

인산염인-자외선/가시선 분광법

2025

-이염화주석환원법

(Phosphate Phosphorus-UV/Visible Spectrometry-Tin(II)
Chloride Method)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 인산염인을 측정하기 위하여 시료 중의 인산염인이 몰리브덴산 암모늄과 반응하여 생성된 몰리브덴산인 암모늄을 이염화주석으로 환원하여 생성된 몰리브덴 청색의 흡광도를 690 nm에서 측정하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 지표수, 지하수, 하·폐수 등에 적용할 수 있으며, 정량한계는 0.003 mg/L이다.

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 구성되

고 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.

3.2 건조기

100 ℃ ~ 105 ℃까지 가열할 수 있고 온도조절이 가능한 건조장치를 사용한다.

3.3 데시케이터

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

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 *p*-나이트로페놀용액(0.1 %)

p-나이트로페놀용액 (para-nitrophenol, $C_6H_5NO_3$, 분자량 : 139.11) 0.1 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.2 수산화소듐용액(4 %)

수산화소듐 (sodium hydroxide, NaOH, 분자량 : 40.0) 4 g을 정확히 취하여 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.3 암모니아수(1 + 10)

암모니아수 (ammonia water, 28 % ammonia in water) 10 mL를 정제수 100 mL에 넣어 잘 섞는다.

4.1.4 몰리브덴산 암모늄 용액

몰리브덴산암모늄 · 4수화물 (ammonium molybdate tetrahydrate, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, 분자량 : 1235.86) 15 g을 물 약 150 mL에 녹이고 여기에 황산 182 mL와 정제수 약 600 mL를 섞은 액을 천천히 방냉하여 흔들여 섞고 설파민산 암모늄 (ammonium sulfamate, $\text{NH}_4\text{OSO}_2\text{NH}_2$, 분자량 : 114.12) 10 g을 넣어 녹인 다음 물을 넣어 1 000 mL로 한다.

4.1.5 이염화주석용액(2 %) (인산염시험용)

이염화주석 · 2수화물 (tin(II) chloride, $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 분자량 : 225.63) 2 g을 염산(인산염시험용) 10 mL에 가온하여 녹이고 정제수를 넣어 100 mL로 한다.

4.2 표준용액

4.2.1 표준원액(100 mg/L)

마리 105 °C에서 건조한 인산이수소포타슘 (potassium phosphate, monobasic; KH_2PO_4 , 분자량 : 136.09, 표준시약) 0.439 g을 정확히 달아 정제수에 녹여 1 L로 한다.

[주 1] 시판하는 표준용액을 사용할 수 있다.

4.2.2 표준용액(5 mg/L)

표준원액(100 mg/L) 5 mL를 정확히 취하여 정제수를 넣어 100 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 분석방법

7.1.1 여과한 시료 적당량(인산염인으로 0.05 mg이하 함유)을 정확히 취하여 50 mL 부피플라스크에 넣고 정제수를 넣어 약 40 mL로 한다.

[주 2] 시료가 산성일 경우에는 *p*-나이트로페놀용액(0.1 %)을 지시약으로 수산화소듐용액(4 %) 또는 암모니아수(1 + 10)를 넣어 액이 황색으로 변화될 때까지 중화 한다.

7.1.2 여기에 몰리브덴산암모늄용액 5 mL를 넣어 흔들어 섞고 이염화주석용액(인산염 시험용) 약 0.25 mL를 넣고 정제수를 넣어 표선을 채운 다음 다시 흔들어 섞고 20 °C ~ 30 °C에서 10분간 방치한 다음 이 용액의 일부를 층장 10 mm 흡수셀에 옮겨 시료용액으로 한다.

[주 3] 발색제를 넣은 다음 10분 ~ 12분 후에 흡광도를 측정한다.

7.1.3 바탕시험용액은 따로 정제수 40 mL를 취하여 시료의 시험방법에 따라 시험하여 조제한다.

7.1.4 바탕시험액을 대조액으로 하여 690 nm에서 시료용액의 흡광도를 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 인산염인의 양을 구하여 농도(mg/L)를 산출한다.

7.2 검정곡선 작성

7.2.1 표준용액(5 mg/L) 0 mL ~ 10 mL를 단계적으로 취하여 50 mL 부피플라스크에 넣고 정제수를 넣어 전량을 40 mL로 한다. 단, 표준용액은 바탕용액을 제외하고 3개 이상 제조해야 하며 필요에 따라 사용하는 표준용액의 양을 달리 할 수 있다.

7.2.2 이하 7.1 분석방법에 따라 시험하여 인산염인의 농도와 흡광도와의 검정곡선을 작성한다.

8.0 결과보고

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

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

여기서, y : 시료의 흡광도

b : 검정곡선의 절편

a : 검정곡선의 기울기

I : 시료의 희석배수

9.0 참고자료

9.1 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23rd ed, Part 4500-P, “Stannous Chloride Method”, APHA, AWWA, WEF, (2017)

9.2 JIS K 0102 : 2016 Testing methods for industrial wastewater 46.1, “Phosphate ion”, Japanese Standards Association, (2016)

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.003 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 %