

**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 공개특허공보(A)**

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>  
C08B 15/02

(11) 공개번호 특2000-0062186  
(43) 공개일자 2000년10월25일

(21) 출원번호	10-1999-0055080
(22) 출원일자	1999년12월06일
(30) 우선권주장	98-346409 1998년12월07일 일본(JP)
(71) 출원인	신에쓰 가가꾸 고교 가부시끼가이샤 카나가와 치히로
(72) 발명자	일본 도쿄도 지요다꾸 오떼마치 2쵸메 6방 1고 마루야마, 나오스께 일본니이가따켄나까구비끼군구비끼무라오아자니시후꾸지마28-1신에쓰가가꾸 고교가부시끼가이샤고세이키쥬쯔켄큐소내 우메자와, 히로시 일본니이가따켄나까구비끼군구비끼무라오아자니시후꾸지마28-1신에쓰가가꾸 고교가부시끼가이샤고세이키쥬쯔켄큐소내
(74) 대리인	장수길, 구영창

**심사청구 : 없음**

**(54) 저지환도 히드록시프로필셀룰로오스의 제조 방법**

**요약**

저지환도 히드록시프로필셀룰로오스 제조시, 특히 반응 종료 후 세정 정제 공정 후의 저지환도 히드록시프로필셀룰로오스의 함유율을 저하시켜, 그 후의 건조 공정에서 필요한 열량을 줄이는 동시에, 저지환도 히드록시프로필셀룰로오스의 세정성을 향상시킬 수 있다.

저지환도 히드록시프로필셀룰로오스 제조시 반응 생성물을 용해 중화시키는 공정에서 용해 중화시의 온도를 60 ℃ 이상으로 하는 것을 특징으로 하는 저지환도 히드록시프로필셀룰로오스의 제조 방법을 제공한다.

**색인어**

저지환도 히드록시프로필셀룰로오스, 탈수 시험, 세정 시험, 붕괴성, 결합성.

**명세서**

**발명의 상세한 설명**

**발명의 목적**

**발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술**

본 발명은 의약 또는 식품용 등의 제제에 붕괴성 또는 결합성을 부여하기 위하여 첨가되는 저지환도 히드록시프로필셀룰로오스의 제조 방법에 관한 것이다.

의약품 또는 식품 분야 등에서의 과립제 또는 정제 등의 고형 제제는, 주요 약제 성분만으로 제제화하면 약품을 투여해도 충분한 붕괴성이 달성되지 않아 약효가 충분히 발휘되지 않거나, 결합성이 떨어지기 때문에 제제의 형상을 유지할 수 없는 등의 문제가 있다. 이러한 문제를 해결하기 위하여, 제제화시 저지환도 히드록시프로필셀룰로오스를 첨가함으로써 붕괴성 또는 결합성을 부여해왔다. 이러한 목적을 위하여, 상기 저지환도 히드록시프로필셀룰로오스 이외에, 예를 들면, 카르복시메틸셀룰로오스 및 그의 칼슘염, 가교 카르복시메틸셀룰로오스나트륨, 가교 폴리비닐피롤리돈, 카르복시메틸 전분 등이 사용된다. 이들 중에서 저지환도 히드록시프로필셀룰로오스는 비이온성이기 때문에, 이온성 약품 등과의 상호 작용에 의한 변질이 적다는 등의 이점을 갖는다.

따라서, 과립제 또는 정제 등의 제제는, 상술한 이점을 이용하여 저지환도 히드록시프로필셀룰로오스의 분말을 의약의 유효 성분 또는 그 밖의 부형제 등과 건식 혼합한 후 타정하거나, 물 또는 수용성 결합제 수용액과 혼련하여 조립함으로써 제제화된다.

이러한 제제화에서 붕괴성 또는 결합성을 부여하기 위해 첨가되는 저지환도 히드록시프로필셀룰로오스를 제조하기 위해서, 우선, 원료 펄프를 가성 소다 수용액에 침지시킨 후, 압착하여 얻어진 알칼리 셀룰로오스와 프로필렌옥시드를 반응시키거나, 이소프로필알코올, tert-부틸알코올, 헥산 등 유기 용매 중의 분말형 펄프에 가성 소다 수용액을 첨가하여 얻어진 알칼리 셀룰로오스와 프로필렌옥시드를 반응시킨다. 이어서, 얻어진 조 반응생성물을 수중에 분산 용해시킨 후, 잔존 알칼리를 산으로 중화한다.

