

음이온계면활성제-자외선/가시선 분광법

2025

(Anionic Surfactants-UV/Visible Spectrometry)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 음이온 계면활성제를 측정하기 위하여 메틸렌블루와 반응시켜 생성된 청색의 착화합물을 클로로폼으로 추출하여 흡광도를 650 nm에서 측정하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 지표수, 지하수, 하·폐수 등에 적용할 수 있으며, 정량한계는 0.02 mg/L 이다.

[주 1] 이 시험기준은 음이온계면활성제와 같이 메틸렌블루에 활성을 가지는 계면활성제의 총량 측정에 사용할 수 있으며, 모든 계면활성제를 종류별로 구분하여 측정할 수는 없다.

1.3 간섭물질

1.3.1 약 1 000 mg/L 이상의 염소이온 농도에서 양의 간섭을 나타내며 따라서 염분농도가 높은 시료의 분석에는 사용할 수 없다.

1.3.2 유기 설펜산이온 (sulfonate), 황산이온 (sulfate), 카르복실산이온 (carboxylate), 페놀 및 그 화합물, 무기 티오시아나 (thiocyanide)류, 질산이온 등이 존재할 경우 메틸렌블루 중 일부가 클로로폼 층으로 이동하여 양의 오차를 나타낸다.

1.3.3 양이온 계면활성제 혹은 아민과 같은 양이온 물질이 존재할 경우 음의 오차

가 발생할 수 있다.

1.3.4 시료 속에 미생물이 있을 경우 일부의 음이온 계면활성제가 신속히 변할 가능성이 있으므로 가능한 빠른 시간 안에 분석을 하여야 한다.

1.3.5 황화물에 의해 메틸렌블루가 탈색될 수 있으므로 황화물이 포함된 시료에는 과산화수소(30 %) 몇 방울을 미리 가한 다음 분석을 한다.

2.0 용어 정의

“내용 없음”

3.0 분석기기 및 기구

3.1 자외선/가시선 분광광도계

3.1.1 자외선/가시선 분광광도계는 광원부, 파장선택부, 시료부 및 측광부로 구성되고 광원부에서 측광부까지의 광학계에는 측정목적에 따라 여러 가지 형식이 있다.

3.1.2 광원부의 광원으로 가시선부와 근적외선부의 광원으로는 주로 텅스텐램프를 사용하고 자외선부의 광원으로는 주로 중수소 방전관을 사용한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 메틸렌블루용액(0.025 %)

메틸렌블루 (methylene blue, $C_{16}H_{18}N_3SCl \cdot 3H_2O$, 분자량 : 444.34) 0.25 g을 정제수에 녹여 1 000 mL 로 한다.

4.1.2 수산화소듐용액(0.4 %)

수산화소듐 (sodium hydroxide, NaOH, 분자량 : 40.00) 0.4 g 을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.3 알칼리성붕산소듐용액

붕산소듐 · 10수화물 (sodium borate decahydrate, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, 분자량 : 381.22) 9.54 g을 정제수에 녹여 500 mL 하고 수산화소듐용액(0.4 %) 500 mL와 혼합한다.

4.1.4 클로로폼 (chloroform, CHCl_3 , 분자량 : 50.49)

순도 98 % 이상의 고순도 시약을 사용한다.

4.1.5 황산(1 + 35)

황산 (sulfuric acid, H_2SO_4 , 비중 : 1.84, 분자량 : 98.08, 함량 : 95 %이상) 10 mL를 천천히 정제수 350 mL에 넣은 후 냉각하여 사용한다.

4.2 표준용액

4.2.1 표준원액(500 mg /L)

라우릴황산소듐 (lauryl sodium sulfate, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{OSO}_3\text{Na}$, 분자량 : 288.38)을 순도 100 %로 환산한 0.500 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

[주 2] 시판하는 표준용액을 사용할 수 있다.

4.2.2 표준용액(10 mg/L)

표준원액(500 mg/L) 10 mL를 정확히 취하여 정제수를 넣어 정확히 500 mL로 한다.

