

5장. 안전성 시험

36. pH

1. 개요

(1) 시험의 필요성 및 목적

섬유제품은 가공 조건, 수세 정도 또는 저장 중 분해, 변질 등에 따라 산성 물질 또는 알칼리성 물질의 잔류 정도가 다르게 나타난다. 면, 마와 같은 셀룰로스가 직물에 산성 물질이 잔류하게 되면 섬유소를 취화시켜 강력이 저하되며, 또한 알칼리성 물질은 단백질 섬유를 분해하여 역시 강력 저하를 초래하게 된다. 한편, 알칼리성 물질은 피부의 산성 보호막을 파괴시키는 등 사람의 피부에 유해하며, 강산성이나 강알칼리성 물질은 사람의 피부를 자극하여 염증을 유발시킨다. 따라서 섬유제품은 적절한 pH가 요구되므로 섬유제품의 가공 이력 및 피부에 대한 안전성 확인을 위해 pH 측정이 필요하다.

(2) 시험 원리

pH는 용액의 산성도를 가늠하는 척도로서 수소이온농도의 역수에 상용로그를 취한 값이다. 또는 수소이온농도의 상용로그 값에 마이너스를 붙여서 구할 수도 있다.

$$\text{pH} = \log_{10}(1/[\text{H}^+]) = -\log_{10}[\text{H}^+]$$



일반적으로 용액의 수소이온농도는 매우 작은 값이기 때문에 다루기가 불편하다. 따라서 pH라는 지수를 도입해 간단한 숫자로 용액의 산성도를 나타낸다. pH시험지

나 pH meter를 이용해 측정할 수 있다.

(3) pH 측정 원리

pH 측정에는 pH 선택성 전극(일반적으로 유리전극), 기준전극, 온도센서 등 세가지가 사용된다. 기본적인 측정원리는 유리 전극 표면에서 발생하는 수소이온의 이온교환 반응시 발생하는 전위를 측정하는 것이다. pH 전극은 특별하게 만들어진 유리를 사용하는데 이 유리는 용액의 pH 값에 비례해서 전위차를 발생한다. 기준전극은 pH 측정시 용액내의 회로구성을 이루게 하며 온도에 상관없이 일정한 전위를 유지하도록 고안된다. pH 전극과 기준전극 사이의 전위차는 pH 값에 비례하는 신호를 나타낸다.

대부분의 pH 센서는 pH 7.0에서 0 mV가 되도록, 이론상으로는 - 59.16 mV/pH (25 °C)의 감응 기울기를 갖도록 만들어진다.

(4) 적용 범위

이 시험법은 수세나 표백 공정 등 습식가공된 섬유의 pH 값 측정에 사용한다.

2. 인용 표준

ASTM D 1776 섬유 시험에서의 컨디셔닝 시행

ISO 3696 : 1987 분석 실험용 물-규격 및 분석 방법

3. 용어

- ① 표백(Bleaching) : 섬유의 유색물질을 화학적으로 산화 또는 환원 방식으로 분해하여 하얗게 만들거나 제거하는 일이다. 표백 방법에 따라 산화 표백과 환원 표백으로 구분되며, 염소계 표백제와 산소계 표백제가 있다.
- ② pH : 수용액 상에 존재하는 양이온인 수소이온(H^+)의 농도에 따라 산성, 알칼리성 물을 구분하는 기준이 되고 0에서 14까지 측정하여 7보다 작으면 산성, 7보다 크면 알칼리성이다.
- ③ 습식가공(Wet processing) : 섬유 제조시, 준비단계, 염색, 프린팅, 가공 과정에서 액체(일반적으로 물 또는 화학 물질을 포함한 용액이거나 액체상에 분산되어진 것) 처리공정의 총괄적인 용어

4. 장치, 기구 및 재료

(1) 시험 장치 및 기구

- ① 시험 장치 : pH meter, 유리전극(0.1 unit)
- ② 유리비커 : 400 mL
- ③ 유리접시
- ④ 1 L Volumetric flask
- ⑤ 100 mL 메스실린더
- ⑥ 저울 : 0.01 g까지 칭량 가능
- ⑦ Hot plate
- ⑧ 물 냉각장치
- ⑨ 초시계

⑩ 유리막대 및 핀셋

(2) 시약

모든 시약은 규정이 정해져 있지 않으면 분석급 이상을 사용한다.

