험한다.

$$0.05 \text{ mol/L 황산 } 1 \text{ mL} = 12.033 \text{ mg } \text{C}_6\text{H}_7\text{ClN}_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$$

저장법 기밀용기

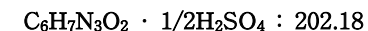
황산 *p*-니트로-*o*-페닐렌디아민 *p*-Nitro-*o*-Phenylenediamine Sulfate



p-니트로-*o*-페닐렌디아민황산염

황산 4-니트로-*o*-페닐렌디아민

황산 4-니트로-1,2-페닐렌디아민



이 원료를 건조한 것은 정량할 때 황산 *p*-니트로-*o*-페닐렌디아민(C₆H₇N₃O₂ · 1/2H₂SO₄) 97.0 % 이상을 함유한다.

성상 이 원료는 다갈색 ~ 회갈색의 가루로서 냄새는 거의 없다.

확인시험 1) 이 원료 0.5 g을 물 100 mL에 넣어 녹이고 여과한다. 여액 5 mL에 염화바륨시액 5 방울을 넣을 때 액은 백탁이 된다.

2) 이 원료 10 mg을 물에 녹여 100 mL로 한다. 이 액 20 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 264 ± 2 nm 에서 흡수극대를 나타낸다.

3) 이 원료 및 *p*-니트로아닐린 표준품 각 10 mg 을 이소프로판올·물·강암모니아수(9 : 3 : 1) 혼합액 1 mL에 넣어 녹인 다음 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g을 넣어 흔들어 섞어 검액 및 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 1 μL씩을 박층판에 점적하고 이소프로필에틸·아세톤·이소프로판올(10 : 1 : 1) 혼합액을 전개용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드·묽은 염산용액(1 → 200)을 뿌릴 때 *p*-니트로아닐린 표준품에 대하여 *R_f* 값 0.7 부근에서 적색을 띠는 황색 ~ 황색의 반점을 나타낸다.

순도시험 1) 용해상태 이 원료 50 mg을 물 100 mL에 넣어 녹일 때 액은 황갈색이고 거의 맑다.

2) 에틸가용물 이 원료 1 g을 달아 에틸 50 mL에 넣고 환류냉각기를 달아 수욕상에서 때때로 흔들어 섞으면서 1 시간 끓인 다음 뜨거울 때 미리 질량을 단 플라스크에 유리여과기(G₄)로 여과한다. 잔류물을 에틸 20 mL로 씻고 씻은 액 및 여액을 합하여 수욕상에서 증발건고 하고 105 °C 에서 30 분간 건조시켜 질량을 단다(1 % 이하).

3) 철 이 원료 0.4 g을 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 다시 황산을 넣어 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣어 수욕상에서 증발건고 한 다음 묽은염산 3 방울을 넣고 가운하여 25 mL를 넣어 녹인다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(50 ppm 이하).

4) 비소 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL 씩을 추가하여 액이 무색 ~ 엷은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산화암모늄용액 15 mL를 넣어 환연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

5) 중금속 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL 씩을 추가하여 액이 무색 ~ 엷은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 엷은 적색이 될 때까지 천천히 넣고 묽은초산 2 mL를 넣고 필요하면 여과한다. 잔류물을 물 10 mL로 씻고 씻은 액을 여액과 합하면 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(10 ppm 이하).

건조감량 1.0 % 이하(1.5 g, 105 °C, 2 시간)

강열잔분 1.0 % 이하(2 g, 제 1 법)

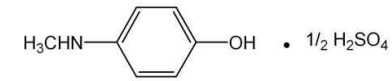
정 량 법 이 원료를 건조하고 약 0.12 g을 정밀하게 달아 아연(입상) 2 g, 물 15 mL 및 염산 15 mL에 넣고 조심하면서 증발건고한다. 식힌 다음 질소정량법에 따라 시험한다.

$$0.05 \text{ mol/L 황산 } 1 \text{ mL} = 6.739 \text{ mg } \text{C}_6\text{H}_7\text{N}_3\text{O}_2 \cdot 1/2\text{H}_2\text{SO}_4$$

저 장 법 기밀용기

황산 *p*-메칠아미노페놀

p-Methylaminophenol Sulfate



p-메칠아미노페놀황산염

황산 4-메칠아미노페놀

$\text{C}_7\text{H}_9\text{NO} \cdot 1/2\text{H}_2\text{SO}_4 : 172.22$

이 원료를 건조한 것은 정량할 때 황산 *p*-메칠아미노페놀($\text{C}_7\text{H}_9\text{NO} \cdot 1/2\text{H}_2\text{SO}_4$) 95.0 % 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 흰색 ~ 엷은 회백색의 결정성가루로서 냄새는 거의 없다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 200) 10 mL에 염화제이철시액 5 방울을 넣을 때 적자색을 나타낸다.

2) 이 원료의 수용액(1 → 200) 10 mL에 염화바륨시액 5 방울을 넣을 때 백색의 침전이 생긴다.

3) 이 원료 및 황산 *p*-메칠아미노페놀 표준품 각 10 mg을 이소프로판올 · 물 · 강암모니아수(9 : 3 : 1) 혼합액 1 mL에 넣어 녹인 다음 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g을 넣어 흔들어 섞어 검액 및 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 1 μL씩을 박층판에 점적하고 이소프로필에틸 · 아세톤 · 이소프로판올(10 : 1 : 1) 혼합액을 전개용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드 · 묽은염산용액(1 → 200)을 뿌릴 때 표준품과 같은 R_f에서 황색의 반점을 나타낸다.

4) 이 원료 50 mg을 물 250 mL에 넣어 녹인다. 이 액 10 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 271 ± 2 nm 및 221 ± 2 nm 에서 흡수극대를 나타낸다.

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.5 g을 묽은염산 10 mL에 넣어 녹일 때 액은 무색이며 맑다.

2) 에틸가용물 이 원료 1 g을 달아 에틸 50 mL를 넣고 환류냉각기를 달아 수욕상에서 때때로 흔들어 섞으면서 1 시간 끓인 다음 뜨거울 때 미리 질량을 단 플라스크에 유리여과기(G₃)로 여과한다. 잔류물을 에틸 20 mL로 씻고 씻은 액 및 여액을 합하여 수욕상에서 증발건고 하고 105 °C 에서 30 분간 건조하여 질량을 단다(0.1 % 이하).

3) 철 이 원료 0.4 g을 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에

서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 다시 황산으로 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣어 수욕상에서 증발건조한 잔류물에 묽은염산 3 방울을 넣고 가온하여 물 25 mL에 넣어 녹인다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(50 ppm 이하).

4) 중금속 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣고 가만히 가열한 다음 때때로 질산 2 ~ 3 mL 씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 옅은 적색이 될 때까지 천천히 넣은 다음 묽은초산 2 mL를 넣고 필요하면 여과한다. 잔류물을 물 10 mL로 씻고 씻은 액을 여액과 합하고 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 3.0 mL를 넣는다(30 ppm 이하).

5) 비소 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 가만히 가열한 다음 때때로 질산 2 ~ 3 mL 씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산화암모늄용액 15 mL를 넣고 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 1.0 % 이하(1 g, 105 °C, 2 시간)

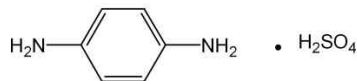
강열잔분 0.5 % 이하(1 g, 제 1 법)

정량법 이 원료를 건조하고 약 0.31 g을 정밀하게 달아 질소정량법에 따라 시험한다.

$$0.05 \text{ mol/L 황산 } 1 \text{ mL} = 17.219 \text{ mg } \text{C}_7\text{H}_9\text{NO} \cdot 1/2\text{H}_2\text{SO}_4$$

저장법 기밀용기

황산 *p*-페닐렌디아민
***p*-Phenylenediamine Sulfate**



p-페닐렌디아민황산염
황산 1,4-페닐렌디아민



이 원료를 건조한 것은 정량할 때 황산 *p*-페닐렌디아민($\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$) 95.0 % 이상을 함유한다.

성상 이 원료는 흰색 ~ 옅은 자색의 가루로서 냄새는 거의 없다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 1000) 5 mL에 질산은시액 5 방울을 넣을 때 액은 녹색 ~ 녹갈색을 나타내며 은이 석출된다.

2) 이 원료의 수용액(1 → 1000) 5 mL에 염화바륨시액 5 방울을 넣을 때 흰색침전이 생긴다.

3) 이 원료의 수용액(1 → 1000) 3 mL에 폴루랄·초산시액 4 방울을 넣을 때 액은 황색을 띠는 적색 ~ 적갈색을 나타낸다.

4) 이 원료 50 mg을 물에 넣어 녹여 100 mL로 한다. 이 액 1 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 $234 \pm 2 \text{ nm}$ 에서 흡수극대를 나타낸다.

5) 이 원료 및 *p*-페닐렌디아민 표준품 각 10 mL을 이소프로판올·물·강암모니아수(9 : 3 : 1) 혼합액 1 mL에 넣어 녹인 다음 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g을 넣어 흔들어 섞어 검액 및 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 1 μL 를 박층판에 점적하고 초산에칠·메탄올·물(50 : 10 : 8) 혼합액을 전개용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드·묽은염산용액(1 → 200)을 뿌릴 때 표준품과 같은 R_f 값에서 황색을 띠는 적색의 반점을 나타낸다.

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.5 g을 묽은염산 30 mL에 넣어 녹일 때 액은 옅은 갈색 또는 옅은 자색을 나타내며 맑다.

2) 에텔가용물 이 원료 1.0 g을 달아 에텔 50 mL에 넣고 환류냉각기를 달아 수욕상에서 때때로 흔들어 섞으면서 1 시간 끓인 다음 뜨거울 때 미리 질량을 단 플라스크에 유리여과기(G_3)로 여과한다. 잔류물을 에텔 20 mL로 씻고 씻은 액 및 여액을 합하여 수욕상에서 증발건조하고 105 °C 에서 30 분간 건조하여 질량을 단다(1 % 이하).

3) 철 이 원료 1.0 g을 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 되도록 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 다시 황산을 넣어 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣고 수욕상에서 증발건조한다. 잔류물에 묽은염산 3 방울을 넣고 가온하여 물 25 mL를 넣어 녹인다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

4) 중금속 이 원료 1.0 g을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣고 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL 씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 옅은 적색이 될 때까지 천천히 넣고 묽은초산 2 mL를 넣고 필요하면 여과한다. 잔류

물을 물 10 mL로 씻고 씻은 액은 여액과 합하고 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

5) 비소 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 가만히 가열한다. 식힌 다음 포화수산화암모늄용액 15 mL를 넣어 흰연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 0.2 % 이하(1.5 g, 실리카겔, 4 시간)

강열잔분 0.2 % 이하(2 g, 제 1 법)

정 량 법 이 원료를 건조하고 약 0.22 g을 정밀하게 달아 질소정량법에 따라 시험한다.

$$0.05 \text{ mol/L 황산 } 1 \text{ mL} = 10.311 \text{ mg } \text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$$

저 장 법 기밀용기

황산철수화물

Ferrous Sulfate Hydrate

황산철

황산제일철

황산철(II)철수화물

$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$: 278.02

이 원료는 정량할 때 황산철수화물($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 98.0 ~ 104.0 %를 함유한다.

