

SPSPSPSPS
SPSPSPSP
SPSPSPS
SPSPSP
SPSPS
SPSP
SPS

SPS-FITI TM 0009

SPS

쪽 추출 천연색소의 시험방법
SPS-FITI TM 0009-7185:2017

FITI 시험 연구원

2017년 6월 20일 제정

심 의 : 단체표준 심사위원회

	성 명	근 무 처	직 위
(위원장)	이 혜 선	제주대학교	교 수
(위 원)	박 윤 철	한국생산기술연구원	수석연구원
	함 정 엽	한국과학기술연구원	단 장
	황 병 수	한국과학기술연구원	선임연구원
	석 은 영	로코테크	대 표 이 사
	윤 성 민	로코테크	영 업 이 사
	최 은 관	나주시천연염색문화재단	팀 장
	서 화 진	경북천연염색산업연구원	팀 장
	이 화 준	(주)동환물산	연 구 소 장
	윤 여 종	(주)오영	부 장
	이 준	송가어패럴	이 사
(간 사)	김 유 검	FITI시험연구원	본 부 장

단체표준열람 : e나라표준인증(<http://www.standard.go.kr>)

제정단체 : FITI시험연구원

제 정 : 2017년 00월 00일

심 의 : FITI시험연구원 단체표준 심사위원회

원안작성협력 : -

표준에 대한 의견 또는 질문은 e나라표준인증 웹사이트를 이용하여 주십시오.

이 표준은 단체표준지원 및 촉진운영요령 제11조 제1항의 규정에 따라 매 3년마다 단체 표준 심의위원회에서 심의되어 확인, 개정 또는 폐지됩니다.

목 차

머 리 말	ii
1 적용범위	1
2 인용표준	1
3 용어와 정의	1
4 시료 채취	1
5 시험방법	2
5.1 pH	2
5.2 함수율	2
5.3 물에 대한 용해도	2
5.4 수용액의 색상 측정	3
5.5 지표물질 검출	3
6 결과 보고서	4
부속서 A (참고) 쪽 지표물질 분석 결과	5
참고문헌	6
해 설	7

머 리 말

이 단체표준(이하 “표준”이라 한다.)은 산업표준화법 제27조(단체표준의 제정 등)의 규정에 따라 FITI 시험연구원(이하 “연구원”이라 한다.)에서 단체표준지원 및 촉진운영요령(국가기술표준원 고시)과 단체표준 업무처리규정(중소기업중앙회 규정) 및 협회의 업무규정에서 정하는 절차와 방법에 따라 FITI 시험연구원 회원사의 의견을 수렴하여 단체표준 심사위원회의 심의를 거쳐 개정하였다.

이 표준은 저작권법의 보호 대상이 되는 저작물이다.

이 표준의 일부가 기술적 성질을 가진 특허권, 출원공개 후의 특허출원, 실용신안권 또는 출원공개 후의 실용신안등록출원에 저촉될 가능성이 있다는 것에 주의를 환기한다. FITI시험연구원 및 단체표준 심사위원회는 이러한 기술적 성질을 가진 특허권, 출원공개 후의 특허출원, 실용신안권 또는 출원공개 후의 실용신안등록출원에 관계되는 확인에 대하여 책임을 지지 않는다.

쪽 추출 천연색소의 시험방법

Test method for natural colorants extracted from indigo

1 적용범위

이 표준은 쪽(indigo)으로부터 추출한 천연색소에 대한 시험방법에 대하여 규정한다.

비고 천연색소는 생육된 식물, 동물 또는 광물질로부터 별도의 화학적 반응을 거치지 않고 섬유 염색에 적용될 수 있도록 가공한 분말을 말한다.

2 인용표준

다음의 인용표준은 전체 또는 부분적으로 이 표준의 적용을 위해 필수적이다. 발행연도가 표기된 인용표준은 인용된 판만을 적용한다. 발행연도가 표기되지 않은 인용표준은 최신판(모든 추록을 포함)을 적용한다.

KS M 0011, 수용액의 pH 측정 방법

KS M ISO 787-8, 안료와 체질 안료의 일반 시험방법 — 제8부: 수용성 물질의 함량 — 냉수 추출법

KS M ISO 2832, 플루오르화 나트륨(산업용) — 함수율 시험방법

KS M ISO 7579, 염료 — 유기용매 용해도 측정 — 질량법 및 광도법

KS M ISO 11358, 플라스틱 — 고분자의 열중량 분석(TG) — 일반 원리

3 용어와 정의

이 표준의 목적을 위하여 다음의 용어와 정의를 적용한다.

