

노말헥산 추출물질 (n-Hexane Extractable Material)

2014

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물중에 비교적 휘발되지 않는 탄화수소, 탄화수소유도체, 그리스유상 물질 및 광유류를 함유하고 있는 시료를 pH 4이하의 산성으로 하여 노말헥산층에 용해되는 물질을 노말헥산으로 추출하고 노말헥산을 증발시킨 잔류물의 무게로부터 구하는 방법이다. 다만, 광유류의 양을 시험하고자 할 경우에는 활성규산마그네슘(플로리실) 컬럼을 이용하여 동식물유지류를 흡착·제거하고 유출액을 같은 방법으로 구할 수 있다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 지표수, 지하수, 폐수 등에 적용할 수 있으며, 정량한계는 0.5 mg/L이다.

[주 1] 폐수 중의 비교적 휘발되지 않는 탄화수소, 탄화수소유도체, 그리스유상물질 및 광유류가 노말헥산층에 용해되는 성질을 이용한 방법으로 통상 유분의 성분별 선택적 정량이 곤란하다.

1.3 간섭물질

최종 무게 측정을 방해할 가능성이 있는 입자가 존재할 경우 0.45 μm 여과지로 여과한다.

2.0 용어정의

“내용 없음”

3.0 분석기기 및 기구

3.1 전기열판 또는 전기맨틀

80 ℃로 온도조절이 가능한 것을 사용한다.

3.2 증발용기

알루미늄박으로 만든 접시, 비커 또는 증류플라스크로서 부피가 50 mL ~ 250 mL 인 것을 사용한다.

3.3 연결과 및 냉각관

└ 자형 연결관 및 리히비히 냉각관(증류플라스크를 사용한 경우)을 사용한다.

3.4 활성규산마그네슘 컬럼

안지름 약 10 mm, 길이, 약 150 mm의 콕이 부착된 유리관에 유리섬유(석영섬유)를 깔고 120 mm ~ 130 mm 높이로 활성규산마그네슘을 기포가 혼입되지 않도록 노말헥산과 함께 충전한다.

[주 2] 활성규산마그네슘 컬럼과 동등이상의 성능을 나타낼 수 있는 것을 사용할 수 있다.

[주 3] 활성규산마그네슘은 입경 150 μm ~ 250 μm 로서 사용전에 노말헥산으로 씻고 150 ℃로 약 2시간 가열한 후 진공건조용기에서 식힌 것을 사용한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 노말헥산 (n-hexane, C_6H_{14} , 분자량 : 86.18)

4.2 메틸오렌지 (0.1 %)

메틸오렌지 (methyl orange, 4-[4-(Dimethylamino)phenylazo] benzenesulfonic acid, sodium salt, $(\text{CH}_3)_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{N}=\text{NC}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{Na}$, 분자량 : 327.33) 0.1 g을 정확히 취하여 100 mL 부피플라스크에 넣고 정제수로 채운다.

4.3 무수황산나트륨 (sodium sulfate anhydrous, Na_2SO_4 , 분자량 : 142.04)

4.4 염산(1 + 1)

염산 (hydrochloric acid, HCl, 분자량 : 36.46, 비중 : 1.18, 함량 : 36.5 % ~ 38 %) 50 mL를 정제수 50 mL에 넣어 혼합한다.

5.0 시료채취 및 관리

ES 04130.1c 시료의 채취 및 보존 방법에 따른다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

6.1 정확도 및 정밀도

6.1.1 정확도 및 정밀도의 측정은 ES 04001b 정도보증/정도관리에 따른다. 정제수에 동일한 농도의 표준물질(광유류)을 첨가한 4개 이상의 시료를 준비하고 7.0 분석 절차에 따라 측정하여 평균값과 상대표준편차 (RSD)를 구하여 산출한다.

6.1.2 정확도는 첨가한 표준물질의 농도에 대한 측정 평균값의 상대 백분율로서 나타내며 그 값이 75 % ~ 125 % 이내이어야 한다.