성 상 이 원료는 연한 초록색의 결정 또는 결정성 가루로 냄새는 없고 맛은 수렴성이다. 이 원료는 물에 잘 녹으며 에탄올(95) 또는 에테르에는 거의 녹지 않는다.

이 원료는 건조 공기 중에서 풍해되기 쉬우며 습한 공기 중에서 결정의 표면이 황갈색으로 변한다.

확인시험 이 원료의 수용액(1 → 10)은 철(II)염 및 황산염의 정성반응을 나타낸다.

순도시험 1) 용해상태 이 원료 1.0 g을 물 20 mL 및 묽은황산 1 mL에 녹일 때 액은 맑다.

2) 산 이 원료를 가루로 하여 5.0 g을 에탄올(95) 50 mL를 넣어 2 분간 흔들어 섞은 다음 여과한다. 여액 25 mL에 물 50 mL, 브롬치몰블루시액 3 방울 및 묽은수산화나트륨시액 0.5 mL를 넣을 때 액은 파란색이다.

3) 수은 이 조작은 차광한 용기를 써서 한다. 이 원료 약 1 g을 정밀하게 달아 회

석시킨 질산(1 → 10) 30 mL를 넣어 수욕에서 가열하면서 녹인다. 얼음욕에 빨리 넣어 식히고 미리 회석시킨 질산(1 → 10)과 물로 씻은 여과기를 써서 여과한다. 여액에 구연산나트륨용액(1 → 4) 20 mL 및 염산히드록실아민 시액 1 mL를 넣어 검액으로 한다. 따로 수은표준액 3.0 mL, 회석시킨 질산(1 → 4) 30 mL, 구연산나트륨용액(1 → 4) 5 mL 및 염산히드록실아민 1 mL를 가지고 비교액을 만든다. 비교액에 암모니아시액을 넣어 pH를 1.8로 조정하고 검액에는 황산을 써서 pH 1.8로 조정하여 각각 분액갈때기에 옮긴다. 검액 및 비교액을 가지고 다음과 같이 시험한다. 추출용디티존액 5 mL 및 클로로포름 5 mL씩으로 2 회 추출하고 클로로포름추출액은 다른 분액갈때기에 옮긴다. 여기에 회석시킨 염산(1 → 2) 10 mL를 넣어 흔들어 섞은 다음 방치하여 클로로포름층은 버린다. 산추출액을 클로로포름 3 mL로 씻고 씻은 액은 버린다. 에칠렌디아민테트라초산디나트륨용액(1 → 50) 0.1 mL 및 6 mol/L 초산 2 mL를 넣고 섞은 다음 암모니아시액 5 mL를 천천히 넣는다. 분액갈때기 뚜껑을 닫고 흐르는 찬물로 식힌 다음 뚜껑을 열고 내용물을 비커에 옮긴다. 앞에서와 같은 방법으로 검액 및 비교액을 pH 1.8로 조정하고 다시 각각의 분액갈때기에 옮긴다. 회석시킨 추출용디티존액 5.0 mL를 넣고 세게 흔들어 섞은 다음 방 치한다. 회석시킨 추출용디티존액을 대조로 하여 검액과 비교액의 클로로포름층에 나타난 색상을 비교할 때 검액의 색상은 비교액의 색상보다 진하지 않다 (3 ppm 이하).

○ 수은표준원액 염화수은(II) 135.4 mg을 100 mL 용량플라스크에 넣고 0.5 mol/L 황산시액을 넣어 녹인 다음 표선까지 채워 섞는다. 이 액은 100 mL 중 수은(Hg) 0.1 g을 함유한다.

○ 수은표준액 쓸 때 수은표준원액 1.0 mL를 취하여 1000 mL의 용량플라스크에 넣고 0.5 mol/L 황산시액을 넣어 표선까지 채워 섞는다. 이 액 1 mL는 수은(Hg) 1 μg 을 함유한다.

○ 회석시킨 추출용디티존액 쓸 때 추출용디티존액 5 mL를 클로로포름 25 mL로 회석한다.

4) 납 이 원료 1.0 g을 달아 50 mL 용량플라스크에 넣고 9 mol/L 염산 10 mL, 물 약 10 mL, 아스코르빈산·요오드화나트륨시액 20 mL 및 트리옥틸포스핀옥시드의 4-메칠-2-펜타논용액(5 → 100) 5 mL를 넣어 30 초간 흔든 다음 층이 분리될 때까지 정치한다. 다음에 용량플라스크 목부분에 물을 넣고 다시 흔든 다음 정치하여 유기용매층을 취하여 검액으로 한다. 따로 질산납표준원액 5 mL를 정확하게 취하여 물을 넣어 정확하게 100 mL로 하고 이 액 2 mL를 정확하게 취하여 50 mL 용량플라스크에 넣고 이하 검액과 같은 방법으로 조작하여 표준액으로 한다. 검액 및 표준액을 가지고 다음 조건으로 원자흡광광도법에 따라 시험할 때 검액의 흡광도는 표준액의 흡광도보다 적다.

사용기체 : 용해아세틸렌 - 공기

램프 : 납중공음극램프

파장 : 283.8 nm

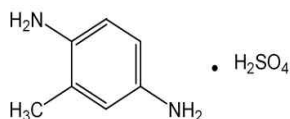
5) 비소 이 원료 1.0 g을 달아 제1법에 따라 조작하여 시험한다 (2 ppm 이하).

정량법 이 원료 약 0.7 g를 정밀하게 달아 물 20 mL, 묽은 황산시액 20 mL 및 인산 2 mL 넣은 다음 곧 0.02 mol/L 과망간산칼륨액으로 적정한다.

0.02 mol/L 과망간산칼륨액 1 mL = 27.80 mg FeSO₄·7H₂O

저장법 기밀용기.

황산 톨루엔-2, 5-디아민 Toluene-2,5-diamine Sulfate



톨루엔-2, 5-디아민황산염

황산 메칠-2,5-페닐렌디아민, 황산 *o*-메칠-*p*-페닐렌디아민,

황산 *p*-톨루렌디아민, 황산 *p*-톨루이렌디아민,

황산 2,5-디아미노톨루엔, 황산 2,5-톨루이렌디아민,

황산 2-메칠-*p*-페닐렌디아민, 황산 2,5-톨루엔디아민 **C₇H₁₀N₂·H₂SO₄ : 220.25**

이 원료를 건조한 것은 정량할 때 황산 톨루엔-2, 5-디아민(C₇H₁₀N₂ · H₂SO₄) 95.0 % 이상을 함유한다.

성상 이 원료는 회색 ~ 엷은 적자색의 결정성가루로서 냄새는 없거나 약간 특이한 냄새가 있다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 100) 3 mL에 풀푸랄·초산시액 4 방울을 넣을 때 액은 황색을 띠는 적색을 나타낸다.

2) 이 원료의 수용액(1 → 100) 10 mL에 염화바륨시액 5 방울을 넣을 때 액은 백탁

이 된다.

3) 이 원료의 수용액(1 → 100) 10 mL에 질산은시액 5 방울을 넣을 때 액은 적자색 ~ 자색을 나타낸다.

4) 이 원료 15 mg 을 물 100 mL에 녹인 다음 이 액 10 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 235 ± 2 nm 및 286 ± 2 nm 에서 흡수극대를 나타낸다.

5) 이 원료 및 염산 *m*-페닐렌디아민 표준품 각 10 mg을 이소프로판올·물·강암모니아수(9 : 3 : 1) 혼합액 1 mL에 넣어 녹인 다음 각각에 아황산수소나트륨 0.1 g 을 넣어 흔들어서 섞어 검액 및 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 1 μL를 박층판에 점적하고 이소프로필에틸·아세톤·이소프로판올(10 : 1 : 1) 혼합액을 전개용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드·묽은염산용액(1 → 200) 을 뿌릴 때 염산 *m*-페닐렌디아민 표준품에 대하여 Rs 값 0.9 부근에서 주황색 ~ 황색의 반점을 나타낸다.

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.1 g 을 묽은염산 10 mL에 넣어 녹일 때 액은 엷은 적자색이며 거의 맑다.

2) 철 이 원료 1.0 g 을 정밀하게 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 황산을 넣어 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣고 수용상에서 증발건고 한 다음 잔류물에 묽은 염산 3 방울을 넣어 가온하고 물 25 mL를 넣어 녹인다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

3) 에틸가용물 이 원료 1 g 을 정밀하게 달아 에텔 50 mL에 넣고 환류냉각기를 달아 수용상에서 때때로 흔들어 섞으면서 1 시간동안 끓인다. 뜨거울 때 유리여과기(G₃)를 사용하여 미리 질량을 단 플라스크에 여과한다. 잔류물을 에텔 20 mL로 씻고 씻은 액 및 여액을 합하여 수용상에서 증발건고 한 다음 105 °C 에서 30 분간 건조하여 질량을 단다(1 % 이하).

4) 중금속 이 원료 1.0 g 을 황산 5 mL 및 질산 20 mL에 넣고 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL 씩을 추가하여 액이 무색 ~ 엷은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 엷은 적색이 될 때까지 천천히 넣어주고 묽은초산 2 mL를 넣고 필요하면 여과한다. 잔류물을 물 10 mL로 씻고 씻은 액을 여액과 합하고 물을 넣어 50 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

5) 비소 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 천천히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL 씩을 추가하여 액이 무색 ~ 엷은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산암모늄용액 15 mL를 넣고 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식

힌 다음 물을 넣어 10 mL로 한다. 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

건조감량 5.0 % 이하(1 g, 105 °C, 2 시간)

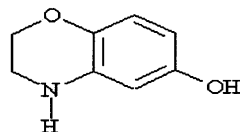
강열잔분 0.3 % 이하(2 g, 제 1 법)

정량법 이 원료를 건조하고 약 0.20 g을 정밀하게 달아 질소정량법에 따라 시험한다.

$$0.05 \text{ mol/L 황산 } 1 \text{ mL} = 11.012 \text{ mg } \text{C}_7\text{H}_{10}\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$$

저장법 기밀용기

히드록시벤조모르포린 Hydroxybenzomorpholine



3,4-dihydro-2H-1,4-benzoxazin-6-ol

C₈H₉NO₂ : 151.16

이 원료는 정량할 때 환산한 무수물에 대하여 히드록시벤조모르포린(C₈H₉NO₂ : 151.16) 98.0 ~ 101.0 % 이상을 함유한다.

성상 이 원료는 분홍색~엷은 자주빛을 띠는 결정성의 가루로 약한 특이한 냄새가 있다.

확인시험 1) 이 원료를 가지고 적외부스펙트럼측정법 브롬화칼륨정제법에 따라 측정할 때 파수 3322 cm⁻¹, 1627-1605 cm⁻¹, 1515-1487 cm⁻¹, 1331 cm⁻¹, 1227 cm⁻¹, 1204 cm⁻¹, 1169 cm⁻¹ 부근에서 흡수를 나타낸다.

2) 이 원료 약 0.4 g을 정밀하게 달아 에탄올을 넣어 녹여 100 mL로 하고 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡광도를 측정할 때 파장 208 nm 및 244 nm에서 흡수극대를 나타낸다.

순도시험 1) **용해상태** 이 원료 약 0.1 g에 물 10 mL를 넣고 녹일 때 그 액은 맑으며 무색이다.