또한, 상기 중화 반응 전에 미리 산을 첨가하여 잔존 알칼리의 일부를 중화 용해시킴으로써 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스의 겔보기 밀도를 조절할 수가 있다(일본 특허 공고 제57-53100호 공보 참조).

마지막으로, 상술한 공정 단계에서 부차적으로 생성되는 염 및 그 밖의 불순물을 제거하기 위하여, 물 또는 열수를 사용하여 세정 정제를 하고, 정제된 생성물을 압착시켜 수분을 제거한 후 건조·분쇄 등의 공정을 거쳐 최종적으로 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스를 얻는다.

그러나, 이러한 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스는 수불용성이고, 물을 흡수하여 팽윤됨으로써 붕괴하고, 보수성(물을 간직하는 성질)이 우수한 특유의 성질을 갖는다. 이로 인하여, 종래의 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스의 제조 방법에서는 물 또는 열수에 의한 세정 정제 후 생성물의 함수율이 높아짐으로써 후속되는 건조 공정시에는 많은 열량을 필요로 하여 생산성이 저하되는 문제점이 있다.

### **발명이 이루고자 하는 기술적 과제**

본 발명은 상기 사정을 감안한 것으로, 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스 제조시 특히 반응 종료 후 세정 정제 공정 후의 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스의 함수율을 저하시키는 것을 목적으로 하는 것이다.

### **발명의 구성 및 작용**

상술한 목적을 달성하기 위하여 본 발명의 한 태양에 의하면, 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스 제조시 반응 생성물을 용해 중화시키는 공정에서 용해 중화시의 온도를 60 °C 이상으로 하는 것을 특징으로 하는 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스의 제조 방법이 제공된다. 본 발명의 방법에 따르면, 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스의 함수율이 저하되기 때문에 그 후의 건조 공정에서 필요한 열량을 줄이는 동시에, 단위 함수량 당 회분의 저하율이 향상된다. 또한, 여과 시간도 단축되어 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스의 세정성을 향상시킴으로써 생산 비용의 삭감을 도모할 수 있다.

이하, 본 발명의 실시 형태에 관하여 설명한다. 또한, 본 발명은 이하의 실시형태로만 한정되는 것은 아니다.

본 발명의 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스로서는 우수 글루코오스 단위당 히드록시프로폭실기의 치환 물수가 0.1 내지 0.5인 것이 바람직하다. 히드록시프로폭실기의 치환 물수가 0.1 미만이면 목적하는 결합성을 나타내지 않고, 한편, 히드록시프로폭실기의 치환 물수가 0.5를 초과하면 목적하는 붕괴성을 나타내지 않아, 성형 과립제 또는 정제 등의 제제 붕괴에 요구되는 시간이 지나치게 길어질 우려가 있다.

본 발명의 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스의 제조 방법을 구체적으로 설명하면 다음과 같다. 우선, 원료 펄프를 10 내지 50 중량%의 가성 소다 수용액에 침지시킨 후, 압착하여 얻어진 알칼리 셀룰로오스와 프로필렌옥시드를 20 내지 90 °C에서 약 2 내지 8시간 반응시킨다. 또는, 분말형 펄프를 이소프로필알코올, tert-부틸알코올, 헥산 등의 유기 용매 중에 용해시키고, 가성 소다 수용액을 첨가하여 알칼리 셀룰로오스를 제조하고, 이 알칼리 셀룰로오스에 프로필렌옥시드를 첨가하여 반응시킨다. 이로써 조 반응생성물을 얻을 수 있다.

그 후, 니이더 타입의 혼합기 또는 중형 혼합기 등의 공지된 용해 장치에 60 °C 이상의 열수를 넣고, 거기에 상기 조 반응생성물을 60 °C 이상으로 유지하면서 일정 시간 용해시킨 후 산으로 중화한다. 여기서, 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스의 알칼리 용액을 60 °C 이상의 고온에서 처리함으로써 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스가 물을 뿜어 내는 형태로 석출되기 때문에, 탈수된 정제물의 함수율이 저하되고, 또한 세정시의 물 빠짐이 향상됨으로써 세정성도 향상된다.

