

염소이온-적정법
(Chloride-Titrimetric Method)

2025

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 염소이온을 분석하기 위해서, 염소이온을 질산은과 정량적으로 반응시킨 다음 과잉의 질산은이 크롬산과 반응하여 크롬산은의 침전으로 나타나는 점을 적정의 종말점으로 하여 염소이온의 농도를 측정하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험기준은 지표수, 하·폐수 등에 적용할 수 있으며, 정량한계는 0.7 mg/L이다.

1.2.2 비교적 분해되기 쉬운 유기물을 함유하고 있거나 자외선부에서 흡광도를 나타내는 브롬이온이나 크롬을 함유하지 않는 시료에 적용된다.

1.3 간섭물질

1.3.1 브롬화이온, 요오드화이온, 시안화이온 등이 공존하면 염소이온으로 정량되어 측정을 방해한다.

1.3.2 아황산이온, 티오황산이온, 황산이온이 측정을 방해하지만 과황산수소로 산화시키면 제거할 수 있다.

2.0 용어 정의

“내용 없음”

3.0 분석기기 및 기구

3.1 건조기

105 °C ~ 110 °C 까지 가열할 수 있고 온도조절이 가능한 건조장치를 사용한다.

3.2 데시케이터

수분함유에 따라 흡습제가 색변화를 나타내거나 수분함량을 표시할 수 있는 데시케이터를 사용한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 수산화소듐용액(4 %)

수산화소듐 (sodium hydroxide, NaOH, 분자량: 40.00) 4 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.2 질산은용액(0.01 N)

4.1.2.1 질산은 (silver nitrate, AgNO₃, 분자량 : 169.87) 1.7 g에 정제수를 넣어 녹여 1 L로 하고 표정한다.

[주 1] 질산은용액은 차광하여 보관한다.

4.1.2.2 표정

염화소듐(0.01 N) 25 mL를 백색 사기접시 또는 삼각플라스크에 넣고, 크롬산포타슘용액 0.2 mL를 지시약으로 하여 질산은용액(0.01 N)으로 옅은 등색이 없어지지 않고 남을 때까지 적정하고 이에 소비된 질산은용액(0.01 N) mL(a)로 부터 다음 식에 따라

질산은 용액(0.01 N)의 농도계수(f)를 구한다.

$$f = 25 / (a-b) \quad (\text{식 1})$$

여기서, a : 소비된 질산은용액(0.01 N)의 양(mL)

b : 염화소듐용액 대신 정제수를 사용하여 위와 같은 방법으로 바탕실험 할 때 소비된 질산은용액(0.01 N)의 부피(mL)

4.1.3 포타슘명반현탁용액

포타슘명반 (aluminum potassium sulfate, $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, 분자량 : 478.38) 125 g 을 정제수에 녹여 1 L로 한 용액을 60 °C에서 가온하고 암모니아수 55 mL를 조금씩 넣어 수산화알루미늄을 침전시킨 다음 약 1시간 방치하여 상층액을 버린 후 현탁액을 사용한다.

4.1.4 염화소듐용액(0.01 N)

염화소듐 (sodium chloride, NaCl, 분자량: 58.44)을 105 °C ~ 110 °C에서 4시간 건조한 다음 데시게이터에서 식힌 후 0.5844g을 정확히 달아 정제수 1 L로 한다.

4.1.5 크롬산포타슘용액

크롬산포타슘 (potassium chromate, K_2CrO_4 , 분자량 : 194.19) 50 g을 정제수 약 200 mL에 녹이고, 붉은색침전이 생길 때까지 질산은 (silver nitrate, AgNO_3 , 분자량 : 169.87)용액을 넣어 여과한 후 여과액에 정제수를 넣어 1 L로 한다.

4.1.6 황산 (1 + 35)

황산 (sulfuric acid, H_2SO_4 , 분자량 : 98.08, 비중 : 1.84, 함량 : 95 % 이상) 2 mL를 정제수 70 mL 중에 저어 섞으면서 천천히 넣어 식힌 다음 사용한다.

4.2 표준용액

ES 04350.1c 음이온류-이온크로마토그래피 4.2 표준용액에 따른다.

5.0 시료채취 및 관리

ES 04130.1f 시료의 채취 및 보존 방법에 따른다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

6.1 정확도, 정밀도의 측정과 내부정도관리 주기는 ES 04001.c 정도보증/정도관리에 따른다.

6.2 정도관리 목표 값은 표1을 따른다.

7.0 분석절차

7.1 분석방법

7.1.1 시료 50 mL를 정확히 취하여 삼각플라스크에 담는다.

[주 2] 시료가 심하게 착색되어 있을 경우에는 포타슘명반현탁용액 3 mL를 넣어 탈색시킨 다음 상층액을 취하여 시험한다.

7.1.2 시료가 산성 또는 알칼리성인 경우 수산화소듐용액(4 %) 또는 황산(1 + 35)을 사용하여 중화하여 pH 약 7.0으로 조절한다.

7.1.3 크롬산포타슘용액 1 mL를 넣어 질산은용액(0.01 N)으로 적정한다. 적정의 종말점은 옅은 적황색 침전이 나타날 때로 하며, 따로 정제수 50 mL를 취하여 바탕시험액으로 하고 시료의 시험방법에 따라 시험하여 보정한다.

8.0 결과보고

다음 식을 사용하여 농도를 계산한다.

$$\text{염소이온 (mg/L)} = (a-b) \times f \times 0.3545 \times \frac{1\,000}{V} \quad (\text{식 2})$$

여기서, a : 시료의 적정에 소비된 질산은용액(0.01 N)의 량 (mL)

b : 바탕시험액의 적정에 소비된 질산은용액(0.01 N)의 량 (mL)

f : 질산은용액(0.01 N)의 농도계수

V : 시료량 (mL)

9.0 참고자료

9.1 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23rd ed, Part Part 4500-Cl⁻ B, “Argentometric Method”, APHA, AWWA, WEF, (2017)

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.7 mg/L
정밀도	25 % 이내
정확도	75 % ~ 125 %