2) **유연물질** 이 원료 약 0.1 g을 정밀하게 달아 에탄올을 넣어 녹여 10 mL로 한

액을 검액으로 한다. 이 액 1 mL를 정확하게 취하여 에탄올(95)을 넣어 정확하게 100 mL로 하여 표준액으로 한다. 검액 및 표준액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 표준액 5 μL씩을 박층크로마토그래프용실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 초산에질을 전개용매로 하여 점적한 곳으로부터 약 12 cm 전개한 다음 박층판을 전개용매 냄새가 나지 않을 때까지 건조한다. 여기에 발색제로 4-니트로벤젠디아조늄클로라이드 시액을 고르게 뿌릴 때 검액에서 얻은 주 반점이외의 반점은 표준액에서 얻은 반점보다 진하지 않다.

3) **중금속** 이 원료 1.0 g을 달아 중 제 2법에 따라 조작하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

4) **비소** 이 원료 1.0 g을 달아 비소시험법 제 3 법에 따라 조작하여 시험한다 (2 ppm 이하).

용점 112 ~ 118 °C

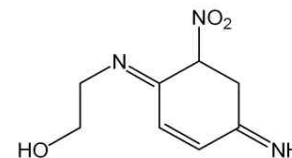
수분 0.5 % 이하(2 g)

강열잔분 1.0 % 이하(2 g)

정량법 이 원료 약 175 mg을 정밀하게 달아 초산 70 mL에 녹이고 0.1 mol/L 과염소산으로 적정한다(적정종말점검출법 전위차적정법). 같은 방법으로 공시험을 하여 보정한다.

$$0.1 \text{ mol/L 과염소산액 } 1 \text{ mL} = 15.1 \text{ mg } \text{C}_8\text{H}_9\text{NO}_2$$

N-(2-히드록시에틸)-2-니트로-p-페닐렌디아민 N-(2-hydroxyethyl)-2-nitro-p-phenylenediamine



C₈H₁₁N₃O₃ : 197.1

이 원료는 정량할 때 N-(2-히드록시에틸)-2-니트로-p-페닐렌디아민(C₈H₁₁N₃O₃) 99.0

% 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 흑색 결정성가루이다.

확인시험 1) 이 원료 및 N-(2-히드록시에틸)-2-니트로-p-페닐렌디아민 표준품 0.1 g 씩을 메탄올 10 mL에 녹여 원심분리하여 상정액을 검액 및 표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 표준액 5 μ L씩을 취하여 박층크로마토그래프용 실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 초산에칠을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 발색제로 p-디메칠아미노벤즈알데히드· 묽은염산용액(0.5→100)을 뿌릴 때 검액 및 표준액에서 얻은 반점의 R_f 값 및 색상은 같다.

2) 이 원료 약 50 mg을 물에 넣어 녹여 100 mL로 한다. 이 액 10 mL를 취하여 물을 넣어 1 L로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 503 ~ 507 nm에서 흡수 극대를 나타낸다.

용 점 120 ~ 125 °C(제 1 법)

순도시험 1) 철 이 원료 2.0 g 을 달아 황산 5 방울을 넣어 적시고 천천히 가열하여 저온에서 거의 회화 또는 휘산시킨 다음 다시 황산으로 적시고 완전히 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 0.5 mL를 넣고 수욕상에서 증발건조하여 잔류물에 묽은염산 3 방울을 넣어 가온하고 물 25 mL를 넣어 녹인다. 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 철표준액 1.0 mL를 넣는다(5 ppm 이하).

2) **중금속** 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 20 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL 씩을 추가하여 액이 무색 ~ 엷은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 10 mL 및 페놀프탈레인시액 1 방울을 넣고 암모니아시액을 액이 엷은 적색이 될 때까지 넣고 필요하면 여과하여 물 10 mL로 씻고 여액과 씻은 액을 네슬러관에 넣어 물을 넣어 50 mL로 한 액을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 쓴다(20 ppm 이하).

3) **비소** 이 원료 1.0 g을 황산 2 mL 및 질산 5 mL에 넣어 가만히 가열한다. 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 엷은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산화모늄용액 15 mL를 넣는다. 흰 연기가 발생할 때까지 가열한 다음 식히고 물을 넣어 10 mL로 한 액을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

수 분 0.3 % 이하(1g, 용량적정법, 직접적정)

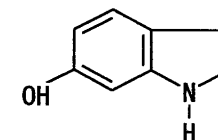
강열잔분 0.2 % 이하(2g, 제 1 법)

정 량 법 이 원료 약 0.12 g을 정밀하게 달아 질소정량법 제 2 법에 따라 시험한다.

0.05 mol/L 황산 1 mL = 6.573 mg C₈H₇N₃O₃

저 장 법 기밀용기

6-히드록시인돌 6-Hydroxyindole



C₈H₇NO : 133.15

이 원료는 정량할 때 환산한 무수물에 대하여 6-히드록시인돌(C₈H₆N₂O : 133.15) 97.0 ~ 101.0 % 이상을 함유한다.

성 상 이 원료는 옅은 갈색 ~ 회색을 띠는 가루이며, 약간 특이한 냄새가 있다.

확인시험 1) 이 원료의 수용액(1 → 1000) 10 mL에 염화제일철시액 1 방울을 넣을 때 액은 연한 갈색 ~ 검은색을 나타낸다.

2) 이 원료 0.01 g에 황산 2 mL를 넣어 녹일 때 액은 초록색을 띠며, 다시 물 5 mL를 넣을 때 액은 노란색으로 변한다.

3) 이 원료 0.025 g에 에탄올 200 mL를 넣어 녹이고 이 액 2 mL를 가지고 에탄올을 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 가지고 자외가시부흡광도측정법에 따라 흡수스펙트럼을 측정할 때 파장 218 ± 2 nm 에서 흡수극대를 나타낸다.

4) 이 원료를 가지고 적외부스펙트럼측정법의 브롬화칼륨정제법에 따라 시험할 때, 파수 3394 cm⁻¹, 1625 cm⁻¹, 1590 cm⁻¹, 1505 cm⁻¹, 1428 cm⁻¹, 1235 cm⁻¹, 818 cm⁻¹ 부근에서 흡수를 나타낸다.

용 점 124 ~ 128 °C

순도시험 1) 용해상태 이 원료 0.5 g에 에탄올 10 mL를 넣어 녹일 때, 액은 옅은 황갈색 ~ 어두운 갈색을 나타내고 맑다.

2) **철** 이 원료 1.0 g을 달아 제 3 법으로 조제하여 A법에 따라 시험한다. 비교액에는 철표준액 3.0 mL를 넣는다(30 ppm 이하).

3) **중금속** 이 원료 1.0 g을 달아 제 2 법에 따라 조작하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

4) 비소 이 원료 1.0 g을 달아 제 3 법에 따라 조작하여 시험한다(2 ppm 이하).

수 분 1.0 % 이하 (1.0 g)

강열잔분 0.1 % 이하 (1.0 g)

정 량 법 이 원료 약 0.1 g을 정밀하게 달아 0.5 % 염산수용액 2 mL 및 이동상을 넣어 정확하게 50 mL로 하고 30 분간 잘 섞는다. 이 액 10 mL를 정확하게 취하여 다시 이동상을 넣어 정확하게 50 mL로 하여 검액으로 한다. 따로 6-히드록시인돌 표준품을 가지고 검액과 같은 방법으로 조제하여 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 10 μ L씩을 가지고 다음 조건으로 액체크로마토그래프법에 따라 시험하여 각 액의 6-히드록시인돌의 피크면적 A_T 및 A_S 을 측정한다.

$$6\text{-히드록시인돌}(\text{C}_5\text{H}_6\text{N}_2\text{O})\text{의 양}(\text{mg}) = 6\text{-히드록시인돌표준품의 양}(\text{mg}) \times \frac{A_T}{A_S}$$

조작조건

검 출 기 : 자외부흡광광도계(측정파장 292 nm)

칼 럼 : 안지름 약 4 mm, 길이 약 250 mm인 스테인레스강관에 5 μ m의 액체 크로마토그래프용옥타데실릴실리카겔을 충전한 것 또는 이와 동등한 칼럼

이 동 상 : 아세토니트릴·물혼합액 (37 : 63)을 인산으로 pH 3.5로 조정한다.

유 량 : 1.0 mL/분

과황산암모늄 분말

Ammonium Persulfate powder

이 기능성화장품은 정량할 때 표시량의 90.0 % 이상에 해당하는 과황산암모늄 ((NH₄)₂S₂O₈ : 228.20)을 함유한다.

확인시험 1) 이 기능성화장품 1 g을 취하여 수산화나트륨시액 5 mL에 넣고 가열하면 암모니아 냄새가 있는 가스가 발생하고 이 가스는 물에 적신 적색리트머스지를 청색으로 변화시킨다.

2) 묽은황산 5 mL에 황산망간용액(1 → 100) 2 ~ 3 방울을 넣고 여기에 질산은시액 1 방울 및 이 기능성화장품 0.4 g을 넣어 가온하면 액은 홍색을 나타낸다.

정 량 법 과황산암모늄 약 1.5 g에 해당하는 양을 정밀하게 달아 물에 녹여 250 mL

로 하고 그 중 50 mL를 취하여 0.1 mol/L 황산제일철암모늄액 40 mL 및 인산 5 mL을 넣은 다음 과량의 황산제일철암모늄을 0.02 mol/L 과망간산칼륨액으로 적정한다. 같은 방법으로 공시험하여 보정한다.

$$0.1 \text{ mol/L 황산제일철암모늄액 } 1 \text{ mL} = 11.41 \text{ mg}(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$$

저 장 법 기밀용기

과황산암모늄·과황산나트륨 분말

Ammonium Persulfate and Sodium Persulfate Powder

이 기능성화장품은 정량할 때 표시량의 90.0 % 이상에 해당하는 총과황산(S₂O₈ : 192.13)을 함유한다.

확인시험 1) 이 기능성화장품 1 g을 황산망간용액(1 → 10)에 황산 2 mL를 넣은 액 및 질산은용액(1 → 50) 2 mL에 넣어서 가온할 때 액은 적자색을 나타낸다.

2) 이 기능성화장품의 수용액(1 → 10)은 나트륨염의 정성반응을 나타낸다.

3) 이 기능성화장품 1 g을 과량의 수산화나트륨시액에 넣어 가온하면 암모니아냄새가 나며 이 가스는 물에 적신 적색리트머스시험지를 청색으로 변화시킨다.

정 량 법 총과황산(S₂O₈) 약 0.3 g에 해당하는 양을 정밀하게 달아 물 50 mL에 넣어 녹이고 0.2 mol/L 황산제일철암모늄액 25 mL를 넣고 마개를 하여 흔들어 섞은 다음 인산 5 mL를 넣은 다음 과량의 황산제일철암모늄액을 0.04 mol/L 과망간산칼륨액으로 적정한다. 같은 방법으로 공시험하여 보정한다.

$$0.2 \text{ mol/L 황산제일철암모늄액 } 1 \text{ mL} = 19.21 \text{ mg S}_2\text{O}_8$$

저 장 법 기밀용기

과황산암모늄·과황산칼륨 분말

Ammonium Persulfate and Potassium Persulfate Powder

이 기능성화장품은 정량할 때 표시량의 90.0 % 이상에 해당하는 총과황산(S_2O_8 : 192.13)을 함유한다.