3.1

함수율(moisture content)

제시된 시료에 포함되어 있는 수분의 양을 건조된 시료 질량 기준 백분율로 표시한 값

3.2

용해도(solubility)

규정된 조건하에서 일정한 부피의 용매에 용해되는 시료의 최대 질량

4 시료 채취

4.1 로트의 크기

로트의 크기는 당사자 간의 협의에 따르나, 로트별로 포장단위를 기준으로 2개 선정하는 것을 원칙으로 한다.

4.2 시료의 채취

대형 용기의 포장인 경우는 내용물의 상중하 부위에서 균일하게 채취하며, 소형 포장인 경우에는 중심부에서 채취한다.

5 시험방법

5.1 pH

시료 1 g을 증류수 100 mL에 분산 용해시켜 시험액을 준비한다. 시험액을 교반기 등을 사용하여 잘 분산 용해시킨 후 KS M 0011에 규정된 pH 측정기를 사용하여 pH를 측정한다. pH 측정을 위한 표준액 준비 및 교정은 KS M 0011에 따른다.

측정 결과는 3회 측정 결과값의 평균으로 소수점 1자리까지 표시한다.

5.2 함수율

시료의 함수율은 다음의 건조 시험법과 열중량 시험법을 선택하여 구할 수 있다. 다만, 측정 방법은 결과에 표시하여야 한다.

5.2.1 건조 시험법

채취한 시료를 110℃에서 약 1 h 동안 건조한 후, 손실 질량을 측정한다. KS M ISO 2832에 규정된 질량다는 병과 전기로(또는 동등한 성능의 오븐 건조기)를 사용하여 채취한 2 g의 시료를 건조시킨 후 질량 변화를 0.001 g까지 측정하여 다음에 의해 질량 백분율로 표시한다. 3회 반복 시험한 결과의 평균값을 소수점 2자리까지 표시한다.

$$(m_1 - m_2) = \frac{100}{(m_1 - m_0)}$$

여기에서

m_0 : 뚜껑을 닫은 질량다는 병 질량(g)

m_1 : 건조 전 시료를 담아 뚜껑을 닫은 질량다는 병 질량(g)

m_2 : 건조된 시료가 담겨 뚜껑을 닫은 질량다는 병 질량(g)

5.2.2 열중량 시험법

KS M ISO 11358에 규정된 열중량 분석기를 사용하여 열중량 분석기에 투입 가능한 양의 시료를 넣고 10 °C/min의 승온속도로 가열한다. 이때 100 °C를 기준으로 감소하는 중량을 측정하고, 이로부터 승온 전 시료의 중량을 기준으로 감소된 중량을 백분율로 계산하여, 소수점 2자리까지 함수율로 표시한다.

5.3 물에 대한 용해도

KS M ISO 787-8에 규정된 시험절차에 따라 냉수에 의해 시료로부터 추출되는 물질의 양을 결정한다. 이 때 시료는 5 g 내외로 준비하고, 건조되지 않은 시료인 경우에는 5.2에 따라 확인된 시료 내의 포함된 수분량을 제외한 시료의 질량에 대한 추출물질의 양을 소수점 1자리까지 백분율로 표시한다.

5.4 수용액의 색상 측정

KS M ISO 7579의 8.4에 규정된 시험절차에 따라 증류수에 분산 용해된 시료의 색상을 분광광도계에 의해 측정하고 최대 흡수 파장을 표시한다. KS M ISO 7579의 8.4에 규정된 용매로서 증류수를 사용하여 시험 용액을 제조하고 희석하여 시험액을 준비한다. 시험액을 분광광도계를 사용하여 측정한 최대 흡수파장 피크로부터 시료가 나타내는 고유한 색상을 확인하는 것으로 한다.

5.5 지표물질 검출

쪽 시료에 포함된 지표물질인 인디고(indigo)의 검출을 위하여 증류수와 메탄올을 1 : 1 부피비로 혼합한 용매를 준비하고 시료 (0.1 ± 0.01) g을 20 mL에 용해시킨다. 충분히 섞어 용해시킨 후 시험액을 원심분리기를 이용하여 상층액을 분리한 후, 0.25 μm의 마이크로 필터를 이용하여 미세입자를 걸러낸다. HPLC-DAD(High-Performance Liquid Chromatography with Diode-Array Detection)와 UPLC-MS(Ultra-Performance Liquid Chromatography-Mass Spectrometry)를 이용하여 크로마토그램 패턴 및 피크의 구조 등을 준비하여 미리 측정한 표준물질 분석 결과와 비교하여 인디고의 검출 여부를 확인한다.