6.1.3 정밀도는 측정값의 % 상대표준편차 (RSD)로 계산하며 측정값이 25 % 이내이어야 한다.

6.2 내부정도관리 주기 및 목표

6.2.1 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한

다. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

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

7.0 분석절차

7.1 총 노말핵산추출물질

7.1.1 시료적당량 (노말핵산 추출물질로서 5 mg ~ 200 mg 해당량)을 분별갈때기에 넣고 메틸오렌지용액 (0.1 %) 2방울 ~ 3방울을 넣고 황색이 적색으로 변할 때까지 염산(1 + 1)을 넣어 시료의 pH를 4이하로 조절한다.

[주 4] 노말핵산추출물질의 함량이 낮은 경우 (5 mg/L이하)에는 5 L용량 시료병에 시료 4 L를 채취하여 염화제이철용액 (염화제이철($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 30 g을 염산(1 + 11) 100 mL에 녹인 용액) 4 mL를 넣고 자석교반기로 교반하면서 탄산나트륨용액 (20 %)을 넣어 pH 7.9로 조절한다. 5분간 세게 교반한 다음 방치하여 침전물이 전체액량의 약 1/10이 되도록 침강하면 상층액을 조용히 흡인하여 버린다. 잔류 침전층에 염산(1 + 1)을 넣어 pH 약 1로 하여 침전물을 녹이고 이 용액을 분별갈때기에 옮겨 이하 시험방법에 따라 시험한다.

7.1.2 시료의 용기는 노말핵산 20 mL씩으로 2회 씻어서 씻은 액을 분별갈때기에 합하고 마개를 하여 2분간 세게 흔들어 섞고 정치하여 노말핵산층을 분리한다.

[주 5] 추출시 에멀전을 형성하여 액층이 분리되지 않거나 노말핵산층이 혼탁할 경우에는 분별갈때기안의 수층을 원래의 시료용기에 옮기고, 에멀전층 또는 핵산층에 약 10 g의 염화나트륨 또는 황산암모늄을 넣어 환류냉각관(약 300 mm)을 부착하고 80 °C 물중탕 중에서 약 10분간 가열 분해한 다음 시험방법에 따라 시험한다.

7.1.3 수층에 한 번 더 시료용기를 씻은 노말핵산 20 mL를 넣어 흔들어 섞고 정치하여 노말핵산층을 분리하여 앞의 노말핵산층과 합한다. 정제수 20 mL씩으로 수회 씻어준 다음 수층을 버리고 노말핵산층에 무수황산나트륨을 수분이 제거될 만큼 넣어 흔들어 섞고 수분을 제거한다.

7.1.4 분별깔때기의 꼭지부분에 건조여과지를 사용하여 여과한다. 노말핵산을 항량으로 하여 무게를 미리 단 증발용기에 넣고 분별깔때기에 노말핵산 소량을 넣어 씻어 준 다음 여과하여 증발용기에 합한다.

7.1.5 노말핵산 5 mL씩으로 여과지를 2회 씻어주고 씻은 액을 증발용기에 합한다.

7.1.6 증발용기가 알루미늄박으로 만든 접시 또는 비커일 경우에는 용기의 표면을 깨끗이 닦고, 80 ℃로 유지한 전기 열판 또는 전기맨틀에 넣어 노말핵산을 증발시킨다.

7.1.7 증류플라스크일 경우에는 U자형 연결관과 냉각관을 달아 전기열판 또는 전기맨틀의 온도를 80 ℃로 유지하면서 매 초당 한 방울의 속도로 증류한다. 증류 플라스크 안에 2 mL가 남을 때까지 증류한 다음, 냉각관의 상부로부터 질소가스를 넣어주어 증류플라스크안의 노말핵산을 완전히 증발시키고 증류플라스크를 분리하여 실온으로 냉각될 때까지 질소를 흘려보내어 노말핵산을 완전히 증발시킨다.