확인시험 1) 이 기능성화장품 1 g을 황산망간용액(1 → 10)에 황산 2 mL를 넣은 액 및 질산은용액(1 → 50) 2 mL에 넣어서 가운할 때 액은 적자색을 나타낸다.

2) 이 기능성화장품의 수용액(1 → 10)은 칼륨염의 정성반응을 나타낸다.

3) 이 기능성화장품 1 g을 과량의 수산화나트륨시액에 넣어 가운하면 암모니아 냄새가 나며 이 가스는 물에 적신 적색리트머스시험지를 청색으로 변화시킨다.

정량법 총과황산(S_2O_8) 약 0.3 g에 해당하는 양을 정밀하게 달아 물 50 mL에 넣어 녹이고 0.2 mol/L 황산제일철암모늄액 25 mL를 넣고 마개를 하여 흔들어 섞은 다음 인산 5 mL를 넣은 다음 과량의 황산제일철암모늄액을 0.04 mol/L 과망간산칼륨액으로 적정한다. 같은 방법으로 공시험하여 보정한다.

$$0.2 \text{ mol/L 황산제일철암모늄액 } 1 \text{ mL} = 19.21 \text{ mg } S_2O_8$$

저장법 기밀용기

p-페닐렌디아민·과붕산나트륨사수화물 분말

p-Phenylenediamine and Sodium Perborate Tetrahydrate Powder

이 기능성화장품은 정량할 때 표시량의 90.0 % 이상에 해당하는 *p*-페닐렌디아민($C_6H_8N_2$: 108.14) 및 과붕산나트륨사수화물($NaBO_3 \cdot 4H_2O$: 153.86)을 함유한다.

확인시험 1) *p*-페닐렌디아민 이 기능성화장품을 *p*-페닐렌디아민 10 mg에 해당하는 양을 달아 에탄올 10 mL에 넣어 녹이고 여과하여 여액을 검액으로 한다. 따로 *p*-페닐렌디아민 표준품 10 mg을 달아 에탄올 10 mL에 넣어 녹여 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 10 μ L씩을 박층판에 점적하고 초산에칠을 전개용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메틸아미노벤즈알데히드·뮌은염산용액(0.5 → 100)을 고루 뿌리고 건조할 때 검액과 표준액은 같은 R_f 값에서 같은 색상의 반점을 나타낸다.

2) 과붕산나트륨 1)항에서 얻은 잔류물을 물에 녹일 때 이 기능성화장품은 나트륨염, 붕산염 및 과산화물의 정성반응을 나타낸다.

정량법 1) *p*-페닐렌디아민 이 기능성화장품을 *p*-페닐렌디아민($C_6H_8N_2$) 약 0.25 g에 해당하는 양을 정밀하게 달아 삼각플라스크에 넣고 무수에탄올 20 mL를 넣어 추출한다. 잔류물을 무수에탄올 20 mL씩으로 4 회 씻고 여과하여 여액과 씻은 액을 합한다(잔류물은 다음 시험을 위하여 보관한다). 여기에 염산을 넣고 흔들어 섞은 다음 15 $^{\circ}C$ 로 식히고 얼음조각 15 g을 넣고 저으면서 0.1 mol/L 아질산나트륨액으로 천천히 적정한다. 이때 적정의 종말점은 0.1 mol/L 아질산나트륨액을 떨어뜨린 후 1 분 후에 적정한 액을 유리막대에 묻혀서 요오드화·아연전분지에 대었을 때 곧 청색이 나타날 때로 한다. 같은 방법으로 공시험하여 보정한다.

$$0.1 \text{ mol/L 아질산나트륨액 } 1 \text{ mL} = 10.81 \text{ mg } C_6H_8N_2$$

2) 과붕산나트륨사수화물 정량법 1)에서 얻은 잔류물을 물 100 mL를 사용하여 요오드병에 옮기고 요오드화칼륨 1 g 및 묽은황산 10 mL를 넣고 냉소에서 90 분간 방치한 다음 0.1 mol/L 치오황산나트륨액으로 적정한다(지시약 : 전분시액). 같은 방법으로 공시험하여 보정한다.

$$0.1 \text{ mol/L 치오황산나트륨액 } 1 \text{ mL} = 7.693 \text{ mg } NaBO_3 \cdot 4H_2O$$

저장법 기밀용기

황산 *p*-페닐렌디아민 · 황산 *m*-페닐렌디아민 ·

황산 *m*-아미노페놀 · 황산 *o*-아미노페놀 · 과붕산나트륨 분말 Compound *p*-Phenylenediamine Sulfate, *m*-Phenylenediamine Sulfate, *m*-Aminophenol Sulfate, *o*-Aminophenol Sulfate and Sodium Perborate Powder

이 기능성화장품은 정량할 때 표시량의 90.0 % 이상에 해당하는 과붕산나트륨($NaBO_3 \cdot H_2O$: 99.81)을 함유한다.

확인시험 1) 황산 *p*-페닐렌디아민, 황산 *m*-페닐렌디아민, 황산 *m*-아미노페놀 및 황산 *o*-아미노페놀 이 기능성화장품 1 g을 이소프로판올·물·강암모니아수(9 : 3 : 1) 혼합액 5 mL에 넣고 잘 분산시켜 녹인다. 이 액을 여과하고 여액에 아황산수

소나트륨 0.5 g 을 넣어 흔들어 섞고 이것을 검액으로 한다. 따로 황산 *p*-페닐디아민, 황산 *m*-페닐렌디아민, 황산 *m*-아미노페놀 및 황산 *o*-아미노페놀 표준품 5 mg 씩을 달아 검체와 같은 방법으로 조작하여 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 각 5 μ L 씩을 박층판에 점적하고 초산에칠·클로로포름·디클로로메탄(9 : 5 : 2) 혼합물을 전개용매로 하여 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 발색제로 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드·묽은염산용액(0.5 \rightarrow 100)을 뿌리고 건조할 때 검액 및 표준액은 같은 R_f 값에서 같은 색상의 반점을 나타낸다.

2) 과붕산나트륨 이 기능성화장품의 염산산성용액에 쿠르쿠마시험지를 적신 다음 가온하여 건조하면 적색을 나타내고 여기에 암모니아시액을 천천히 넣으면 청색으로 변한다.

정 량 법 이 기능성화장품을 과붕산나트륨($\text{NaBO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 약 0.5 g 에 해당하는 양을 정밀하게 달아 에탄올 10 mL 에 분산시킨 다음 묽은황산 30 mL 를 넣고 물을 넣어 250.0 mL 로 한다. 이 때 거품이 생겨 표선을 채우기 어려울 때에는 에탄올 2 ~ 3 방울을 넣은 다음 채운다. 이 액 50.0 mL 를 취하여 요오드화칼륨시액 20 mL 를 넣고 다시 몰리브덴산암모늄시액 2 ~ 3 방울을 넣어 유리하는 요오드를 0.1 mol/L 치오황산나트륨액으로 적정한다(지시약 : 전분시액 2 ~ 3 mL). 같은 방법으로 공시험하여 보정한다.

$$0.1 \text{ mol/L 치오황산나트륨액 } 1 \text{ mL} = 4.991 \text{ mg NaBO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$$

염모력시험 기능성화장품 기준및시험방법 일반시험법 중 제제 IX-2, 제제 3. 염모력 시험에 따라 시험할 때 효능효과에서 표시한 색상과 거의 같은 색으로 염색된다.

저 장 법 기밀용기

2제형 산화형 염모제

모발의 염색을 목적으로 하는 외용제로서 다음 기준 및 시험방법을 준용할 수 있는 2 제형의 산화형 염모제를 말한다. 이 기능성화장품은 다음 시험법에 따라 정량할 때 표시량의 90.0 ~ 110.0 %에 해당하는 과산화수소($\text{H}_2\text{O}_2 : 34.02$)를 함유한다.

구성 및 재료 주성분의 종류, 분류 및 규격 등은 식품의약품안전처고시 기능성화장품 심사에 관한 규정 [별표 4] 4. 모발의 색상을 변화(탈염·탈색 포함)시키는 기능을 가진

화장품 중 2제형의 산화형 염모제에 따른다.

제 형 표시색상의 분말, 크림, 로션, 액 또는 에어로졸이다.

[제 1제(염모제)와 제 2 제(산화제)에 대하여 각각 기재한다.]

확인시험 1) 제 1 제의 주성분 가) 크림제인 경우 이 기능성화장품 2 ~ 10 g 을 묽은황산 30 mL, 황산나트륨 5 g 및 물 20 mL 에 넣어 잘 저어 섞고 끓을 때까지 가열한 다음 방치한다. 아래층을 취하여 약 10 mL 가 될 때까지 가열농축하고 식힌 다음 5 mL 를 취하여 강암모니아수를 넣어 알칼리성으로 한다. 여기에 이소프로판올 1 mL 를 넣어 잘 흔들어 섞고 아황산수소나트륨 1 g 을 넣어 다시 흔들어 섞은 다음 방치한다. 위의 맑은 액을 취하여 검액으로 한다. 따로 각 주성분의 표준품 약 5 ~ 10 mg 에 이소프로판올·물·강암모니아수혼합액(9 : 3 : 1) 5 mL 를 넣어 녹이고 아황산수소나트륨 0.5 g 을 넣고 흔들어 섞어 방치한 다음 상층을 취하여 표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 표준액 각 5 μ L 씩을 박층크로마토그래프용 실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 이소프로필에테르·아세톤·이소프로판올(10 : 1 : 1) 혼합액, 초산에칠·벤젠·초산혼합액(10 : 10 : 2), 초산·벤젠혼합액(1 : 1) 또는 적당한 용매를 전개용매로 하여, 약 20 cm 전개한 다음 박층판을 말린다. 여기에 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드·묽은염산용액(0.5 \rightarrow 100), 또는 적당한 발색제를 고르게 뿌리고 건조할 때 검액 및 표준액에서 얻은 반점의 색상 및 R_f 값은 같다.

나) 액제 또는 로션제인 경우 이 기능성화장품 2 ~ 10 g (2 ~ 10 mL) 에 아황산나트륨 0.6 g, 황산나트륨 1.2 g 을 넣고 에탄올을 넣어 녹여 25 mL 로 하여 섞고 방치한 다음 그 위의 맑은액을 검액으로 한다. 따로 각 주성분의 표준품 약 5 ~ 10 mg 을 취하여 검액과 같은 방법으로 조작하여 표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 표준액 각 5 μ L 씩을 박층크로마토그래프용 실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 이소프로필에테르·아세톤·이소프로판올(10 : 1 : 1) 혼합액, 초산에칠·벤젠·초산혼합액(10 : 10 : 2), 초산·벤젠혼합액(1 : 1) 또는 적당한 용매를 전개용매로 하여, 약 20 cm 전개한 다음 박층판을 말린다. 여기에 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드·묽은염산용액(0.5 \rightarrow 100), 또는 적당한 발색제를 고르게 뿌리고 건조할 때 검액 및 표준액에서 얻은 반점의 색상 및 R_f 값은 같다.

