

35. 향료시험법

가. 할로젠시험법

(1) 동망법 : 폭 15mm, 길이 5cm, 체눈 약 1mm의 동망을 끝에 감은 동선을 사용한다. 이 동망을 버너의 무색화염 중에서 불꽃에 녹색이 없어질 때까지 잘 태운다. 이어 방냉하고 다시 이 조작을 수회 되풀이하여 산화물의 막이 잘 형성되게 한다. 식힌 다음 이 동망에 검체 3방울을 묻혀 태우고, 이 조작을 3회 되풀이하여 이 동망을 약 4cm의 높이로 조절한 무색화염의 외연에서 태운다. 이 때에 화염에 녹색이 나타나서는 아니 된다.

(2) 연소법 : 폭 5cm, 길이 6cm로 끊은 정량분석용여과지를 검체에 담근 다음 이를 시계접시에 넣어 삼발위에 놓고 점화하여 즉시 내면을 물로 적신 1L 비이커로 덮는다. 연소가 끝나면 비이커의 내면을 물 10mL로 씻고, 그 씻은 액에 질산 1방울을 가하여 다시 질산은시액 1방울을 가할 때, 그 탁도는 따로 검체를 쓰지 아니하고 위와 같이 조작할 때 나타나는 탁도 이하이어야 한다.

나. 산가측정법

따로 규정이 없는 한, 검체 약 10g을 정밀히 달아 미리 0.1N 수산화칼륨용액으로 페놀프탈레인시액에 대하여 중성으로 한 알콜 또는 알콜 및 에테르의 같은 양의 혼액 약 50mL에 필요하면 가온하여 녹이

고 페놀프탈레인시액 1mL를 가하여 때때로 흔들어 섞으면서 마이크로 뷰렛을 써서 0.1N 수산화칼륨용액으로 30초간 지속하는 옅은 홍색이 나타날 때까지 적정한다. 이 때에 검체가 석출될 때는 용제를 추가하여 녹인다.

$$\text{산 가} = \frac{0.1\text{N 수산화칼륨용액의 소비량(mL)} \times 5.611}{\text{검체의 채취량(g)}}$$

다. 에스테르가 및 에스테르함량측정법

따로 규정이 없는 한, 규정량의 검체를 정밀히 달아 150mL 플라스크에 넣고 에탄올 10mL 및 페놀프탈레인시액 3방울을 가하여 0.1N 수산화칼륨용액으로 중화하고 그 다음 0.5N 알콜성수산화칼륨용액 25mL를 가하여 환류냉각기를 연결하여 수욕상에서 1시간 조용히 끓인다. 식힌 다음 페놀프탈레인시액 1mL를 가하여 0.5N 염산으로 과잉의 알칼리를 적정한다. 따로 같은 방법으로 공시험을 한다.

$$\text{에스테르가} = \frac{(a - b) \times 28.05}{\text{검체의 채취량(g)}}$$

에스테르함량을 구하는 다음 계산식은 일염기성산의 에스테르의 경우만 사용한다.

$$\begin{aligned} \text{에스테르함량(\%)} &= \frac{\text{에스테르의 분자량} \times (a - b) \times 0.5}{\text{검체의 채취량(g)} \times 1,000} \times 100 \\ &= \frac{\text{에스테르가} \times \text{에스테르의 분자량}}{561.1} \end{aligned}$$

a : 공시험의 0.5N 염산의 소비량(mL)
 b : 본시험의 0.5N 염산의 소비량(mL)

라. 검화가측정법

따로 규정이 없는 한, 규정량의 검체를 정밀히 달아 150mL 플라스크에 넣고 0.5N 알콜성수산화칼륨용액 25mL를 가하여 환류냉각기에 연결하고 수욕상에서 1시간 조용히 끓인다. 식힌 다음 페놀프탈레인시액 1mL를 가하여 0.5N 염산으로 과잉의 알카리를 적정한다. 따로 같은 방법으로 공시험을 한다.

