

기름성분-중량법

2022

(Oil and Grease-Gravimetry)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 폐기물 중 기름성분을 측정하는 방법으로 시료를 노말헥산으로 추출하여 잔류물의 질량으로부터 구하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험기준은 폐기물 중의 비교적 휘발되지 않는 탄화수소, 탄화수소유도체, 그리스유상물질 중 노말헥산에 용해되는 성분에 적용한다.

1.2.2 이 시험기준의 정량한계는 0.1 % 이하로 한다.

1.3 간섭물질

1.3.1 눈에 보이는 이물질이 들어 있을 때에는 제거해야한다.

1.3.2 용기 벽에 부착하거나 바닥에 가라앉는 물질이 있는 경우는 시료를 분취하는 과정에서 큰 오차를 발생할 수 있다.

2.0 용어정의

2.1 평량병

평량병은 증발접시라고도 부르며 시료의 질량을 재기 위해 사용하는 용기이다.

3.0 분석기기 및 기구

3.1 전기열판 또는 전기멘틀

80 °C 온도조절이 가능한 것을 사용한다.

3.2 증발접시

알루미늄박으로 만든 접시, 비커 또는 증류플라스크로써 부피는 50 mL ~ 250 mL 인 것을 사용한다.

3.3 T자형 연결관 및 리비히 냉각관

증류플라스크를 사용할 경우 사용한다.

3.4 삼각플라스크

밀폐 마개로 막고 반고상 및 고상 폐기물을 흔들어 섞을 수 있는 크기인 것을 사용한다. 단, 밀폐 마개 등을 포함하는 기타 유리용기의 사용 또한 가능하다.

3.5 분별깔때기

추출 시 액층이 모두 담길 수 있는 크기인 것을 사용한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 메틸오렌지용액 (0.1 %)

메틸오렌지 (methyl orange, $C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$, 분자량 : 327.33) 0.1 g을 정제수 100 mL에 녹인다.

4.1.2 노말헥산

노말헥산 (hexane, C_6H_{14} , 분자량 : 86.17)은 바탕시험 할 때 불순물의 의한 질량 차이가 5 mg 이하의 것을 사용한다.

4.1.3 염화나트륨

염화나트륨 (sodium chloride, NaCl, 분자량 : 58.44)은 시약용으로 순도 98 % 이상을 사용한다.

4.1.4 황산암모늄

황산암모늄 (ammonium sulfate, $(NH_4)_2SO_4$, 분자량 : 132.14)은 시약용으로 순도 98 % 이상을 사용한다.

4.1.5 무수황산나트륨

무수황산나트륨 (sodium sulfate, Na_2SO_4 , 분자량 : 142.04)은 순도 98 % 이상의 시약용을 사용하며 사용하기 전에 300 °C에서 하루 밤 구워서 사용한다.

4.1.6 염산 (1 + 1)

염산 (hydrochloric acid, HCl, 분자량 : 36.46)과 정제수의 부피비가 1:1이 되도록 혼합하여 조제한다.

5.0 시료채취 및 관리

5.1 시료는 유리병에 채취하고 가능한 빨리 측정한다.

[주 1] 유리병을 원칙으로 하나, 시료의 특성과 크기 등의 형태에 따라 알루미늄박 등을 사용할 수 있다.

5.2 시료를 보관하여야 할 경우 미생물에 의해 분해를 방지하기 위해 0 ℃ ~ 4 ℃로 보관한다.

5.3 시료는 24시간 이내에 증발처리를 하여야 하나 최대한 7 일을 넘기지 말아야 한다. 시료를 분석하기 전에 상온이 되게 한다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

6.1 방법바탕시료의 측정

ES 06001에 따라 시료군마다 1 개의 방법바탕시료를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수를 사용하여 7.0 분석절차와 동일하게 전처리·측정하며 그 값이 영에 가까워야 한다.

6.2 내부정도관리 주기 및 목표

6.2.1 방법바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시한다.

6.2.2 각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 표 1과 같다.

7.0 분석절차

7.1 시료 적당량을 분별깔때기에 넣고 메틸오렌지용액 (0.1 %)을 2 ~ 3방울 넣고 황색이 적색으로 변할 때까지 염산 (1 + 1)을 넣어 pH 4 이하로 조정한다. 단 반고상 또는 고상 폐기물인 경우에는 삼각플라스크에 폐기물과 폐기물량의 약 2.5배에 해당하는 정제수를 넣어 잘 혼합한 다음 pH 4 이하로 조정한 후 수층을 분별깔때기에 넣는다.