5.5.1 HPLC-DAD 분석 조건

HPLC 시스템	Agilent Infinity 1260
흐름 속도(Flow rate)	1 mL/min
유동상(Mobile phase)	(A) 물, (B) 아세트니트릴/포름산 혼합액(MeCN in both 0.1 % formic acid)
컬럼(Column)	Phenomenex Luna 5 μ C18(2) 150 mm × 4.6 mm
주입량(Injection Vol.)	10 μL
검출기(Detector)	DAD (600 nm)
구배 방법(Gradient method)	(I) 10 % B(0 min) ~ 100 % B(30 min) (II) 10 % B(1 min) ~ 60 % B(24 min) ~ 100 % B(5 min) (III) 10 % B(5 min) ~ 50 % B(30 min) ~ 95 % B(5 min)

5.5.2 UPLC-MS 분석 조건

UPLC 시스템	Shimadzu Nexera X2
흐름 속도(Flow rate)	0.3 mL/min
유동상(Mobile Phase)	(A) 물, (B) 아세트니트릴/포름산 혼합액(MeCN in both 0.1 % formic acid)
컬럼(Column)	Kinetics EVO C18 (100 mm × 2.1 mm) 1.7 micron
컬럼 오븐(Column Oven)	35 °C
주입량(Injection Vol.)	1 μL (시료: 2 mg/mL)
MS 시스템	Shimadzu LCMS2020
이온화 방법(Ionization method)	ESI-, ESI+
데이터 수집(Data acquisition)	Scan 100-1 000 m/z
분무가스 흐름(Nebulizer gas flow)	1.5 L/min
건조가스 흐름(Dry gas flow)	15 L/min
계면 온도(Interface temp.)	250 °C
계면 전압(Interface voltage)	3.5 kV

6 결과 보고서

결과의 보고는 다음을 표시하여야 한다.

- a) 시료의 정상
- b) 시험결과
- c) 이 표준과 다른 방법으로 시험한 경우, 그 상세한 설명(필요 시)

부속서 A (참고)

쪽 지표물질 분석 결과

A.1 쪽

쪽풀의 주 색소 성분인 인디고는 식물 중에서는 인독실(indoxyl)의 배당체인 무색의 인디칸(indicant)으로 존재하지만 공기 중에 노출되면 이량화되어 인디고가 생성된다.