다) 분말제인 경우 이 기능성화장품 1 g 을 이소프로판올·물·강암모니아수혼합액(9 : 3 : 1) 5 mL 에 넣고 잘 분산시켜 녹인다. 이 액을 여과하고 여액에 아황산수소나트륨 0.5 g 을 넣어 흔들어 섞고 이것을 검액으로 한다. 따로 각 주성분의 표준품 약

5 ~ 10 mg을 취하여 검액과 같은 방법으로 조작하여 표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 표준액 5 μ L씩을 박층크로마토그래프용 실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 이소프로필에테르·아세톤·이소프로판올혼합액(10 : 1 : 1), 초산에칠·벤젠·초산혼합액(10 : 10 : 2), 초산·벤젠혼합액(1 : 1) 또는 적당한 용매를 전개용매로 하여, 약 20 cm 전개한 다음 박층판을 말린다. 여기에 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드·붉은염산용액(0.5 → 100), 또는 적당한 발색제를 고르게 뿌리고 건조할 때 검액 및 표준액에서 얻은 반점의 색상 및 R_f 값은 같다.

라) 에어로졸제의 경우 이 기능성화장품의 내용원액 약 2 ~ 10 g (2 ~ 10 mL)에 아황산나트륨 0.6 g, 황산나트륨 1.2 g을 넣고 에탄올을 넣어 녹여 25 mL로 하여 섞고 방치한 다음 그 상층액을 검액으로 한다. 따로 각 주성분의 표준품 약 5 ~ 10 mg씩을 가지고 검액과 같은 방법으로 조작하여 표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 표준액 5 μ L씩을 박층크로마토그래프용실리카겔을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 이소프로필에테르·아세톤·이소프로판올혼합액(10 : 1 : 1), 초산에칠·벤젠·초산혼합액(10 : 10 : 2), 초산·벤젠혼합액(1 : 1) 또는 적당한 용매를 전개용매로 하여 약 20 cm 전개한 다음 박층판을 말린다. 여기에 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드·붉은염산용액(0.5 → 100) 또는 적당한 발색제를 고르게 뿌리고 건조할 때 검액 및 표준액에서 얻은 반점의 색상 및 R_f 값은 같다.

2) 제2제의 과산화수소 이 기능성화장품의 수용액(1 → 10)은 과산화물의 정성반응을 나타낸다. 단, 에어로졸제의 경우 내용원액의 수용액(1 → 10)을 가지고 시험한다.

정량법 과산화수소 이 기능성화장품의 제 2제 약 1.0 mL(1 g)을 정확하게 취하여 물 10 mL를 넣은 플라스크에 넣고 묽은 황산 10 mL를 넣은 다음 0.02 mol/L 과망간산칼륨액으로 적정한다. 단, 에어로졸제의 경우 내용원액의 수용액(1 → 10)을 가지고 시험한다.

0.02 mol/L 과망간산칼륨액 1 mL = 1.7007 mg H₂O₂

* 각 주성분의 표준품은 식품의약품안전처 고시 『기능성화장품 기준 및 시험방법』에 등재된 염모제 원료를 말한다.

염모력시험 기능성화장품 기준및시험방법 일반시험법 중 제제 IX-2. 제제 3. 염모력 시험에 따라 시험할 때 효능효과에서 표시한 색상과 거의 같은 색으로 염색된다.

저 장 법 기밀용기

2제형 산화형 염모제의 제1제

모발의 염색을 목적으로 하는 외용제로서 다음 기준 및 시험방법을 준용할 수 있는 2 제형 산화형 염모제의 제1제를 말한다.

주성분의 종류, 분류, 규격 등은 식품의약품안전처고시 기능성화장품 심사에 관한 규정 [별표 4] 4. 모발의 색상을 변화(탈염·탈색 포함)시키는 기능을 가진 화장품 중 2제형 산화형 염모제의 제1제에 따른다.

성 상 이 기능성화장품은 표시색상의 분말제, 크림제, 로션제, 액제, 에어로졸제이다.

확인시험 가) 크림제인 경우 이 기능성화장품 약 2 ~ 10 g을 묽은황산 30 mL, 황산나트륨 5 g 및 물 20 mL에 넣어 잘 저어 섞고 끓을 때까지 가열한 다음 방치한다. 아래층을 취하여 약 10 mL가 될 때까지 가열농축하고 식힌 다음 5 mL를 취하여 강암모니아수를 넣어 알칼리성으로 한다. 여기에 이소프로판올 1 mL를 넣어 잘 흔들어 섞고 아황산수소나트륨 1 g을 넣어 다시 흔들어 섞은 다음 방치한다. 위의 맑은 액을 취하여 검액으로 한다. 따로 각 주성분의 표준품 약 5 ~ 10 mg에 이소프로판올·물·강암모니아수혼합액(9 : 3 : 1) 5 mL를 넣어 녹이고 아황산수소나트륨 0.5 g을 넣고 흔들어 섞어 방치한 다음 위의 맑은 액을 취하여 표준액으로 한다.

나) 액제 또는 로션제인 경우 이 기능성화장품 약 2 ~ 10 g (2 ~ 10 mL)에 아황산나트륨 0.6 g, 황산나트륨 1.2 g을 넣고 에탄올을 넣어 녹여 25 mL로 하여 섞고 방치한 다음 그 위의 맑은 액을 검액으로 한다. 따로 각 주성분의 표준품 약 5 ~ 10 mg씩을 가지고 검액과 같은 방법으로 조작하여 표준액으로 한다.

다) 분말제인 경우 이 기능성화장품 약 1 g을 이소프로판올·물·강암모니아수혼합액(9 : 3 : 1) 5 mL에 넣고 잘 분산시켜 녹인다. 이 액을 여과하고 여액에 아황산수소나트륨 약 0.5 g을 넣어 흔들어 섞고 이것을 검액으로 한다. 따로 각 주성분의 표준품 약 5 ~ 10 mg씩을 가지고 검액과 같은 방법으로 조작하여 표준액으로 한다.

라) 에어로졸제의 경우 이 기능성화장품의 내용원액 약 2 ~ 10 g (2 ~ 10 mL)에 아황산나트륨 0.6 g, 황산나트륨 1.2 g을 넣고 에탄올을 넣어 녹여 25 mL로 하여 섞고 방치한 다음 위의 맑은 액을 검액으로 한다. 따로 각 주성분의 표준품 약 5 ~ 10 mg씩을 가지고 검액과 같은 방법으로 조작하여 표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 「기능성화장품 기준및시험방법」 일반시험법 중 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 표준액 각 5 μ L씩을 박층크로마토그래프용 실리카겔을 써서 만든

박층판에 점적한다. 다음에 이소프로필에테르·아세톤·이소프로판올혼합액(10 : 1 : 1), 초산에칠·벤젠·초산혼합액(10 : 10 : 2), 초산·벤젠혼합액(1 : 1) 또는 적당한 용매를 전개용매로 하여, 약 20 cm 전개한 다음 박층판을 말린다. 여기에 *p*-디메칠아미노벤즈알데히드·뮌은염산용액(0.5 → 100) 또는 적당한 발색제를 고르게 뿌리고 건조할 때 검액 및 표준액은 같은 R_f값에서 같은 색상의 반점을 나타낸다.

* 각 주성분의 표준품은 식품의약품안전처 고시 『기능성화장품 기준 및 시험방법』에 등재된 염모제 원료를 말한다.

염모력시험 기능성화장품 기준및시험방법 일반시험법 중 제제 IX-2, 제제 3. 염모력 시험에 따라 시험할 때 효능효과에서 표시한 색상과 거의 같은 색으로 염색된다.

저 장 법 기밀용기

산화염모제, 탈색·탈염제의 산화제

모발의 염색 또는 탈색·탈염을 목적으로 하는 외용제로서 과산화수소를 주성분으로 하는 산화염모제, 탈색·탈염제의 산화제이다.

이 기능성화장품은 다음 시험법에 따라 정량할 때 표시량의 90.0 ~ 110.0 %에 해당하는 과산화수소(H₂O₂ : 34.01)를 함유한다.

성 상 표시색상의 분말제, 크림제, 로션제, 액제 또는 에어로졸제이다.

확인시험 이 기능성화장품의 수용액(1 → 10)은 과산화물의 정성반응을 나타낸다. 단, 에어로졸제의 경우 내용원액의 수용액(1 → 10)을 가지고 시험한다.

정 량 법 이 기능성화장품 약 1.0 mL(1 g)을 정확하게 취하여 물 10 mL 및 묽은 황산 10 mL를 넣은 플라스크에 넣고 0.02 mol/L 과망간산칼륨액으로 적정한다. 같은 방법으로 공시험하여 보정한다. 단, 에어로졸제의 경우 내용원액을 가지고 시험한다.

$$0.02 \text{ mol/L 과망간산칼륨액 } 1 \text{ mL} = 1.7007 \text{ mg H}_2\text{O}_2$$

저 장 법 기밀용기

1제형 탈색제

이 기능성화장품은 모발의 탈색을 목적으로 하는 외용제로서 과산화수소를 주성분으로 하는 1제형 탈색제이다. 이 기능성화장품은 정량할 때 표시량의 90.0 ~ 110.0 %에 해당하는 과산화수소(H₂O₂ : 34.01)를 함유한다.

확인시험 이 기능성화장품의 수용액(1 → 10)은 과산화물의 정성반응을 나타낸다.

정 량 법 이 기능성화장품 1.0 mL(1g)을 정확하게 취하여 물 10 mL 및 묽은 황산 10 mL를 넣은 플라스크에 넣고 0.02 mol/L 과망간산칼륨액으로 적정한다. 같은 방법으로 공시험하여 보정한다.

$$0.02 \text{ mol/L 과망간산칼륨액 } 1 \text{ mL} = 1.7007 \text{ mg H}_2\text{O}_2$$

저 장 법 기밀용기

2제형 탈색제

이 기능성화장품은 모발의 탈색을 목적으로 하는 외용제로서 다음 기준 및 시험방법을 준용할 수 있는 2제형의 탈색제를 말한다. 이 기능성화장품의 제 1 제는 수산화나트륨, 모노에탄올아민, 강암모니아수 중의 1성분 이상을 알칼리제로 사용하는 가루 또는 크림이며, 제 2 제는 과산화수소수를 주성분으로 하는 크림, 로션 또는 액이다.

이 기능성화장품(제 2 제)은 정량할 때 표시량의 90.0 ~ 110.0 %에 해당하는 과산화수소(H₂O₂ : 34.01)를 함유한다.

확인시험 이 기능성화장품(제 2 제)의 수용액(1 → 10)은 과산화물의 정성반응을 나타낸다.

정 량 법 이 기능성화장품의 제 2 제 약 1 mL(1g)을 정확하게 취하거나 달아 물 10 mL 및 묽은황산 10 mL를 넣은 플라스크에 넣고 0.02 mol/L 과망간산칼륨액으로 적정한다. 같은 방법으로 공시험하여 보정한다.

$$0.02 \text{ mol/L 과망간산칼륨액 } 1 \text{ mL} = 1.7007 \text{ mg H}_2\text{O}_2$$

탈색력시험 이 기능성화장품은 용법 및 용량란에 기재된 비율로 제 1 제와 제 2 제를 섞어 인모를 침적하여 25 ℃에서 30 분간 방치한 다음 물로 잘 씻어 건조할 때 인모는 탈색된다.

