

4-16. Cellulose 유도체 및 Cellulose

Cellulose 유도체는 Cellulose의 수산기를 에스테르화 또는 에테르화로 합성됩니다. 질산 Cellulose, 아세트산 Cellulose등 다양한 Cellulose 유도체가 제조되어 지고 있습니다. Cellulose 유도체는 치환기에 따라 용해성이 약간씩 다르지만 다양한 조건으로 SEC 측정이 가능합니다. 표5에 대표적인 Cellulose 유도체의 SEC 측정조건을 정리하였습니다. 더해 그림 72에 THF를 용리액으로 사용한 Ethyl Cellulose의 Chromatogram, 그림73에 DMF를 용리액으로 사용한 아세트산 Cellulose의 Chromatogram을 정리하였습니다.

표 5 대표적인 Cellulose 유도체 측정조건

	THF	10 mmol/L LiBrin DMF	10 mmol/L LiBr in Methanol	10 mmol/L LiBr in Methoxy ethanol	10 mmol/L LiBr in DMAc	10 mmol/L LiBr in DMSO
	H _{XL} SuperHZ	Alpha SuperAW	Alpha SuperAW	Alpha SuperAW	Alpha SuperAW	Alpha SuperAW
Methyl Cellulose	×	○	×	×	×	×
Ethyl Cellulose	○	○	×	×	○	×
Cellulose Triacetate	×	×	×	×	○	○
Cellulose Propionate	○	○	×	○	○	○
Hydroxypropyl Cellulose	○	○	○	○	○	○
Cellulose Acetate Butyrate	○	○	×	×	○	○
Cellulose Acetate	○	○	×	×	○	○

○ : 측정가능, × : 측정불가

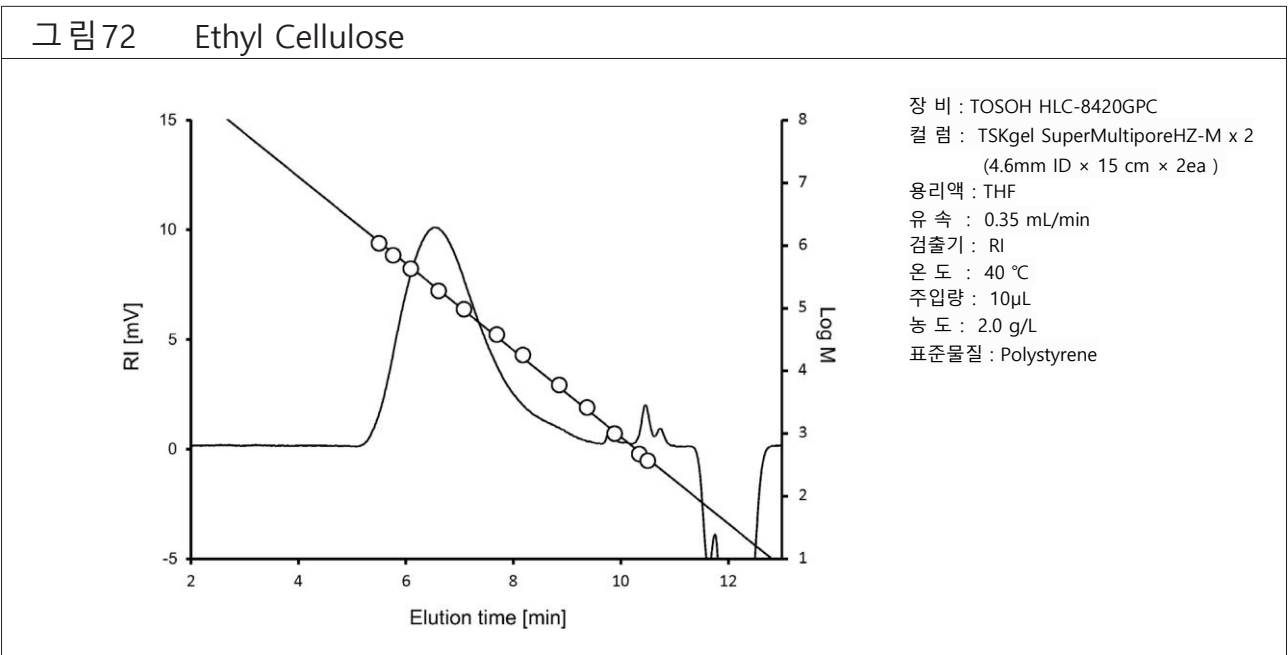
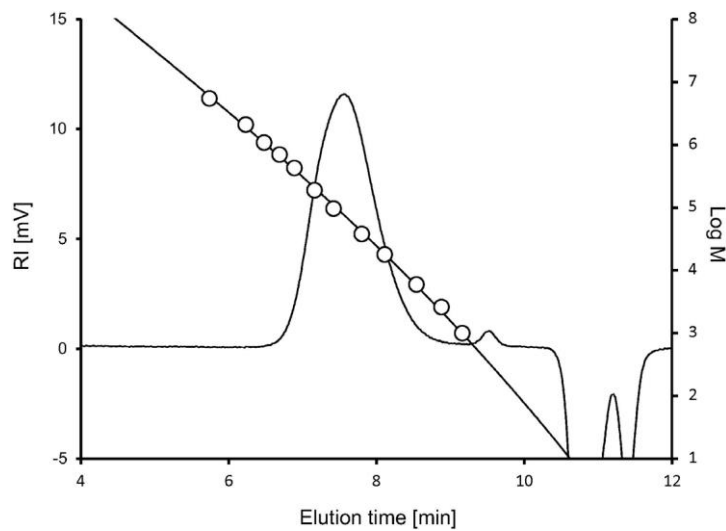