[비고] 반고상 및 고상 폐기물의 특성에 따라 수분 흡수량을 고려하여 수분 흡수가 큰 폐기물 시료에 대해서는 시료량의 2.5 배 이상에 해당하는 정제수를 넣어 혼합할 수 있다.

7.2 삼각플라스크는 노말헥산 20 mL씩으로 2 회 씻어서 씻은 액을 분별깔때기에 합하고 마개를 하여 5 분간 세게 흔들어 섞고 정치하여 노말헥산층을 분리한다.

[주 2] 추출 시 에멀전을 형성하여 액층이 분리되지 않거나 노말헥산층이 탁할 경우에는 분별깔때기 안의 수층을 원래의 시료용기에 옮긴다. 이후 에멀전층이 분리되거나 노말헥산층이 맑아질 때까지 에멀전층 또는 헥산층에 적당량의 염화나트륨 또는 황산암모늄을 넣어 환류냉각관 (약 300 mm)을 부착하고 80 °C 물중탕에서 약 10분간 가열 분해한 다음 시험기준에 따라 시험한다.

7.3 수층에 한 번 더 시료용기를 씻은 노말헥산 20 mL를 넣어 흔들어 섞고 정치하여 노말헥산층을 분리하여 앞의 노말헥산층과 합한다.

7.4 정제수 20 mL씩으로 수회 씻어준 다음 수층을 버리고 분별깔때기의 꼭지부분에 건조여과지 또는 탈지면을 사용하여 여과하며, 여과시 건조여과지 또는 탈지면 위에 무수황산나트륨을 3 g ~ 5 g을 사용하여 수분을 제거한다.

7.5 노말헥산을 질량을 미리 잰 증발접시에 넣고, 분별깔때기에 노말헥산 소량을 넣어 씻어 준 다음 여과하여 증발접시에 합한다. 다시 노말헥산 5 mL씩으로 여과지 또는 탈지면을 2 회 씻어주고 씻은 액을 증발접시에 합한다.

7.6 증발접시가 알루미늄박으로 만든 접시 또는 비커일 경우에는 용기의 표면을 깨끗이 닦고 80 °C로 유지한 전기열판 또는 전기맨틀에 넣어 노말헥산을 날려 보낸다.

7.7 증류플라스크일 경우에는 T자형 연결관과 냉각관을 달아 전기열판 또는 전기맨틀의 온도를 80 °C로 유지하면서 매초 당 한 방울의 속도로 증류한다. 증류플라스크 안에 2 mL가 남을 때까지 증류한 다음 냉각관의 상부로부터 질소가스를 넣어 주어 증류플라스크안의 노말헥산을 완전히 날려 보내고 증류플라스크를 분리하여 실온으로 냉각될 때까지 질소를 보내면서 완전히 노말헥산을 날려 보낸다.

7.8 증발접시 외부의 습기를 깨끗이 닦고 (80 ± 5) °C의 건조기 중에 30분간 건조하고 실리카겔 데시케이터에 넣어 정확히 30분간 식힌 후 질량을 잰다.

7.9 따로 실험에 사용된 노말헥산 전량을 미리 질량을 잰 증발접시에 넣어, 시료와

같이 조작하여 노말핵산을 날려 보내어 바탕시험을 행하고 보정한다.

8.0 결과보고

다음 식에 따라 기름성분(%)을 계산한다.

$$\text{기름 성분(\%)} = (a - b) \times \frac{100}{V} \quad (\text{식 1})$$

여기서, a : 실험전후의 증발접시의 질량 차(g)

b : 바탕시험 전후의 증발접시의 질량 차(g)

V : 시료의 양(g)

[주 3] 액상시료는 그램(g) 으로 환산된 양을 사용한다

9.0 참고자료

9.1 US EPA Method 160.3, 1971, Total Residue (Gravimetric).

9.2 Standard Methods 2540, 1991, Solid.

9.3 DIN Method 38409-H1-1, Bestimmung des Gesamttrockenrueckstandes eines unfiltrierten Wassers.

9.4 US EPA Method 413.1, 1981, Oil And Grease (Gravimetric, Separatory Funnel Extraction).

9.5 US EPA Method 9071B, 1998, n-Hexane Extractable Material (HEM) For Sludge, Sediment, And Solid Samples..

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.1 % 까지