$$\text{검화가} = \frac{(a - b) \times 28.05}{\text{검체의 채취량(g)}}$$

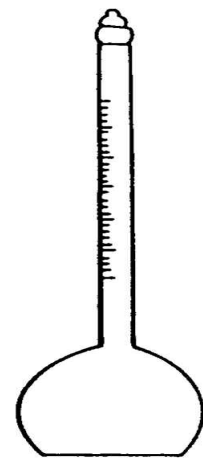
a : 공시험의 0.5N 염산의 소비량(mL)
 b : 본시험의 0.5N 염산의 소비량(mL)

마. 페놀류함량측정법

페놀류함량은 검체 중에 함유되는

수산화알칼리가용물의 함량으로서, 따로 규정이 없는 한 다음 방법에 따라 측정한다.

검체 10mL를 150mL 카시아플라스크에 넣고 잘 흔들며 섞으면서 1N 수산화칼륨용액 75mL를 3회로 나누어 가하고, 다시 5분간 잘 흔들며 섞는다. 다음에 30분간 방치하고 1N 수산화칼륨용



카시아플라스크

액을 천천히 가하여 불용성의 유분을 카시아플라스크의 눈금부분에 상승시켜 마개를 하여 1시간 방치한 다음 그 양을 측정한다.

$$\text{페놀류함량(\%)} = 10 \times [10 - \text{불용성 유분의 양(mL)}]$$

바. 알콜류함량측정법

알콜류함량이란 검체 중에 유리의 상태로 함유되는 알콜류의 함량을 말한다.

조 작 법

따로 규정이 없는 한 다음 방법에 따른다.

제 1 법

검체 10mL, 무수초산 10mL 및 새로 가열하여 녹인 무수초산나트륨 1g을 100mL 플라스크에 넣고 공기냉각기를 연결하여 1시간 수욕 상에서 조용히 끓인 다음 15분간 방치하고, 물 50mL를 가하여 때때로 흔들어서 섞으면서 수욕 중에서 15분간 가열한다. 식힌 다음 내용물을 분액깔대기에 취하여 물층을 분리한다. 기름층은 탄산나트륨시액으로 씻은 액이 알칼리성이 될 때까지 씻고, 다시 염화나트륨시액으로 씻은 액이 중성이 될 때까지 씻고 건조한 용기에 넣어 무수황산나트륨 약 2g을 가하여 잘 흔들어서 섞은 다음 약 30분간 방치하고 여과한다. 여기서 얻은 아세틸화유의 규정량을 정밀히 달아 이하 에스테르가측정법에 따라 에스테르가를 측정한다.

이 에스테르가를 아세틸가라고도 부르며 다음 계산식에 따라 그 양을 측정한다.

$$\text{아세틸가} = \frac{(a - b) \times 28.05}{\text{아세틸화유의 채취량(g)}}$$

(1) 검체중에 에스테르가 없는 경우

$$\begin{aligned} \text{알콜류함량(\%)} &= \frac{\text{알콜의 분자량} \times (a - b) \times 0.5}{[\text{아세틸화유의 채취량(g)} - 0.02102(a - b)] \times 1,000} \times 100 \\ &= \frac{\text{아세틸가} \times \text{알콜의 분자량}}{561.1 - (0.4204 \times \text{아세틸가})} \end{aligned}$$

a : 공시험의 0.5N 염산의 소비량(mL)

b : 본시험의 0.5N 염산의 소비량(mL)

제 2 법

규정량의 검체를 정밀히 달아 200mL 공전 플라스크에 넣고 무수초산·피리딘시액 5mL를 가한다. 연결부분을 2~3방울의 피리딘으로 적신 다음 느슨하게 마개를 하여 수욕상에서 1시간 가열한다. 식힌 후 물 10mL로 마개와 플라스크 내벽을 씻어 넣고 마개를 하여 흔들어 섞은 다음 상온까지 식힌다. 중화시킨 알콜 5mL로 연결부분과 플라스크 내벽을 씻어 넣은 다음 0.5N 알콜성수산화칼륨용액으로 적정한다(지시약 : 크레졸레드·치몰블루시액 2~3방울).