7.1.8 증발용기 외부의 습기를 깨끗이 닦고 (80 ± 5) ℃의 건조기 중에 30분간 건조하고 실리카겔 데시케이터에 넣어 정확히 30분간 방치하여 냉각한 후 무게를 단다.

7.1.9 따로 시험에 사용된 노말핵산 전량을 미리 항량으로 하여 무게를 단 증발용기에 넣어, 시료와 같이 조작하여 노말핵산을 날려 보내어 바탕시험을 행하고 보정한다.

7.2 총 노말핵산추출물질 중 광유류

7.2.1 총 노말핵산추출물질의 무게를 측정한 증발용기 중에 노말핵산 20 mL ~ 30 mL를 넣고 가온하여 녹이고 100 mL 부피플라스크에 옮기고 증발용기에 잔류물이 남지 않도록 다시 20 mL ~ 30 mL의 노말핵산으로 녹여 이를 앞의 100 mL 부피플라스크에 합한다.

[주 6] 노말핵산추출물질 중에 동식물유지류 등의 극성물질 약 200 mg 이상을 함유할 경우에는 용량 100 mL 이상의 용기를 사용하여 200 mg 이하에서와 같이 조

제한다.

[주 7] 잔류물 중에 염류가 잔류할 경우에는 유리막대 등으로 잔류물을 잘게 분쇄하고 노말헥산을 가해 노말헥산추출물질을 용출시킨다.

7.2.2 헥산 10 mL씩으로 증발용기를 2회 ~ 3회 씻고, 씻은 액을 전량 100 mL 부피플라스크에 합한 다음 노말헥산으로 표선을 맞춘다.

7.2.3 이 노말헥산용액 전량을 1.2 mL/분의 속도로 활성규산마그네슘 컬럼을 통과시킨다. 처음의 유출액 약 20 mL는 버리고 그 다음 유출액 50 mL를 증류플라스크에 넣어 앞의 방법과 같은 방법으로 시험한다. 따로 시험에 사용된 노말헥산 50 mL를 증류플라스크에 넣어 시료와 같은 방법으로 조작하여 바탕시험을 행하고 보정한다.

[주 8] 비휘발성탄화수소의 유출점은 활성규산마그네슘의 입도와 결합 등에 따라 다소 다를 수 있으므로 미리 확인하여두면 좋다.

7.3 총 노말헥산추출물질 중 동·식물 유지류

노말헥산추출물질 중 동·식물유지류의 양은 총노말헥산추출물질의 양에서 노말헥산추출물질 중 광유류의 양의 차로 구한다.

8.0 결과보고

8.1 노말헥산추출물질

$$\text{총노말헥산추출물질 (mg/L)} = (a - b) \times \frac{1,000}{V} \quad (\text{식 1})$$

여기서, a : 시험전후의 증발용기의 무게 (mg)

b : 바탕시험 전후의 증발용기의 무게 (mg)

V : 시료의 양 (mL)

8.2 노말헥산추출물질 중 광유류

$$\text{총 노말헥산추출물질 중 광유류 (mg/L)} = (a - b) \times \frac{100}{50} \times \frac{1000}{V} \quad (\text{식 2})$$

여기서, a : 유출액 중의 노말헥산추출물질의 무게 (mg)

b : 바탕시험에 의한 잔류물의 무게 (mg)

V : 시료의 양 (mL)

8.3 노말헥산추출물질 중 동·식물유지류

$$\text{총 노말헥산추출물질 중 동·식물유지류 (mg/L)} = a - b \quad (\text{식 3})$$

여기서, a : 총 노말헥산추출물질의 양 (mg/L)

b : 총 노말헥산추출물질 중 광유류의 양 (mg/L)

9.0 참고자료

9.1 US EPA Method 1664, "Oil and Grease and Non-polar Material Using Solvent Extraction and Gravimetry", EPA, (1999).

9.2 APHA, AWWA, WEF, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21th ed, Part 5520, "Oil and Grease", (2005).

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.5 mg/L
정밀도	상대표준편차가 ± 25 % 이내
정확도	75 % ~ 125 %