상기 용해 중화시의 온도는 60 °C 이상, 바람직하게는 60 내지 100 °C가 적당하다. 용해 중화시의 온도가 60 °C 미만이면 탈수된 정제물의 함수율이 높아져 세정시의 물 빠짐이 나빠진다. 한편, 용해 중화시의 온도가 100 °C를 초과하면 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스의 중합도가 저하되거나, 최종 제품의 변색이 발생하는 등의 문제가 있을 수 있다.

본 발명의 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스의 용해시에 이용되는 물 또는 열수의 양은, 무수셀룰로오스 1 중량부 당 2 내지 20 중량부, 특히 4 내지 10 중량부가 바람직하다. 이러한 용해수의 양이 2 중량부 미만이면 반응물의 용액이 고점성이 되기 때문에 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스를 균일하게 용해시키기가 어렵고, 용해수의 양이 20 중량부를 초과하면 용해에 필요한 장치가 커짐과 동시에 탈수된 정제물의 함수율이 높아진다는 문제가 있다.

또한, 상기 용해 중화 전에 미리 별도로 산을 첨가하여 잔존 알칼리의 일부를 중화 용해시킴으로써 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스의 용해도를 조절할 수도 있다.

상기 중화 공정에서 사용하는 산으로는 특별히 제한되지 않고 어떠한 산이라도 사용할 수 있는데, 예를 들면, 아세트산, 포름산, 프로피온산 등의 유기산과 염산, 황산 등의 무기산을 들 수 있다. 이러한 산의 사용 농도는 특별히 제한되지 않고 자유롭게 선택 가능한데, 10 내지 50 중량%의 범위가 바람직하다.

그 후, 상기 단계에서 얻어진 석출물을 물 또는 열수로 희석하여 슬러리를 수득하고, 그 슬러리를 감압 여과 또는 가압 여과 등의 통상적인 방법에 따라 세정한다. 이와 같이 세정하여 얻어진 정제물을 통상적인 방법에 따라 압착, 건조, 분쇄시킨다. 즉, 가압 압착에 의해 압착 탈수시키고, 정치식 오븐 또는 유동층 건조기 등으로 건조시킨 후, 충격 분쇄기, 불 밀 등을 사용하여 분쇄시킴으로써 최종 생성물인 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스 분말을 얻을 수 있다.

얻어진 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스의 분말은 의약의 유효 성분 또는 그 밖의 부형제 등과 견식 혼합 후 타정하거나, 물 또는 수용성 결합제의 수용액과 혼합하여 과립화함으로써 과립제 또는 정제 등으로 제제화된다.

이하, 본 발명을 실시예 및 비교예에 의해 더욱 상세히 설명하고 있지만, 본 발명은 이러한 실시예로 한

정되는 것은 아니다.

#### [실시예 1]

원료 펄프를 43 중량% 가성 소다 용액에 침지시킨 후, 압착하여 수산화나트륨 22.2 중량%, 셀룰로오스 44.8 중량%, 수분 33.0 중량% 조성의 알칼리 셀룰로오스를 얻었다. 셀룰로오스 환산으로 350 g의 알칼리 셀룰로오스를 5 리터 용량의 반응기에 넣고, 이 반응기내를 질소 가스로 치환하였다. 치환 후, 프로필렌옥시드 79 g(셀룰로오스에 대하여 0.226 중량부)을 반응기에 첨가하여, 45 °C에서 2 시간, 65 °C에서 30 분간 반응시켜 무수 글루코오스 단위당 히드록시프로폭실기 치환 몰수가 0.25인 저치환도 히드록시프로필 셀룰로오스의 조 반응생성물 860 g을 얻었다.

그 후, 니이더에 65 °C의 열수 1925 g(셀룰로오스에 대하여 5.5 중량부)를 넣고, 빙초산 52 g(알칼리에 대하여 0.2 몰)을 첨가한 후, 여기에 상기 반응 생성물을 모두 분산시켰다. 이어서, 온도를 65 °C로 유지하면서 반응 생성물을 30분간 용해시킨 후, 동일 온도를 유지하면서 33 중량%의 아세트산 631 g을 30 분에 걸쳐 첨가하여 중화 석출시켰다. 석출된 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스에 대하여 하기의 탈수 시험 및 세정 시험을 실시하고, 그 결과를 표 1에 기재하였다.