VII. 체모를 제거하는 데 도움을 주는
기능성화장품 각조
(제2조제7호관련)

치오글리콜산 80 % Thioglycolic Acid 80 %

Mercaptoacetic acid 80%

티오글리콜산 80 %

$C_2H_4O_2S$: 92.12

이 원료는 정량할 때 치오글리콜산($C_2H_4O_2S$) 78.0 ~ 82.0 %를 함유한다.

성 상 이 원료는 특이한 냄새가 있는 무색 투명한 유동성 액체이다.

확인시험 이 원료 및 치오글리콜산표준품을 가지고 적외부스펙트럼측정법 중 액막법에 따라 측정할 때 같은 파수에서 같은 강도의 흡수를 나타낸다.

순도시험 1) 납 이 원료 1.0 g을 달아 납시험법에 따라 시험한다. 비교액에는 납표준액 20.0 mL를 넣는다(20 ppm 이하).

2) 비소 이 원료 0.5 g을 달아 제 3 법에 따라 조작하여 시험한다(4 ppm 이하).

정 량 법 이 원료 약 2.0 g을 정밀하게 달아 물을 넣어 50.0 mL로 한다. 이 액 10.0 mL를 취하여 250 mL 삼각플라스크에 넣고 물 75 mL를 넣은 다음 0.05 mol/L 요오드액으로 적정한다(지시약 : 전분시액). 같은 방법으로 공시험을 하여 보정한다.

0.05 mol/L 요오드액 1 mL = 9.212 mg $C_2H_4O_2S$

저 장 법 기밀용기.

치오글리콜산 크림 Thioglycolic Acid Cream

티오글리콜산 80% 크림

이 기능성화장품은 정량할 때 표시량의 90.0 ~ 110.0 %에 해당하는 치오글리콜산($C_2H_4O_2S$: 92.12)을 함유한다.

확인시험 이 기능성화장품 2.0 g을 달아 100 mL 비커에 넣어 녹이고 염산 5 mL를 넣은 다음 이 액 5 mL를 취하여 염화제이철 시액 3 ~ 4 방울을 넣을 때 청색을 나타낸다. 흔들어 주면 점차 색이 소실되며, 염화제이철시액 1 mL를 넣은 다음 수산화

나트륨시액 5 ~ 6 방울을 넣을 때 황색 침전이 생긴다.

정 량 법 이 기능성화장품 약 5.0 g을 정밀하게 달아 250 mL 삼각플라스크에 넣고 열탕 50 mL를 넣은 다음 염산 10 mL를 넣고 흔들어 섞어 빙냉하고 다시 에텔 약 2 mL를 넣고 0.1 mol/L 요오드액으로 적정한다(지시약 : 전분시액). 같은 방법으로 공시험을 하여 보정한다.

0.1 mol/L 요오드액 1 mL=9.212 mg $C_2H_4O_2S$

저 장 법 기밀용기

VIII. 여드름성 피부를 완화하는 데 도움을 주는
기능성화장품 각조
(제2조제8호관련)

글리시리진산디칼륨
Dipotassium Glycyrrhizate

글리시리진산이칼륨
디포타슘글리시리제이트

C₄₂H₆₀K₂O₁₆ : 899.12

이 원료를 건조한 것은 정량할 때 글리시리진산디칼륨(C₄₂H₆₀K₂O₁₆ : 899.12) 96.0 ~ 102.0 % 를 함유한다.

성상 이 원료는 백색 ~ 옅은 황색의 결정성 가루로 냄새는 없고 특이한 단맛이 있다.

확인시험 1) 이 원료 0.2 g에 물 5 mL 및 염산 3 mL를 넣어 증류하고 유액에 2,4-디니트로페닐히드라진시액 2 ~ 3 방울을 넣을 때 등적색의 침전이 생긴다.

2) 이 원료는 칼륨염의 정성반응 1)을 나타낸다.

pH 이 원료 0.5 g에 새로 끓여 식힌 물 50 mL를 넣어 녹인 액의 pH는 5.0 ~ 6.0이다.

순도시험 1) 용해상태 이 원료 1.0 g에 물 20 mL를 넣어 녹일 때 액은 무색 또는 약간의 황색을 띠고 맑다.

2) 중금속 이 원료 2.0g을 달아 황산 소량으로 적시고 450 ~ 500 °C로 강열하여 회화한다. 잔류물에 묽은 초산 2 mL를 넣어 가온하여 녹인 다음 물을 넣어 50 mL로 하고 이것을 검액으로 한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다. 검액 및 비교액에 황화나트륨시액 1방울씩을 넣어 흔들어 섞고 5 분간 방치한 다음 각 관을 백색을 배경으로 하여 위 또는 옆에서 관찰하여 액의 색을 비교한다. 검액이 나타내는 색은 비교액이 나타내는 색보다 진하지 않다(10 ppm 이하).

3) 비소 이 원료 0.5 g에 질산 10 mL 및 황산 5 mL를 넣고 조심하면서 가열한다. 액이 무색 ~ 옅은 황색이 되지 않을 때에는 식힌 다음 때때로 질산 2 ~ 3 mL씩을 추가하여 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 포화수산화암모늄 용액 15 mL를 넣고 흰 연기가 날 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 20 mL로 하고 이것을 검액으로 하여 시험한다(4ppm 이하).

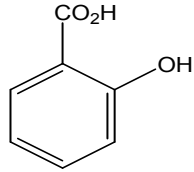
건조감량 6.0 % 이하(1 g, 105 °C, 1 시간)

강열잔분 16.0 ~ 20.0 %(1 g, 450 ~ 550 °C)

정량법 이 원료를 건조하고 약 0.1 g을 정밀하게 달아 물을 넣어 녹여 250 mL로 한다. 이 액 10 mL 정확하게 취하여 물을 넣어 100 mL로 하고 층장 10 mm, 파장 257 nm 부근의 흡수극대파장에서 흡광도 A를 측정한다.

$$\text{디칼륨글리시리제이트(C}_{42}\text{H}_{60}\text{K}_2\text{O}_{16}\text{)}\text{의 양(mg)} = \frac{A}{124} \times 25000$$

살리실산
Salicylic Acid



2-Hydroxybenzoic acid

C₇H₆O₃ : 138.12

이 원료는 정량할 때 살리실산(C₇H₆O₃ : 138.12) 99.5 % 이상을 함유한다.

성상 이 원료는 백색의 결정성 가루로 냄새는 없다.

확인시험 이 원료의 수용액(1 → 500)은 살리실산염의 정성반응을 나타낸다.

용점 158 ~ 161 °C(제 1 법)

순도시험 1) 염화물 이 원료 3.0 g에 물 100 mL를 넣어 가열하여 녹이고 식힌 다음 물을 넣어 100 mL로 하고 여과한다. 여액 30 mL를 취하여 묽은질산 6 mL 및 물을 넣어 50 mL로 하고 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 0.01 mol/L 염화물 0.35 mL를 넣는다(0.014 % 이하).

2) 황산염 1)의 여액 30 mL에 묽은염산 1 mL 및 물을 넣어 50 mL로 하고 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 0.005 mol/L 황산 0.35 mL를 넣는다(0.014 % 이하).

3) 중금속 이 원료 1.0 g에 아세톤 25 mL를 넣어 녹이고 묽은초산 2 mL 및 물을 넣어 50 mL로 하고 이것을 검액으로 한다. 납표준액 2.0 mL를 네슬러관에 넣고 체를 제외하고 검액과 같은 방법으로 조작하여 얻은 액을 넣은 다음 묽은초산 2 mL 및 물을 넣어 50 mL로 하여 비교액으로 한다. 검액 및 비교액에 황화나트륨시 방울씩을 넣어 흔들어서 섞고 5 분간 방치한 다음 각 관을 백색을 배경으로 하여 또는 옆에서 관찰하여 액의 색을 비교한다. 검액이 나타내는 색은 비교액이 나타내는 색보다 진하지 않다(20 ppm 이하).

4) 비소 이 원료 1.0 g을 달아 질산 5 mL 및 황산 2 mL를 넣어 가열한다. 식힌 다음 질산 2 mL를 넣어 가열한다. 과산화수소수 2 mL를 넣어 액이 무색 ~ 옅은 황색이 될 때까지 가열한다. 묽은질산 및 과산화수소수를 넣어 가열하는 조작을 반복한다. 용액 2 mL를 넣어 다시 흰 연기가 날 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 넣어 50 mL로 하고 이것을 검액으로 하여 시험한다(2 ppm 이하).

5) 황산정색물 이 원료 0.5 g을 달아 시험할 때 액의 색은 검색을 나타내지 않는다.

강열잔분 0.05 % 이하(2 g)

정량법 이 원료 약 0.5 g을 정밀하게 달아 중화에탄올 10 mL를 넣어 녹이고 0.1 mol/L 수산화나트륨액으로 적정한다(지시약 : 페놀프탈레인)

0.1 mol/L 수산화나트륨액 1 mL = 13.812 mg

트리클로산
Triclosan

확인시험 1) 이 원료 및 트리클로산표준품을 가지고 적외부스펙트럼측정법의 브롬화 칼륨정제법에 따라 측정할 때 같은 파수에서 같은 강도의 흡수를 나타낸다.

2) 정량법의 검액에서 얻은 주피크의 유지시간은 표준액에서 얻은 주피크의 유지시간과 같다.

순도시험 1) **용해상태** 이 원료 1.40 g을 아세톤 10 mL에 녹일 때 액은 맑다.

2) **중금속** 이 원료 1.0 g을 달아 제 2 법에 따라 조작하여 시험한다. 비교액에는 납표준액 2.0 mL를 넣는다 (20 ppm이하).

3) **유연물질** 정량법의 검액 0.5 μ L를 가지고 다음 조건으로 기체크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액을 주입한 다음 칼럼 온도를 140 $^{\circ}$ C가 될 때까지 분당 20 $^{\circ}$ C씩 올리고 다음 240 $^{\circ}$ C까지는 분당 4 $^{\circ}$ C씩 상승시킨다. 이 온도를 5 분 이상 유지시켜 얻은 크로마토그램의 피크면적을 측정하여 각 유연물질의 양을 면적백분율법에 따라 구할 때 각 유연물질의 양은 0.1 % 이하이고 전체 유연물질의 양은 0.5 % 이하이다.

조작조건

검출기, 칼럼, 이동상, 유량, 시스템적합성은 정량법의 조작조건에 따른다.

4) **모노클로로페놀 및 2,4-디클로로페놀** 이 원료 0.25 g을 정확하게 달아 넣고 아세토니트릴 20 mL를 넣어 녹이고 물을 넣어 정확하게 25 mL로 하여 검액으로 한다. 따로 4-디클로로페놀 5 mg과 2,4-디클로로페놀 1 mg을 각각 정밀하게 달아 아세토니트릴 50 mL를 넣어 녹이고 물을 넣어 섞어 정확하게 100 mL로 한다. 이 액 1.0 mL를 정확하게 취하여 아세토니트릴·물혼합액(1 : 1)을 넣어 정확하게 100 mL로 하여 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 20 μ L씩을 가지고 다음 조건으로 액체크로마토그래프법에 따라 시험한다. 각 액의 피크면적을 자동적분법에 따라 측정하여 검액의 4-클로로페놀 및 2,4-디클로로페놀의 피크면적은 표준액보다 크지 않다.