A.2 쪽의 지표물질 분석 결과

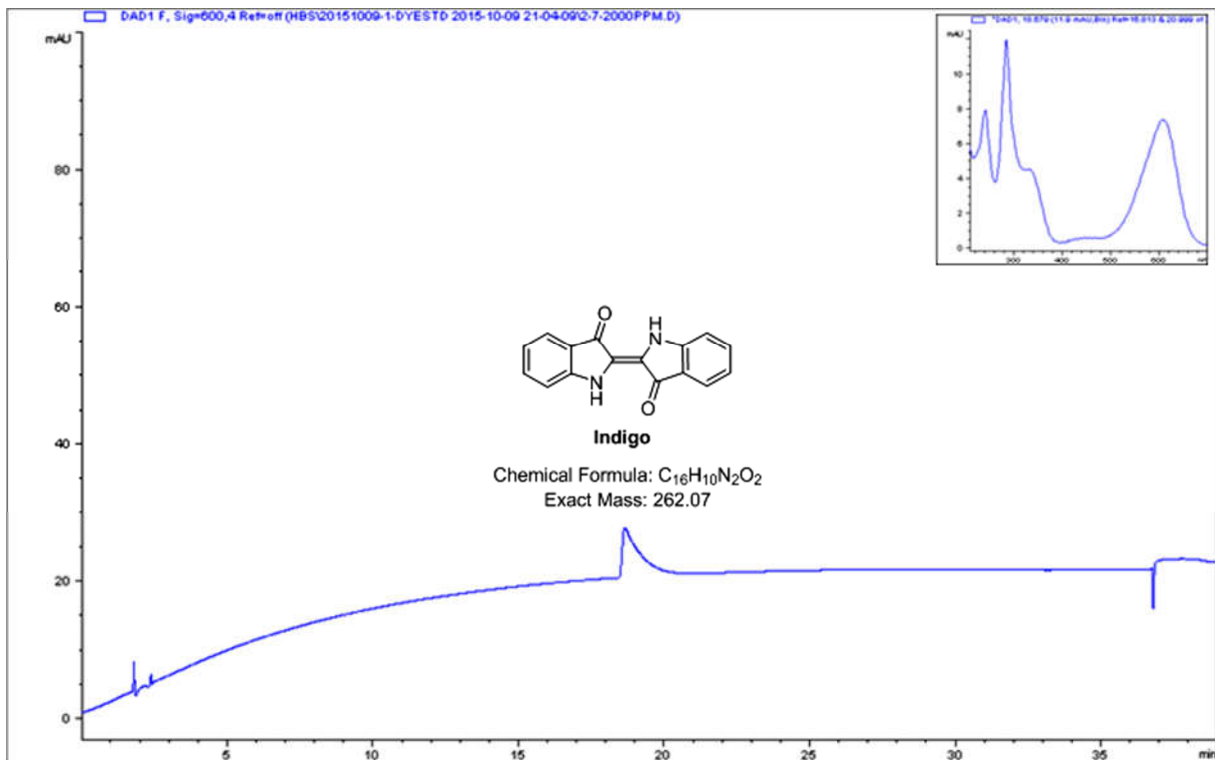


그림 A.1 — 쪽 추출 천연색재의 HPLC chromatogram(600 nm UV detector)

쪽의 지표물질 분석은 같은 양의 시료 및 표준품을 동일한 부피에 녹여 정량 분석하였으며, 108.17 mg/g 함량의 인디고 화합물이 검출되었다..

참고문헌

- [1] Liao, B.C, et al. "LC-APCI-MS method for detection and analysis of tryptanthrin, indigo, and indirubin in Daqingye and Banlangen." *Journal of pharmaceutical and Biomedical Analysis* 43.1(2007): 346-351.
- [2] Sutthivaiyakit, P, et al. "LC-MS/MS method for the confirmatory determination of aromatic amines and its application in textile analysis." *Analytical and bioanalytical chemistry* 381.1(2005): 268-276.

SPS-FITI TM 0009 : 2017

해 설

이 해설은 쪽 추출 천연색소의 시험방법에 대하여 기술하는 것으로 표준의 일부는 아니다.

1 제정의 취지

1.1 국제적 환경 규제 강화에 따른 천연염료 제품의 성장가능성

합성염료에 의한 생산 가공 공정에서의 유해물질 배출에 따른 환경오염, 인체 안전성 위험 등에 대한 개선이 섬유 업계 전반의 가장 심각한 이슈로 대두되고 있다. 그 예로, 유럽의 염색폐수 관련 환경규제 강화 및 소비자 보호를 위한 **Oeko-tex Standard 100**이 전 세계에 보급되어 활용되고 있고 폐기물 배출 관리 강화 기준이 확대됨에 따라 합성염료에 대한 환경규제가 강화되었다. 이에 따라 섬유패션산업계 글로벌 이슈인 ‘지속 가능한 섬유패션’과 관련하여 섬유산업은 환경규제 강화에 의해 새로운 염색기술을 개발 중이며, 이 중 천연 유래자원을 활용한 천연염색 제품을 새로운 시장으로 성장시키려는 시도가 매우 활발하다.

1.2 화학물질 배출 절감형 제품인 천연염색 제품에 대한 요구 확산

국제적인 환경대책과 웰빙 환경 친화 분위기 속에 합성염료에 밀려 대중성을 상실했던 천연염색이 산업화의 길로 접어들고 있는 추세이다. 소비자들의 생활수준이 하루가 다르게 높아가며 일반적인 제품보다 건강기능성을 갖춘 제품, 개성적인 제품, 환경 친화적인 제품 등 고부가가치 제품을 선호하는 경향이 증가함에 따라, 친환경적 기능을 갖춘 천연염색제품에 대한 관심이 높아지고 있어 천연염색제품의 시장 전망은 좋은 편이다.

2 제정의 사유

2.1 고유 전통의 객관적 정량화를 통한 산업성장의 발판 마련

천연색소는 다음과 같은 문제점을 가지고 있다.