따로 같은 방법으로 공시험을 한다.

$$\text{알콜류함량(\%)} = \frac{\text{알콜분자량} \times (a - b) \times 0.5}{\text{검체의 채취량(g)} \times 1,000} \times 100$$

a : 공시험의 0.5N 알콜성수산화칼륨용액의 소비량(mL)

b : 본시험의 0.5N 알콜성수산화칼륨용액의 소비량(mL)

사. 알데히드류 및 케톤류함량측정법

(1) 아황산수소나트륨법

따로 규정이 없는 한, 검체 10mL를 150mL 카시아플라스크에 넣고 아황산수소나트륨시액 75mL를 가하여 잘 흔들어 섞는다. 이어 플라스크를 비등수욕 중에 넣고 덩어리가 완전히 없어질 때까지 때때로 흔들어 섞으면서 가열한다.

다음, 아황산수소나트륨시액 25mL를 가하여 흔들어 섞고 비등수욕 중에 10분간 정치하고, 다시 아황산수소나트륨시액을 천천히 가하여 불용성의 유분을 카시아플라스크의 눈금부에 상승시켜, 마개를 하여 1시간 방치한 다음 그 양을 측정한다.

$$\text{알데히드류 및 케톤류함량(\%)} = 10 \times [10 - \text{불용성 유분의 양(mL)}]$$

(2) 아황산나트륨법

따로 규정이 없는 한, 150mL 카시아플라스크에 새로 만든 30% 아황산나트륨용액 75mL를 넣고 페놀프탈레인시액 2방울을 가하여 초산으로 유리된 알칼리를 중화하고 이에 검체 10mL를 가하여 흔들어 섞고, 비등수욕 중에 담그어 잘 흔들어 섞고 유리되는 알칼리를 때때로

초산으로 중화한다.

페놀프탈레인시액 3방울을 가하여도 홍~엷은 홍색을 나타내지 아니하게 되면, 15분간 비등수욕중에 플라스크를 정치하고 이에 새로 만든 페놀프탈레인시액에 대하여 초산으로 중화한 30% 아황산나트륨용액을 천천히 가하여 불용성의 유분을 카시아플라스크의 눈금부에 상승시켜 마개를 하여 1시간 방치한 다음 그 양을 측정한다.

알데히드류 및 케톤류함량(%) = 10 × [10-불용성 유분의 양(mL)]

(3) 히드록실아민법

제 1 법

규정량의 검체를 정밀히 달아 0.5N 염산히드록실아민용액 50mL를 가하여 잘 흔들어 섞은 다음, 규정시간 방치하거나 환류냉각기를 연결하여 수욕상에서 규정시간 조용히 끓여 즉시 실온까지 식힌다. 이어 유리된 산을 0.5N 알콜성수산화칼륨용액으로 적정한다. 따로 같은 방법으로 공시험을 한다.

$$\text{알데히드류 및 케톤류함량(}\%) = \frac{\text{알데히드 및 케톤의 분자량} \times (a - b) \times 0.5}{\text{검체의 채취량(g)} \times 1,000} \times 100$$

a : **본시험**의 0.5N 알콜성수산화칼륨용액의 소비량(mL)

b : **공시험**의 0.5N 알콜성수산화칼륨용액의 소비량(mL)

제 2 법

규정량의 검체를 정밀히 달아 히드록실아민시액 75mL를 가하여 잘 흔들어 섞은 다음, 규정시간 방치하거나 환류냉각기를 연결하여 수욕상에서 규정시간 조용히 끓여 즉시 실온까지 식힌다. 이어 과잉의 히드

록실아민을 0.5N 염산으로 적정한다. 종말점은 액의 자색이 녹색으로 되는 점으로 한다. 따로 같은 방법으로 공시험을 한다.

$$\text{알데히드류 및 케톤류함량(\%)} = \frac{\text{알데히드 및 케톤의 분자량} \times (b - a) \times 0.5}{\text{검체의 채취량(g)} \times 1,000} \times 100$$

a : 본시험의 0.5N 염산의 소비량(mL)

b : 공시험의 0.5N 염산의 소비량(mL)