조작조건

검출기 : 전기화학검출기

(전극 1 : -0.45 V, 전극 2 : -0.75 V)

칼 럼 : 안지름 약 4.6 mm, 길이 약 25 cm인 스테인레스강관에 3 ~ 10 μ m의 액체크로마토그래프용옥타데실실릴리카겔을 충전한다.

이동상 : 아세토니트릴·인산염완충액혼합액(1 : 1)

유 량 : 1.0 mL/분

시스템적합성

시스템의 재현성 : 표준액 20 μ L씩을 가지고 위의 조건으로 시험을 5 회 반복할 때 2,4-디클로로페놀 피크면적의 상대표준편차는 9.0 % 이하이다.

○ 인산염완충액 무수인산이수소나트륨 1.38 g 및 인산일수소나트륨 1.42 g을 달아 물을 넣어 녹이고 1000 mL로 한다.

5) **1,3,7-트리클로로디벤조-p-디옥신, 2,8-디클로로디벤조-p-디옥신, 2,8-디클로로디벤조푸란 및 2,4,8-트리클로로디벤조푸란** 이 원료 2.0 g을 정밀하게 달아 마개가 달린 원심분리관에 넣고 2 mol/L 수산화칼륨시액 5 mL를 넣고 10 분 동안 흔들어 녹인다. 여기에 *n*-헥산 3 mL를 넣고 10 분간 흔든 다음 방치하여 유기용매층을 적당한 용기에 옮긴다. 물층에 *n*-헥산 3 mL를 넣고 10 분간 흔든 다음 방치하여 유기층을 분리한다. 유기용매층을 앞의 추출액과 합하고 물층은 버린다. 합한 유기용매층에 2 mol/L 수산화칼륨시액 3 mL를 넣고 10 분간 흔들고 방치하여 유기용매층을 취하고 물층은 버린다. 다시 유기용매층에 2 mol/L 수산화칼륨시액 3 mL를 넣고 10 분간 흔들고 방치한 다음 유기용매층을 적당한 용기에 옮기고 질소기류 하에 증발건고한다. 잔류물에 메탄올 1.0 mL를 넣어 녹여 검액으로 한다. 따로 2,8-디클로로디벤조푸란 5 mg 및 2,4,8-트리클로로디벤조푸란 10 mg을 정확하게 달아 100 mL 용량플라스크에 넣고 1,3,7-트리클로로디벤조-*p*-디옥신 5 mg 및 2,8-디클로로디벤조-*p*-디옥신 10 mg에 해당하는 용량을 정확하게 취하여 넣고 메탄올을 넣어 녹이고 정확하게 100 mL로 한다. 이 액 1.0 mL를 취하여 메탄올 넣어 정확하게 100 mL로 하여 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 20 μ L씩을 가지고 다음 조건으로 액체크로마토그래프법에 따라 시험한다. 각 액의 피크면적을 자동적분법에 따라 측정하여 검액의 2,8-디클로로디벤조푸란, 2,8-디클로로디벤조-*p*-디옥신, 2,4,8-트리클로로디벤조푸란 및 1,3,7-트리클로로디벤조-*p*-디옥신 피크면적은 표준액에서 얻은 각각의 피크면적보다 크지 않다.

조작조건

검출기 : 자외부흡광광도계 (220 nm)

칼 럼 : 안지름 약 4.6 mm, 길이 약 25 cm인 스테인레스강관에 3 ~ 10 μ m의 액체크로마토그래프용옥타데실실릴리카겔을 충전한다.

이동상 : 아세토니트릴·물·초산(100)혼합액(70 : 30 : 0.1)

유 량 : 1.5 mL/분

시스템적합성

시스템의 성능 : 표준액 20 μ L를 가지고 위의 조건으로 조작할 때 2,8-디클로로디벤조푸란, 2,8-디클로로디벤조-*p*-디옥신, 2,4,8-트리클로로디벤조푸란 및 1,3,7-트리클로로디벤조-*p*-디옥신 피크의 상대유지시간은 각각 약 0.59, 0.71, 0.88 및 1.0이다.

시스템의 재현성 : 표준액 20 μ L씩을 가지고 위의 조건으로 시험을 5 회 반복할 때 2,8-디클로로디벤조-*p*-디옥신 피크면적의 상대표준편차는 15.0 % 이하이다.

6) **2,3,7,8-테트라클로로디벤조-p-디옥신 및 2,3,7,8-테트라클로로디벤조푸란 (맹독)** 이 원료 30 g을 정확하게 달아 분액갈때기에 넣고 내부표준액 30 μ L를 넣은 다음 1 mol/L 수산화나트륨시액 200 mL를 넣어 녹인 다음 *n*-헥산 30 mL씩으로 4 회 추출하고 모든 추출액을 합하여 물 20 mL로 씻는다. 씻은 액은 다시 *n*-헥산 15 mL로 추출한다. 추

출액을 합하고 무수황산나트륨 약 3 g을 추출액에 넣어 30 분간 방치한 다음 추출액을 적당한 환저 플라스크에 정량적으로 옮기고 증류장치를 이용하여 약 1 mL가 남을 때까지 증류한다. 남은 액을 크로마토그래프용칼럼 A의 상부에 옮기고 *n*-헥산 50 mL로 유출한다. 유출액을 크로마토그래프용칼럼 B의 상부에 모으고 *n*-헥산·디클로로메탄혼합액(98 : 2) 30 mL로 유출하고 유출액은 버린다. 다시 *n*-헥산·디클로로메탄혼합액(1 : 1) 40 mL로 유출하고 유출액을 바닥이 둥근 플라스크에 모은다. 유출액을 합하여 증류장치를 이용하여 약 1 mL가 남을 때까지 증류한다. 이 액을 질소기류 아래에서 증발 농축시켜 50 μ L가 되게 한 다음 실온에서 증발건고하고 2,2,4-트리메틸펜탄 10 μ L에 녹인 것을 검액으로 한다. 검액 1 μ L를 가지고 고성능 질량분석계가 장착된 기체크로마토그래프법에 따라 시험하고 전하 대 질량비 319.90, 321.89, 331.88, 333.93, 303.90, 305.90, 315.94 및 317.94에서 피크면적을 측정한다. 전하 대 질량비 319.90에서 2,3,7,8-테트라클로로디벤조-*p*-디옥신의 피크면적은 전하 대 질량비 331.88에서 얻은 내부표준물질의 피크면적보다 크지 않고, 전하 대 질량비 303.90에서 얻은 2,3,7,8-테트라클로로디벤조푸란의 피크는 전하 대 질량비 315.94에서 얻은 내부표준물질의 피크면적보다 크지 않다.

조작조건

검출기 : 고성능질량분석기 (전자충격이온화)

칼 럼 : 안지름 약 0.25 mm, 길이 약 60 m인 모세관을 시아노폴리실록산으로 피복한다.

이동상 : 헬륨

칼럼온도 : 80 $^{\circ}$ C로 1 분간 유지한 다음 매 분 20 $^{\circ}$ C씩 220 $^{\circ}$ C까지 승온하고 다시 매 분 2 $^{\circ}$ C씩 270 $^{\circ}$ C까지 승온하고 270 $^{\circ}$ C로 20 분간 유지한다.

신호 대 잡음비 : 전하 대 질량비 321.89에서 50 이상

○ 고정상 A 실리카겔 약 10 g을 적당한 용기에 넣고 1 mol/L 수산화나트륨시액 약 3 mL를 넣는다.

○ 고정상 B 실리카겔 약 60 g을 적당한 용기에 넣고 황산 74 mL를 넣는다.

○ 크로마토그래프용 칼럼 A 고정상 A 5.1 g, 실리카겔 0.5 g, 고정상 B 6.2 g, 황산나트륨십수화물 3.2 g을 안지름 10 mm인 크로마토그래프용칼럼에 옮기고 *n*-헥산 50 mL를 넣어 씻고 유출액은 버린다.

○ 크로마토그래프용 칼럼 B 알루미늄 2.5 g 및 황산나트륨십수화물 2.5 g을 안지름 6 mm인 크로마토그래프용 칼럼에 넣고 *n*-헥산 30 mL로 씻고 유출액은 버린다.

○ 내부표준용액 2,3,7,8-테트라클로로디벤조-*p*-디옥신, 13 C-표지 2,3,7,8-테트라클로로디벤조푸란, 13 C-표지 노란 적당량을 정밀하게 달아 2,2,4-트리메틸펜탄을 넣어 녹이고 적절하게 희석하여 각각 1 μ L 중 약 1.0 pg이 되도록 한다.

수 분 0.1 % 이하 (1 g, 용량적정법, 직접적정).

강열잔분 0.1 % 이하 (1 g).

정 량 법 이 원료 및 트리클로산표준품 약 40 mg씩을 정밀하게 달아 디클로로메탄을 넣어 녹이고 정확하게 10 mL로 하여 검액 및 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 0.5 μ L씩을 가지고 다음 조건으로 기체크로마토그래프법에 따라 시험하여 각 액의 트리클로산 피크면적 A_T 및 A_S 를 구한다.

$$\begin{aligned} & \text{트리클로산 (C}_{12}\text{H}_7\text{Cl}_3\text{O}_2\text{)의 양 (mg)} \\ & = \text{트리클로산표준품의 양 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \end{aligned}$$

조작조건

검출기 : 불꽃이온화검출기

칼 럼 : 안지름 약 0.53 mm, 길이 약 15 m인 관에 50 % 페닐 - 50 % 메칠폴리실록산을 충전한다.

검체도입부온도 : 34 $^{\circ}$ C를 유지하다가 주입한 다음 곧 200 $^{\circ}$ C로 빠르게 상승시킨다.

칼럼온도 : 주입한 다음 매 분 20 $^{\circ}$ C씩 140 $^{\circ}$ C까지 승온하고 다시 매 분 4 $^{\circ}$ C씩 240 $^{\circ}$ C까지 승온하고 270 $^{\circ}$ C로 5 분 이상 유지한다.

검출기온도 : 260 $^{\circ}$ C

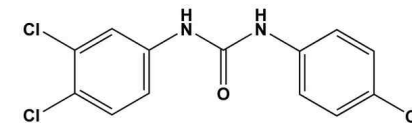
운반기체 : 헬륨 (6 psi)

시스템적합성

시스템의 재현성 : 표준액 0.5 μ L씩을 가지고 위의 조건으로 시험을 5 회 반복할 때 트리클로산 피크면적의 상대표준편차는 2.0 % 이하이다.

저 장 법 차광한 기밀용기.

트리클로카르반 Triclocarban



트리클로카반
트리클로로카르바닐리드
Trichlorocarbanilide

$C_{13}H_9Cl_3N_2O$: 315.59

이 원료를 건조한 것은 정량할 때 트리클로카르반($C_{13}H_9Cl_3N_2O$: 315.59) 95.0% 이상을 함유한다.

성상 이 원료는 백색의 미세한 가루로 냄새는 없다.

확인시험 1) 이 원료의 가루를 구리선에 묻혀 무색 불꽃 중에서 가열할 때 녹색의 불꽃반응을 나타낸다.