5.0 시료채취 및 관리

ES 04130.1f 시료의 채취 및 보존 방법에 따른다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

6.1 방법검출한계, 정량한계, 검정곡선, 검정곡선 검증, 정확도 및 정밀도의 측정과 내부정도관리 주기는 ES 04001.c 정도보증/정도관리에 따른다.

6.2 정도관리 목표 값은 표 1을 따른다.

7.0 분석절차

7.1 전처리

7.1.1 두 개의 250 mL 분별깔때기 (A, B)를 준비하여 분별깔때기 (A)에는 정제수 50 mL, 분별깔때기 (B)에는 정제수 100 mL를 넣고 알칼리성붕산소듐용액 10 mL, 메틸렌블루용액(0.025 %) 5 mL 및 클로로폼 10 mL씩을 넣고 흔들어 섞고 정치하여 클로로폼층을 버린다.

7.1.2 클로로폼층이 무색으로 될 때까지 반복조작을 한다. 분별깔때기(B)에는 황산 (1 + 35) 3 mL를 넣어 둔다.

7.2 분석방법

7.2.1 시료 적당량(음이온 계면활성제로서 0.002 mg ~ 0.05 mg 함유)을 취하여 분별깔때기 (A)에 넣고 클로로폼 10 mL를 넣어 1분간 흔들어 섞은 다음 정치하고 클로로포층을 취하여 분별깔때기 (B)에 옮겨 1분간 흔들어 섞고 정치한다.

7.2.2 클로로폼층을 미리 클로로폼으로 씻어 둔 탈지면을 사용하여 여과하고 여과 용액을 25 mL 부피플라스크에 옮긴다.

7.2.3 다시 분별깔때기 (A)에 클로로폼 10 mL를 넣고 위와 같은 방법으로 시험하여 앞의 25 mL 부피플라스크에 합하고 클로로폼을 넣어 표선까지 채워 이 용액의 일부를 증장 10 mm 흡수셀에 넣어 시료 용액으로 한다.

7.2.4 따로 정제수 50 mL를 취하여 시료의 시험방법에 따라 시험하여 바탕시험 용액으로 한다.

7.2.5 바탕시험 용액을 대조액으로 하여 650 nm에서 시료 용액의 흡광도를 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 음이온 계면활성제의 양을 구하고 농도 (mg/L)를 산출한다.

7.3 검정곡선 작성

7.3.1 표준용액(10 mg/L) 0 mL ~ 10 mL를 단계적으로 취하여 정제수를 넣어 100 mL로 한다. 단, 표준용액은 바탕용액을 제외하고 3개 이상 제조해야하며 필요에 따라 사용하는 표준용액의 양을 달리 할 수 있다.

7.3.2 이하 7.2 분석방법에 따라 시험하여 음이온 계면활성제의 농도와 흡광도와의 검정곡선을 작성한다.

8.0 결과보고

검정곡선은 표준용액의 흡광도와 농도와의 관계식을 사용하여 작성한다. 시료의 농도는 검정곡선 상의 흡광도와 시료의 흡광도를 비교하여 계산한다.

$$\text{음이온계면활성제 (mg/L)} = (y-b)/a \times I \quad (\text{식 1})$$

여기서, y : 시료의 흡광도

b : 검정곡선의 절편

a : 검정곡선의 기울

I : 시료의 희석배수

9.0 참고자료

9.1 J.Longwell, W.D.Maniece, Determination of anionic detergents in sewage effluents and river water, Analyst 80, 167-171, 335, (1964)

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목		정도관리 목표
정량한계	0.02 mg/L	
검정곡선	결정계수 (R^2) ≥ 0.98 또는 감응계수 (RF)의 상대표준편차 $\leq 25 \%$	
검정곡선 검증	측정값의 $\pm 25 \%$ 이내	
정밀도	25 % 이내	
정확도	75 % ~ 125 %	