- ① 증류수 또는 탈이온수 : ISO 3696:1987에서 정의된 것 같이 3등급 이상의 것으로 상온에서 pH 5.0~7.5 사이인 것
 - ㉠ 우선 사용할 물의 pH를 검증한다. 만약 상온에서 규정된 범위(pH 5.0~7.5)내에 들어오지 않으면, 그 물은 내화학성이 있는 유리제품을 사용하여 다시 증류한다.
 - ㉡ 산 또는 유기물은 1 g/L 과망간산칼륨과 4 g/L 수산화나트륨을 이용하여 증류수에서 제거할 수 있다.
 - ㉢ 알칼리성(예 ; 암모니아)은 묽은 황산 용액을 이용해서 증류수에서 제거할 수 있다.
 - ㉣ 만약 증류수가 3등급이 아니면, 비커에 증류수를 (10±1) 분 동안 적당한 온도로 끓인 후, 비커에 뚜껑을 덮어 상온에서 식힌다.
- ② 완충용액 : pH 4.0, 7.0, 10.0
- ③ 프탈산수소칼륨 (Potassium hydrogen phthalate, CRM)
- ④ 붕산나트륨 (Sodium tetraborate decahydrate, CRM)
- ⑤ 정도 관리용 완충용액 pH 4
 - ㉠ 1 L 용량의 플라스크를 사용해서 증류수 또는 탈이온수에 프탈산수소칼륨 ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) 10.21 g을 녹이고 증류수 또는 탈이온수를 1 L 용량의 플라스크의 표시까지 채워 희석한다.
 - ㉡ 이 용액의 pH는 20 °C에서 4.00 이고, 25 °C에서 4.01이다.

⑥ 정도 관리용 완충용액 pH 9

㉠ 1 L 용량의 플라스크를 사용해서 증류수 또는 탈이온수에 3.80 g의 사붕산이 나트륨을 녹이고 증류수 또는 탈이온수를 1 L 용량의 플라스크의 표시까지 채워 희석한다.

㉡ 이 용액의 pH는 20 °C에서 9.23이고, 25 °C에서 9.18이다.

5. 안전 수칙

① Fume hood를 이용하고 보호 안경 및 시험용 코트, 장갑 등을 착용한다.

6. 시험편 준비 및 절차

(1) 시험편 준비

① 시료를 1 inch × 1 inch 크기로 자른다.

② 시료의 무게는 (10 ± 0.1) g 이다.

(2) 수용액 추출물 준비

① 400 mL 비커에 증류수 250 mL를 붓고 적절한 온도로 10분간 끓인다.

(비고 : 물이 끓기 시작할 때가 시작점)

② 준비된 시료를 비커에 넣고 유리접시를 덮고 추가로 10분을 끓인다.

③ 뚜껑이 덮인 비커를 냉각장치에서 상온까지 냉각한다.

(비고 : 냉각장치가 없는 경우 ice water bath을 사용할 수 있고, 온도는 상온

이하가 되지 않도록 한다.)

- ④ 유리막대로 저어준 뒤, 핀셋을 이용하여 시료를 제거한다. 제거시 과잉의 물이 떨어질 경우 비커에 받는다.

(3) 공시험(Method blank)의 준비

- ① 400 mL의 비커에 증류수 250 mL를 넣고 시료를 넣지 않은 상태에서 6.(2)와 동일한 방법으로 준비한다.

(4) pH meter의 교정

- ① 150 mL의 비커에 pH 전극의 별브를 덮을 수 있는 충분한 양의 완충용액을 붓는다.
- ② 완충용액에 pH 전극을 잠기게 한다.
- ③ 기기작동 표준에 맞게 pH 4.0, 7.0, 10.0 용액으로 교정을 한다.