#### 1. 탈수 시험

얻어진 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스를 4 중량% 슬러리가 되도록 60 °C의 열수로 희석하고, 강도 시험기(마에카와 제작소 제품)로 1 t, 1 분간 압축하여 탈수 조작을 수행하였다. 그 후, 탈수된 생성물을 105 °C에서 4시간 건조시키고, 그의 중량 변화로써 생성물의 탈수후 함유율을 산출하였다.

#### 2. 세정 시험

얻어진 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스를 4 중량% 슬러리가 되도록 60 °C의 열수로 희석하고, 이 슬러리를 가압 여과기로 49 kPa에서 가압하여 탈액 조작을 수행하였다. 그 후, 80 °C의 열수 50 g을 첨가하여 동일한 탈액 조작을 수행하였다. 이 탈액 조작을 3 회 수행하고, 이 3 회의 탈액 조작에서의 평균 여과 시간과 3 회째의 정제물에 대한 회분량을 구하여 세정성을 평가하였다.

#### [실시예 2]

실시예 1에서 사용한 알칼리 셀룰로오스를, 실시예 1과 같은 방법으로 프로필렌옥시드와 반응시켜 무수 글루코오스 단위당 히드록시프로폭실기 치환 몰수가 0.25인 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스를 얻었다. 그 후, 니이더에 55 °C의 열수 1925 g(셀룰로오스에 대하여 5.5 중량부)를 넣고, 빙초산 52 g(알칼리에 대하여 0.2 몰)을 첨가한 후, 여기에 상기 반응 생성물을 모두 분산시켰다. 이어서, 온도를 70 °C로 유지하면서 반응 생성물을 30 분간 용해시킨 후, 동일 온도를 유지하면서 33 중량%의 아세트산 631 g을 30 분에 걸쳐 첨가하여 중화석출시켰다. 석출된 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스에 대하여 실시예 1과 마찬가지로 탈수 시험 및 세정 시험을 실시하고, 그 결과를 표 1에 기재하였다.

#### [실시예 3]

실시예 1에서 사용한 알칼리 셀룰로오스를 실시예 1과 같은 방법으로 프로필렌옥시드와 반응시켜, 무수 글루코오스 단위당 히드록시프로폭실기 치환 몰수가 0.25인 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스를 얻었다. 그 후, 니이더에 80 °C의 열수 1925 g(셀룰로오스에 대하여 5.5 중량부)를 넣고, 빙초산 52 g(알칼리에 대하여 0.2 몰)을 첨가한 후, 여기에 상기 반응 생성물을 모두 분산시켰다. 이어서, 온도를 80 °C로 유지하면서 반응 생성물을 30 분간 용해시킨 후, 동일 온도를 유지하면서 33 중량%의 아세트산 631 g을 30분에 걸쳐 첨가하여 중화 석출시켰다. 석출된 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스에 대하여 실시예 1과 마찬가지로 탈수 시험 및 세정 시험을 실시하고, 그 결과를 표 1에 기재하였다.

#### [실시예 4]

원료 펄프를 43 중량% 가성 소다 용액에 침지한 후 압착하여 수산화나트륨 24.1 중량%, 셀룰로오스 40.9 중량%, 수분 35.0 중량% 조성의 알칼리 셀룰로오스를 얻었다. 셀룰로오스 환산으로 350 g의 알칼리 셀룰로오스를 5 리터 용량의 반응기에 넣고, 이 반응기내를 질소 가스로 치환시켰다. 치환 후, 프로필렌옥시드 41 g(셀룰로오스에 대하여 0.116 중량부)을 반응기에 첨가하여, 45 °C에서 2시간, 65 °C에서 30 분간 반응시켜 무수 글루코오스 단위당 히드록시프로폭실기 치환 몰수가 0.14인 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스의 조 반응생성물 896 g을 얻었다. 그 후, 니이더에 65 °C의 열수 2520 g(셀룰로오스에 대하여 7.2 중량부)를 넣고, 여기에 상기 반응 생성물을 모두 분산시켰다. 이어서, 온도를 65 °C로 유지하면서 반응 생성물을 30 분간 용해시킨 후, 동일 온도를 유지하면서 33 중량%의 아세트산 937 g을 30 분에 걸쳐 첨가하여 중화 석출시켰다. 석출된 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스에 대하여 실시예 1과 마찬가지로 탈수 시험 및 세정 시험을 실시하고, 그 결과를 표 1에 기재하였다.