2) 이 원료 0.10g에 묽은염산 5mL를 넣고 냉각기를 달아 약 1시간 끓이고 여과한다. 여액을 얼음으로 식혀 5°C 이하로 한 다음 아질산나트륨시액 1mL를 흔들어 섞으면서 적가하고 약 2분간 방치한다. 이 액 2mL를 취하여 설파민산암모늄용액(1→40) 3mL를 넣고 약 1분간 흔들어 섞은 다음 수산 N-(1-나프틸)-N'-디에칠에칠렌디아민용액(1→1000) 1mL를 넣어 섞을 때 액은 적자색을 나타낸다.

3) 이 원료 10mg에 에탄올을 넣어 녹여 100mL로 한다. 이 액 2mL를 취하여 에탄올을 넣어 100mL로 한다. 이 액은 파장 265±2nm에서 흡수극대를 나타낸다.

용점 245~254°C(제1법)

순도시험 1) **용해상태** 이 원료 0.10g에 이소프로판올 10mL를 넣고 수욕중에서 가열하여 녹일 때 액은 맑다.

2) **염화물** 이 원료 0.50g에 물 40mL를 넣어 5분간 흔들어 섞은 다음 여과한다. 여액 30mL를 취하여 묽은질산 6mL 및 물을 넣어 50mL로 하고 이것을 검액으로 하여 시험한다. 비교액에는 0.01N 염산 0.3mL를 넣는다(0.028% 이하).

건조감량 0.1% 이하(5g, 105°C, 3시간)

강열잔분 이 원료 약 5g을 정밀하게 달아 천천히 가열하여 될 수 있는 한 저온에서 거의 회화하든가 또는 휘산시킨 다음 황산으로 적시고 완전히 회화하여 항량이 될 때까지 강열한다. 이것을 데시케이터(실리카겔) 속에서 식힌 다음 무게를 정밀하게 단다(0.1% 이하).

정량법 이 원료를 건조하고 약 0.1g을 정밀하게 달아 에탄올에 녹여 100mL로 한다. 이 액 5mL를 취하여 에탄올을 넣어 100mL로 하고 다시 이 액 5mL를 취하여 에탄올을 넣어 100mL로 하여 이것을 가지고 층장 10mm, 265nm부근의 흡수극대파장에서 흡광도 A를 측정한다.

$$\text{트리클로카르반}(C_{13}H_9Cl_3N_2O)\text{의 양(mg)} = \frac{A}{1540} \times 400,000$$

[별표 9]

IX. 일반시험법 (제2조제9호 관련)

IX-1. 원료

12. 박층크로마토그래프법

이 방법은 여과지크로마토그래프법에서 여과지 대신 실리카 겔의 박층을 쓰는 방법이다.

시약 실리카 겔(박층크로마토그래프용) 백색의 가루로 입자의 크기는 5~25 μ m(평균)이고 5~15%의 황산칼슘을 함유한다.

조작법 따로 규정이 없는 한 평활한 내열성 유리판(세로 200mm, 가로 50mm 또는 200mm, 두께 3mm) 위에 적당한 장치를 써서 실리카 겔(박층크로마토그래프용)을 두께 250~300 μ m의 박층상으로 균일하게 도포하고 박층을 위로하여 수평으로 놓고 실온에서 2~3시간 방치하고 이것을 50~60°C에서 1시간 건조한다. 다시 105°C에서 1시간 가열한 다음 건조제를 넣은 기밀용기내에서 식힌다. 박층의 한쪽 끝에서 부터 20mm가 되는 곳에 약 10mm의 간격으로 검액 및 표준액을 마이크로피펫 또는 모세관을 써서 점적한다. 이것을 다시 기밀용기내에 방치하고 반점을 건조한 다음 미리 전개용매를 넣은 전개용 용기내에 검액을 점적한 한쪽 끝을 아래로 하여 넣는다. 그 한쪽 끝에서 약 10mm가 되는 곳까지 용매에 담그고 전개용 용기를 잘 닫아 상승법으로 전개시킨다. 전개용매가 검액을 점적한 곳으로 부터 100mm의 거리까지 상승했을 때 유리판을 전개용 용기에서 꺼내어 건조한다. 검액 및 표준액에서 얻은 반점의 위치 및 색을 자연광하에서, 필요하면 자외선하에서 비교 관찰한다. 다음 식에 따라 “R_f” 또는 “R_s”값을 구한다.

$$R_f = \frac{\text{원선에서 반점의 중심까지의 거리}}{\text{원선에서 용매전단까지의 거리}}$$

$$R_s = \frac{\text{원선으로부터 검액의 반점 중심까지의 거리}}{\text{원선으로부터 표준액의 반점 중심까지의 거리}}$$

주 의 : 실리카 겔을 유리판에 도포할 때에는 그 용기에 표시된 조제법에 따른다

IX-2. 제제

3. 염모력시험

용법용량 란에 기재된 비율로 섞은 염색액에 시험용백포(KSK 0905 염색건뢰도시험 용침부백포, 양모)를 침적하여 25 ℃ 에서 20~30 분간 방치한 다음 물로 씻어 건조할 때 시험용백포는 효능효과에서 표시한 색상과 거의 같은 색으로 염색된다.

계량기, 용기, 색의 비교액, 시약, 시액, 용량분석용표준액 및 표준액

3. 시약 · 시액

4-니트로펜젠디아조늄클로라이드시액 4-니트로아닐린 1.1 g을 염산 1.5 mL에 녹이고 물 1.5 mL를 넣어 식히면서 아질산나트륨 0.5 g을 물 5 mL에 녹인 액을 넣는다. 쓸 때 만든다.

4-니트로아닐린 $C_6H_4NO_2NH_2$ 노란색 ~ 황적색의 결정 또는 결정성 가루이다.

용점 147 ~ 150℃

저장법 : 차광한 기밀용기

2,4-디니트로페놀 $C_6H_3N_2O_6$ 연한 노란색의 결정 또는 결정성 가루

용 점 : 110 ~ 114℃

메칠에칠케톤 2-부타논

4-메칠-2-펜타논 $CH_3COCH_2CH(CH_3)_2$ [최순품]

알부민시액 신선한 달걀 1 개의 흰자질을 떼어내 물 100 mL를 넣어 잘 흔들어 섞고 흰자질이 물과 완전히 섞인 다음 여과한다. 쓸 때 만든다.

인몰리브덴산시액 인몰리브덴산 1 g에 물 10 mL를 넣어 녹이고 에탄올을 넣어 100 mL로 한다.

인팅그스텐산시액 인팅그스텐산 1 g에 물을 넣어 녹여 100 mL로 한다.

젤라틴시액 젤라틴 1 g을 조용히 가열하면서 물 50 mL에 녹이고 필요하면 여과한다. 쓸 때 만든다.

플루랄·초산시액 플루랄 100 mL에 초산 2.5 mL를 넣어 녹인다. 차광용기에 넣어 마개를 하여 보관한다.

황산동·암모니아시액 암모니아시액 및 구연산용액 (1 → 5) 혼합액 50 mL에 황산동 0.4 g을 녹인다.

황산망간용액 황산망간 10 g을 물 50 mL에 녹이고 황산 20 mL, 물 50 mL 및 인산 20 mL 혼액을 넣어 섞는다 (염화제이철).

황산제일철암모늄 $FeSO_4(NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$ [최순품]

4. 용량분석용표준액

0.02 mol/L 과망간산칼륨액

1000 mL 중 과망간산칼륨 (KMnO_4 : 158.03) 3.1607 g을 함유한다.

조 제 과망간산칼륨 3.2 g에 물을 넣어 녹여 1000 mL로 하고 15 분간 끓인 다음 마개를 하여 48 시간 이상 방치한 다음 유리여과기로 여과하여 다음과 같이 표정한다.

표 정 수산화나트륨 (표준시약)을 150 ~ 200 °C에서 1 ~ 1.5 시간 건조한 다음 데시케이터 (실리카 겔)에서 방냉하고 약 0.3 g을 500 mL 삼각플라스크에 정밀하게 달아 물 30 mL를 넣어 녹이고 회색시킨 황산 (1 → 20) 250 mL를 넣어 용액의 온도를 30 ~ 35 °C로 하고 조제된 과망간산칼륨액을 뷰렛에 넣고 천천히 저으면서 40 mL를 신속하게 넣어 액의 적색이 소실될 때까지 방치한 다음 55 ~ 60 °C로 가온하고 적정을 계속하여 30 초간 지속하는 연한 빨간색을 나타낼 때까지 적정하여 규정도계수를 계산한다. 다만, 종말점 전의 0.5 ~ 1 mL는 조심하여 적가하고 과망간산칼륨액의 색이 소실된 다음에 1 방울을 적가한다.

0.02 mol/L 과망간산칼륨액 1 mL = 6.700 mg $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

주의 : 차광하여 보존한다. 오랫동안 보존한 것은 다시 표정하여 쓴다.

0.05 mol/L 요오드액

1000 mL 중 요오드 (I : 126.90) 12.690 g을 함유한다.

조 제 요오드 13 g에 요오드화칼륨용액(2 → 5) 100 mL를 넣어 녹여 묽은염산 1 mL 및 물을 넣어 1000 mL로 하고 다음과 같이 표정한다.

표 정 삼산화비소 (표준시약)를 가루로 하여 105 °C에서 3 ~ 4 시간 건조하고 데시케이터 (실리카겔)에서 방냉한 다음 약 0.15 g을 정밀하게 달아 수산화나트륨용액 (1 → 25) 20 mL를 넣어 필요하면 가온하여 녹인다. 여기에 물 40 mL 및 메틸오렌지시액 2 방울을 넣어 액이 연한 빨간색이 될 때까지 묽은염산을 넣은 다음 탄산수소나트륨 2 g, 물 50 mL 및 전분시액 3 mL를 넣고 조제된 요오드액을 천천히 적가하여 액이 지속적인 파란색을 나타낼 때까지 적정하여 규정도계수를 계산한다.

0.05 mol/L 요오드액 1 mL = 4.946 mg As_2O_3

주의 : 차광하여 보존한다. 오랫동안 보존한 것은 표정하여 보정한다.

0.1 mol/L 황산제일철암모늄액

1000 mL 중 황산제일철암모늄 [$\text{Fe}(\text{NH}_4)_2 (\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$: 392.14] 39.214 g을 함유한다.

조 제 황산제일철암모늄 40 g을 황산 30 mL 및 물 300 mL의 혼합액을 식힌 액에 녹이고 물을 넣어 1000 mL로 하고 다음과 같이 표정한다.

표 정 조제된 황산제일철암모늄액 25 mL를 정확하게 취하여 물 25 mL 및 인산 5 mL를 넣어 0.02 mol/L 과망간산칼륨액으로 적정하여 규정도계수를 계산한다.

신·구조문 대비표

현 행	개 정 안
제2조(세부사항의 구분) 세부사항은 다음 각 호와 같이 정한다. 1. ~ 5. (생략) 6. 일반시험법은 별표 6과 같다. 7. ~ 9. <신 설>	제2조(세부사항의 구분) ----- ----- 1. ~ 5. (현행과 같음) 6. 모발의 색상을 변화(탈염(脫染) · 탈색(脫色)을 포함한다)시키는 데 도움을 주는 기능성화장품 각조는 별표 6과 같다. 7. 체모를 제거하는 데 도움을 주는 기능성화장품 각조는 별표 7과 같 다. 8. 여드름성 피부를 완화하는 데 도움 을 주는 기능성화장품 각조는 별표 8 과 같다. 9. 일반시험법은 별표 9와 같다.