(5) 정도 Quality 관리

- ① 정도 관리용 점검 표준액 : pH meter 교정 후에 측정하며 매 시료 20회 측정 후 실시한다. 허용범위는 4.(2)⑤㉞와 4.(2)⑥㉞ 에서 언급한 범위의 ± 0.1 이다. 만약에 범위를 벗어나면 새롭게 pH meter를 교정한 후 다시 측정한다.
- ② 공시험(Method blank) : 공시험(Method blank)은 매 배지 또는 시료 20개 분석 후 시행한다. pH 범위가 5.0~7.5 범위를 벗어나면 다시 측정한다.
- ③ 중복시험(Duplicate) : 중복시험은 매 배지 또는 시료 20개 당 실시하며, 중복 시험한 시료의 pH값 차이가 0.2를 초과하면 안 된다. 중복 시험한 시료의 pH값 차이가 0.2 초과 시 모든 시료에 대하여 재시험한다.

(6) 수용액 추출물의 pH 측정

- ① 매 시험이 끝날 때마다 pH 전극을 증류수로 수세한다.
- ② 측정 시 추출용액의 온도를 기록한다.
- ③ 공시험(Method blank)의 pH 값을 측정하고 기록한다.
- ④ 증류수로 pH 전극을 행군다.
- ⑤ 추출액에 pH 전극을 담근다.
- ⑥ pH 값이 안정하게 될 때까지 기다린다.
- ⑦ pH 값이 안정화되면 0.1 단위로 그 값을 기록한다.

7. 시험 보고서

- ① 시험규격
- ② 측정한 pH값 (0.1 단위)
- ③ 추출 용액의 온도

8. 주의 사항

- ① 비커는 깨끗이 세척한다.
- ② 추출시간은 정확히 유지한다.
- ③ 규격에 적합한 pH의 증류수를 사용한다.
- ④ 표준 pH 용액을 사용하여 pH meter를 교정한다.
- ⑤ QC 용액은 규정된 값이 산출되었는가를 확인한다.
- ⑥ 측정값은 규격에 맞게 기록한다.
- ⑦ pH meter의 전극은 측정 후 저장용액에 담가둔다.

9. 국가별 시험법 비교

시험법	AATCC 81-2006	KS K ISO 3071 : 2009 ISO 3071 : 2005
적용범위	습식가공된 섬유	모든 형태의 섬유에 적용 가능
시료 준비	1 inch×1 inch (10±0.1) g	5 mm×5 mm , (2.00±0.05) g
	AATCC 81 ⇒ small pieces, (10±0.1) g	시험편 3개
조작	① 400 mL 비커에 증류수 250 mL 붓고 적절한 온도로 10분간 끓인다 ② 준비된 시료를 비커에 넣고 유리접시를 덮고 추가로 10분을 끓인다. ③ 뚜껑이 덮인 비커를 냉각장치에서 상온까지 냉각한다. ④ 유리막대로 저어준 뒤, 핀셋을 이용하여 시료를 제거한다. 제거 시 과잉의 물이 떨어질 경우 비커에 받는다 ⑤ pH meter로 측정	① 시험편과 100 mL 증류수 또는 0.1 mol/L 염화칼륨용액을 마개 달린 플라스크에 넣고, 손으로 흔들어 준 후, 2시간 ±5분 동안 기계로 진탕한다. ② 추출액과 같은 온도로 pH 보정. ③ 첫번째 추출액을 측정한다. (pH 값 기록 안함) ④ 전극을 수세하지 않고 두번째 추출액을 측정한다. ⑤ 전극을 수세하지 않고 세번째 추출액을 측정한다. ⇒ 두 개의 pH값 사이의 차이가 0.2보다 크면, 다른 시험편으로 반복 시험한다. 유효한 측정치 2개의 평균치를 계산한다.
결과 표시	① 0.1 pH 단위로 표시 ② 추출액 온도	① 평균 pH 값, 0.1 pH 단위로 표시 ② 사용한 용액 종류 (물 또는 KCl 용액) ③ 추출액 pH ④ 추출액 온도 ⑤ 측정날짜 ⑥ 기타 결과에 영향을 미칠 가능성 있는 모든 인자
	AATCC 81 ⇒ 결과표시 언급 없음	