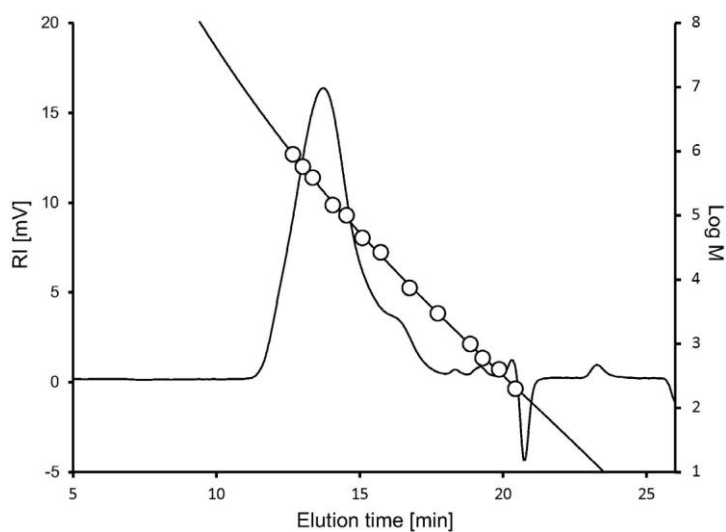
그림 73 아세트산 셀룰로스 (Cellulose Acetate)



장 비 : TOSOH HLC-8420GPC
 컬럼 : TSKgel SuperAWM-H x 2
 (6.0mm ID x 15 cm x 2ea)
 용리액 : 10mM LiBr in DMF
 유속 : 0.6 mL/min
 검출기 : RI
 온도 : 40 °C
 주입량 : 20 μ L
 농도 : 2.0 g/L
 표준물질 : Polystyrene

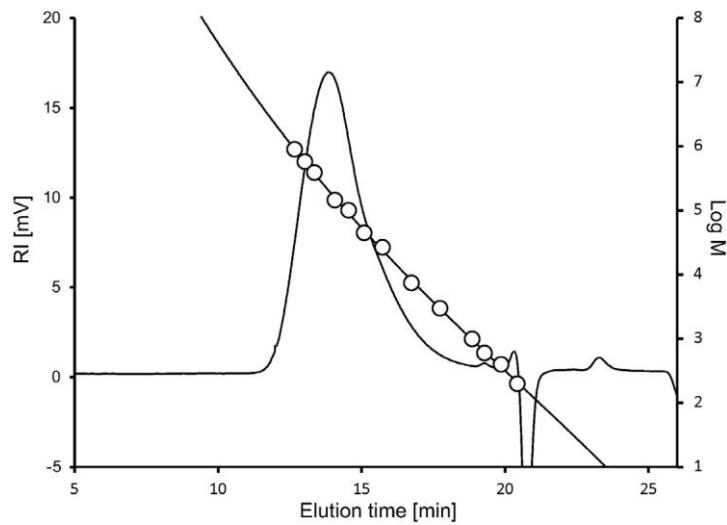
화장품이나 의약품업계에서 널리 사용되고 있는 Carboxymethyl Cellulose, Methyl Cellulose, Hydroxyethyl Cellulose는 물에 용해되기 때문에 수용성 SEC에서 측정이 가능합니다. 그림 74에 Carboxymethyl Cellulose, 그림 75에 Methyl Cellulose, 그림 76에 Hydroxyethyl Cellulose의 Chromatogram이 있습니다. 사용 Column은 수용성 SEC Column인 TSKgel GMPWXL로 0.1 mol/L 질산 나트륨 수용액을 용리액으로 사용했습니다.

그림 74 카르복시메틸 셀룰로스 (Carboxymethyl Cellulose)