#### [실시예 5]

실시예 1에서 사용한 알칼리 셀룰로오스를 셀룰로오스 환산으로 350 g의 양으로 5 리터 용량의 반응기에 넣고, 이 반응기내를 질소 가스로 치환시켰다. 치환 후, 프로필렌옥시드 56 g(셀룰로오스에 대하여 0.116 부)를 반응기에 가하고, 45 °C에서 2 시간, 65 °C에서 30 분간 반응시켜 무수 글루코오스 단위당 히드록시프로폭실기 치환 몰수가 0.17인 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스의 조 반응생성물 837 g을 얻었다. 그 후, 니이더에 65 °C의 열수 2450 g(셀룰로오스에 대하여 7.0 중량부)를 넣고, 여기에 상기 반응 생성물을 모두 분산시켰다. 이어서, 온도를 65 °C로 유지하면서 반응 생성물을 30 분간 용해시킨 후, 동일 온도를 유지하면서 33 중량%의 아세트산 937 g을 30 분에 걸쳐 첨가하여 중화 석출시켰다. 석출된 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스에 대하여, 실시예 1과 마찬가지로 탈수 시험 및 세정 시험을 실시하고, 그 결과를 표 1에 기재하였다.

#### [실시예 6]

실시예 1에서 사용한 알칼리 셀룰로오스를 셀룰로오스 환산으로 350 g의 양으로 5 리터 용량의 반응기에 넣고, 이 반응기내를 질소 가스로 치환시켰다. 치환 후, 프로필렌옥시드 118.3 g(셀룰로오스에 대하여

0.338 중량부)를 반응기에 가하고, 45 °C에서 2시간, 65 °C에서 30 분간 반응시켜 무수 글루코오스 단위 당 히드록시프로폭실기 치환 물수가 0.394인 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스의 조 반응생성물 899 g을 얻었다. 그 후, 니이더에 80 °C의 열수 1750 g(셀룰로오스에 대하여 5.0 중량부)를 넣고, 여기에 상기 반응 생성물을 모두 분산시켰다. 이어서, 온도를 80 °C로 유지하면서 반응 생성물을 30 분간 용해시킨 후, 동일 온도를 유지하면서 20 중량%의 염산 778 g을 30 분에 걸쳐 첨가하여 중화 석출시켰다. 석출된 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스에 대하여 실시예 1과 마찬가지로 탈수 시험 및 세정 시험을 실시하고, 그 결과를 표 1에 기재하였다.

#### [비교예 1]

실시예 1에서 사용한 알칼리 셀룰로오스를 실시예 1과 같은 방법으로 프로필렌옥시드와 반응시켜 무수 글루코오스 단위당 히드록시프로폭실기 치환 물수가 0.25인 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스를 얻었다. 그 후, 니이더에 30 °C의 물 1925 g(셀룰로오스에 대하여 5.5 중량부)를 넣고, 빙초산 52 g(알칼리에 대하여 0.2 몰)을 첨가한 후, 여기에 상기 반응 생성물을 모두 분산시켰다. 이어서, 온도를 30 °C로 유지하면서 반응 생성물을 30 분간 용해시킨 후, 동일 온도를 유지하면서 33 중량%의 아세트산 631 g을 30 분에 걸쳐 첨가하여 중화 석출시켰다. 석출된 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스에 대하여 실시예 1과 마찬가지로 탈수 시험 및 세정 시험을 실시하고, 그 결과를 표 1에 기재하였다.

