

유리알칼리 시험법

가) 에탄올법 (나트륨 비누)

플라스크에 에탄올 200 mL을 넣고 환류 냉각기를 연결한다. 이산화탄소를 제거하기 위하여 서서히 가열하여 5분 동안 끓인다. 냉각기에서 분리시키고 약 70 °C로 냉각시킨 후 페놀프탈레인 지시약 4방울을 넣어 지시약이 분홍색이 될 때까지 0.1N 수산화칼륨·에탄올액으로 중화시킨다. 중화된 에탄올이 들어있는 플라스크에 검체 약 5.0 g을 정밀하게 달아 넣고 환류 냉각기에 연결 후 완전히 용해될 때까지 서서히 끓인다. 약 70 °C로 냉각시키고 에탄올을 중화시켰을 때 나타난 것과 동일한 정도의 분홍색이 나타날 때까지 0.1N 염산·에탄올용액으로 적정한다.

* 에탄올 $p_{20} = 0.792 \text{ g/mL}$

* 지시약: 95% 에탄올 용액(v/v) 100 mL에 페놀프탈레인 1 g을 용해시킨다.

(계산식)

$$\text{유리알칼리 함량(\%)} = 0.040 \times V \times T \times \frac{100}{m}$$

- m: 시료의 질량(g)
- V: 사용된 0.1N 염산·에탄올 용액의 부피(mL)
- T: 사용된 0.1N 염산·에탄올 용액의 노르말 농도

나) 염화바륨법 (모든 연성 칼륨 비누 또는 나트륨과 칼륨이 혼합된 비누)

연성 비누 약 4.0 g을 정밀하게 달아 플라스크에 넣은 후 60% 에탄올 용액 200 mL를 넣고 환류 하에서 10분 동안 끓인다. 중화된 염화바륨 용액 15 mL를 끓는 용액에 조금씩 넣고 충분히 섞는다. 흐르는 물로 실온까지 냉각시키고 지시약 1 mL를 넣은 다음 즉시 0.1N 염산 표준용액으로 녹색이 될 때까지 적정한다.

* 지시약: 페놀프탈레인 1 g과 치몰블루 0.5 g을 가열한 95% 에탄올 용액(v/v) 100 mL에 녹이고 거른 다음 사용한다.

* 60% 에탄올 용액: 이산화탄소가 제거된 증류수 75 mL와 이산화탄소가 제거된 95% 에탄올 용액(v/v)(수산화칼륨으로 증류) 125 mL를 혼합하고 지시약 1 mL를 사용하여 0.1N 수산화나트륨 용액 또는 수산화칼륨 용액으로 보라색이 되도록 중화시킨다. 10분 동안 환류하면서 가열한 후 실온에서 냉각시키고 0.1N 염산 표준 용액으로 보라색이 사라질 때까지 중화시킨다.

* 염화바륨 용액: 염화바륨(2수화물) 10 g을 이산화탄소를 제거한 증류수 90 mL에 용해시키고, 지시약을 사용하여 0.1N 수산화칼륨 용액으로 보라색이 나타날 때까지 중화시킨다.

(계산식)

$$\text{유리알칼리 함량(\%)} = 0.056 \times V \times T \times \frac{100}{m}$$

- m: 시료의 질량(g)
- V: 사용된 0.1N 염산 용액의 부피(mL)
- T: 사용된 0.1N 염산 용액의 노르말 농도

출처: 화장품 안전기준 등에 관한 기준