- a) 사용되는 천연물의 한계성 때문에 대량생산이 어렵고 같은 염료라도 산지나 채취 시기, 보관 상태, 추출법에 따라 색상이 달라지는 문제점
- b) 수많은 종류의 천연색소를 이용하여 염색이 가능한데, 천연염료는 섬유에 대한 염착성이 좋지 못하여 원하는 색농도로 염색하기 위해서는 반복염색을 하거나 다량의 염료를 사용해야 하는 문제점
- c) 지역과 작업장마다 다른 방법으로 염색을 진행하고 있는 문제점

이에 산업의 발전을 위해서는 동일하게 적용 가능한 객관적이고 정량화된 데이터를 만들 필요성이 있다.

2.2 천연염색 국가표준(KS) 제정을 위한 기반

천연염색에는 다양한 천연물 염재가 존재하고 그 종류에 따라 천연염색 전문가들이 있다. 천연염색 전문가 혼자 모든 천연염색법을 섭렵하고 있는 경우는 거의 없고 각 지역별로 특색 있는 천연염재와 천연염색법에 대해서만 전문성을 보유하고 있는 경우가 대부분인 상황이다. 이에 따라 다양한 종류의 천연물을 모두 모아서 단체표준으로 제정할 필요는 없고, 추후 천연물의 국가표준 제정 시 참고할 부속서로 사용하기 위한 몇 가지 대표적인 천연물들의 단체표준을 제정하고자 한다.

2.3 천연염색제품의 천연물 확인을 위한 신규 단체표준 개발 필요

합성섬유에는 KS K 0123 “합성 섬유 염색물의 염료 종류 판정”이라는 표준이 존재하여 합성섬유에 사용된 염료의 종류를 감별하는 시험방법이 존재하나, 천연염색물의 경우 천연물 관련 표준은 현재까지는 전무하다. 그렇지만 천연염색물에 기존 합성염료에 관한 표준을 적용하는 것은 무리가 있어, 천연염색물에서 지표물질을 검출하여 염색에 사용된 천연물(쪽)을 확인하는 시험방법의 단체표준을 제정하고자 한다.

3 그 밖의 해설사항

3.1 천연염색 제품에 대한 국내·외 표준 현황

- a) ISO/TC 38, 256 기술위원회에서 천연염색 관련 표준의 개발 실적 없음
- b) AATCC 및 ASTM에서 천연염색 관련 표준은 없음
- c) CEN/TC 248 Textile에서 개발과 관련된 표준은 없음
- d) KS에서 천연염색 관련 표준은 없음

3.2 인용표준에 대한 설명

3.2.1 KS M 0011, 수용액의 pH 측정 방법

pH 시험(5.1 참조)에서 사용되는 pH 측정기를 규정하기 위하여 KS M 0011의 4절 pH 측정기의 종류 및 형식과 5절 pH 측정기의 구성 부분이 인용되었다.

3.2.2 KS M ISO 787-8, 안료와 체질 안료의 일반 시험방법 — 제8부: 수용성 물질의 함량 — 냉수 추출법

물에 대한 용해도 시험(5.3 참조)에서 냉수에 의해 시료로부터 추출되는 물질의 양을 결정하기 위한 시험절차를 규정하기 위하여 KS M ISO 787-8의 6절 시험 절차 부분이 인용되었다.

3.2.3 KS M ISO 2832, 플루오르화 나트륨(산업용) — 함수율 시험 방법

건조 시험법(5.2.1 참조)에서 사용되는 질량다는 병과 전기로에 대하여 규정하기 위하여 KS M ISO 2832의 4절 장치 부분이 인용되었다.

3.2.4 KS M ISO 7579, 염료 — 유기용매 용해도 측정 — 질량법 및 광도법

수용액의 색상 측정(5.4 참조)을 위한 시험절차를 규정하기 위하여 KS M ISO 7579의 8.4항 광도법을

이용한 용해된 염료의 농도 측정 부분이 인용되었다.

3.2.5 KS M ISO 11358, 플라스틱 — 고분자의 열중량 분석(TG) — 일반원리

열중량 시험법(5.2.2 참조)에서 사용되는 열중량 분석기를 규정하기 위하여 KS M ISO 11358의 5절 기기 부분이 인용되었다.

단체표준

쪽 추출 천연색소의 시험방법

발간 · 보급

FITI 시 험 연 구 원

02569 서울특별시 동대문구 정릉천동로 102

☎ (02)3299-8181

Fax (02)3299-8155

<http://www.fiti.re.kr>

SPS-FITI TM 0009:2017

**SPSPSPS
SPSPSP
SPSPS
SPSP
SPS
SPSP
SPSPS
SPSPSP
SPSPSPS**

**Test method for natural colorants extracted
from indigo**