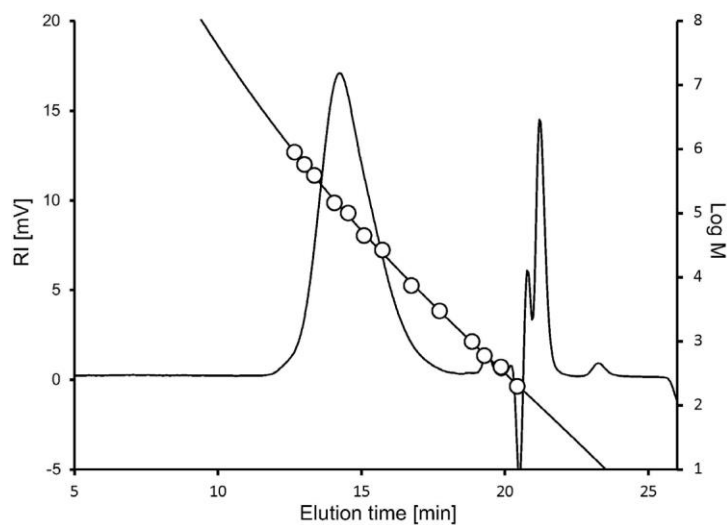
장 비 : TOSOH HLC-8420GPC
 컬럼 : TSKgel GMPW_{XL} x 2ea
 (7.8mm ID x 30 cm x 2ea)
 용리액 : 0.1M NaNO₃
 유속 : 1.0 mL/min
 검출기 : RI
 온도 : 40 °C
 주입량 : 100 μ L
 농도 : 1.0 g/L
 표준물질 : PEG/PEO

그림 75 메틸 셀룰로스 (Methyl Cellulose)



장 비 : TOSOH HLC-8420GPC
 컬 럼 : TSKgel GMPW_{XL} x 2ea
 (7.8mm ID x 30 cm x 2ea)
 용리액 : 0.1M NaNO₃
 유 속 : 1.0 mL/min
 검출기 : RI
 온 도 : 40 °C
 주입량 : 100 μ L
 농 도 : 1.0 g/L
 표준물질 : PEG/PEO

그림 76 하이드록시에틸 셀룰로스 (Hydroxyethyl Cellulose)



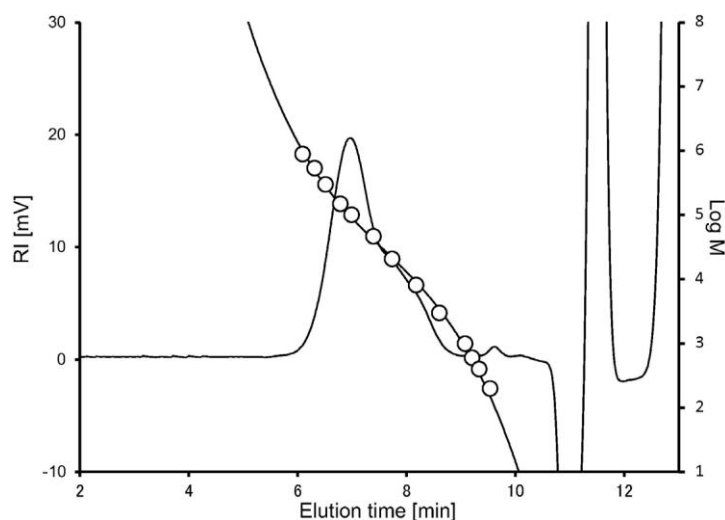
장 비 : TOSOH HLC-8420GPC
 컬 럼 : TSKgel GMPW_{XL} x 2ea
 (7.8mm ID x 30 cm x 2ea)
 용리액 : 0.1M NaNO₃
 유 속 : 1.0 mL/min
 검출기 : RI
 온 도 : 40 °C
 주입량 : 100 μ L
 농 도 : 1.0 g/L
 표준물질 : PEG/PEO

Cellulose는 분자내 견고한 수소결합이 존재하고 있기 때문에 대부분의 용매에 불용성을 띄지만 Cadoxen법이나 용매치환법에 의한 측정이 보고되고 있습니다. 그림 77에 용매치환법 순서가 나와있습니다. 또한 그림 78에 용매치환법으로 측정한 Cellulose의 Chromatogram이 있습니다. Column은 극성 유기용매계 전용 Semi-micro SEC Column TSKgel SuperAWM-H를 사용, 1.0 wt% LiCl를 첨가한 DMAc를 용리액으로 측정하였습니다.

그림77 용매 치환법 순서

시료 1 g을 순수 약 100 mL에 분산시켜 Stirrer로 하룻밤 교반(실온)
 ↓
 여과지로 흡인여과해 탈수, Aceton 세척
 ↓
 Aceton 약 100 mL에 재분산시켜 Stirrer로 하룻밤 교반(실온)
 ↓
 여과지로 흡인여과해 탈수, DMAc 세척
 ↓
 DMAc 약 100 mL에 재분산시켜 Stirrer로 하룻밤 교반(실온)
 ↓
 여과지로 흡인여과해 탈액 후, 여과지에 끼워 넣어 여분의 용매를 제거
 ↓
 70 °C로 진공건조(약 3일간)
 ↓
 8.0 % LiCl in DMAc에 용해(시료농도 10.0 g/L) , 하룻밤 방치
 ↓
 1.0 % LiCl in DMAc로 희석
 ↓
 SEC 측정

그림78 용매치환법에 의한 Cellulose 측정



장 비 : TOSOH HLC-8420GPC
 컬 럼 : TSKgel SuperAWM-H x 2ea
 (6.0mm ID x 15 cm x 2ea)
 용리액 : 1.0 wt% LiCl in DMAc
 유 속 : 0.6 mL/min
 검출기 : RI
 온 도 : 40 °C
 주입량 : 50μL
 농 도 : 1.0 g/L
 표준물질 : Polystyrene