#### [비교예 2]

실시예 1에서 사용한 알칼리 셀룰로오스를 실시예 1과 같은 방법으로 프로필렌옥시드와 반응시켜 무수 글루코오스 단위당 히드록시프로폭실기 치환 물수가 0.25인 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스를 얻었다. 그 후, 니이더에 40 °C 물 1925 g(셀룰로오스에 대하여 5.5 중량부)를 넣고, 빙초산 52 g(알칼리에 대하여 0.2 몰)을 첨가한 후, 여기에 상기 반응 생성물을 모두 분산시켰다. 이어서, 온도를 40 °C로 유지하면서 반응 생성물을 30 분간 용해시킨 후, 동일 온도를 유지하면서 33 중량%의 아세트산 631 g을 30 분에 걸쳐 첨가하여 중화 석출시켰다. 석출된 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스에 대하여 실시예 1과 마찬가지로 탈수 시험 및 세정 시험을 실시하고, 그 결과를 표 1에 기재하였다.

#### [비교예 3]

실시예 4에서 사용한 알칼리 셀룰로오스를 실시예 4와 같은 방법으로 프로필렌옥시드와 반응시켜 무수 글루코오스 단위당 히드록시프로폭실기 치환 물수가 0.14인 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스를 얻었다. 그 후, 니이더에 25 °C의 물 2520 g(셀룰로오스에 대하여 7.2 중량부)를 넣고, 빙초산 52 g(알칼리에 대하여 0.2 몰)을 첨가한 후, 여기에 상기 반응 생성물을 모두 분산시켰다. 이어서, 온도를 25 °C로 유지하면서 반응 생성물을 30 분간 용해시킨 후, 동일 온도를 유지하면서 33 중량%의 아세트산 937 g을 30 분에 걸쳐 첨가하여 중화 석출시켰다. 석출된 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스에 대하여 실시예 1과 마찬가지로 탈수 시험 및 세정 시험을 실시하고, 그 결과를 표 1에 기재하였다.

#### [비교예 4]

실시예 5에서 사용한 알칼리 셀룰로오스를 실시예 5와 같은 방법으로 프로필렌옥시드와 반응시켜, 무수 글루코오스 단위당 히드록시프로폭실기 치환 물수가 0.17인 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스를 얻었다. 그 후, 니이더에 25 °C의 물 2450 g(셀룰로오스에 대하여 7.0 중량부)를 넣고, 여기에 상기 반응 생성물을 모두 분산시켰다. 이어서, 온도를 25 °C로 유지하면서 반응 생성물을 30 분간 용해시킨 후, 동일 온도를 유지하면서 33 중량%의 아세트산 937 g을 30 분에 걸쳐 첨가하여 중화 석출시켰다. 석출된 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스에 대하여, 실시예 1과 마찬가지로 탈수 시험 및 세정 시험을 실시하고, 그 결과를 표 1에 기재하였다.

[표 1]

	탈수 시험	세정 시험	
	함수율(중량%)	여과 시간	회분(중량%)
실시예 1	69.2	32	0.33
실시예 2	68.8	25	0.28
실시예 3	67.4	23	0.26
실시예 4	64.7	5	0.13
실시예 5	66.5	8	0.19
실시예 6	69.9	10	0.41
비교예 1	80.8	140	3.82
비교예 2	79.7	138	1.22
비교예 3	75.3	60	0.65
비교예 4	76.8	80	0.89

상기 표 1에서 알 수 있듯이, 실시예 1 내지 6에서는 용해 중화시에 높은 온도에서 반응 처리함으로써 비교예에 비하여 최종 생성물의 탈수성 및 세정성 양쪽 모두 우수하였다.

#### 발명의 효과

상기 설명에서 분명한 바와 같이, 본 발명에 따르면 저치환도 히드록시 프로필셀룰로오스 제조시, 특히 반응 종료 후 세정 정제 공정 후의 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스의 함수율이 저하되기 때문에, 그 후의 건조 공정에서 필요한 열량을 줄일 수 있다. 또한, 단위 함수량 당의 회분량을 저하시키고, 여과

시간도 단축시키며, 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스의 세정성을 향상시킴으로써, 생산 비용의 삭감을 도모할 수 있다.

### **(57) 청구의 범위**

#### **청구항 1**

저치환도 히드록시프로필셀룰로오스 제조시 반응 생성물을 용해 중화시키는 공정에서 용해 중화시의 온도를 60 ℃ 이상으로 하는 것을 특징으로 하는 저치환도 히드록시프로필셀룰로오스의 제조 방법.