

인산염인-자외선/가시선 분광법

2025

-아스코빈산환원법

(Phosphorus-P-UV/Visible Spectrometry-Ascorbic Acid Method)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 인산염인을 측정하기 위하여 폴리브덴산암모늄과 반응하여 생성된 폴리브덴산인암모늄을 아스코빈산으로 환원하여 생성된 폴리브덴산 청색의 흡광도를 880 nm에서 측정하여 인산염인을 정량하는 방법이다.

1.2 적용범위

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

1.3 간섭물질

1.3.1 5가 비소를 함유한 경우는 인산염인과 마찬가지로 발색을 일으킨다. 이러한 간섭은 이황산소듐을 사용하여 5가 비소를 3가 비소로 환원시켜 제거할 수 있다.

1.3.2 과도한 3가 철(30 mg 이상)을 함유한 경우에는 폴리브덴청의 발색정도를 약화시켜 인산염인의 값이 낮게 측정될 수 있다. 아스코빈산용액의 첨가량을 증가시키면 방해물을 제어할 수 있다.

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.

3.2 건조기

100 °C ~ 105 °C까지 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 몰리브덴산 암모늄-아스코빈산 혼합용액

몰리브덴산암모늄 · 4수화물 (ammonium molybdate tetrahydrate, $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot$

4H₂O, 분자량 : 1235.86) 6 g과 타타르산안티몬포타슘 (potassium antimony tartrate, K(SbO)C₄H₄O₆ · 1/2H₂O, 분자량 : 333.92) 0.24 g을 정제수 약 300 mL에 녹이고 황산(2 + 1) 120 mL와 설파민산암모늄 (ammonium sulfamate, NH₄OSO₂NH₂, 분자량 : 114.12) 5 g을 넣어 녹인 다음 정제수를 넣어 500 mL로 하고 여기에 7.2 % L-아스코빈산 (ascorbic acid, C₆H₈O₆, 분자량 : 176.12) 용액 100 mL를 넣어 섞는다. 사용 시 마다 조제한다.

[주 1] 타타르산안티몬포타슘 (potassium antimony tartrate, K(SbO)C₄H₄O₆ · 1/2H₂O, 분자량 : 333.92)과 Potassium antimonyl tartrate trihydrate(C₈H₄K₂O₁₂Sb₂·3H₂O, 분자량 : 667.87)은 같은 물질이며 동일한 양으로 대체 가능하다.

4.1.3 수산화소듐용액(4 %)

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

4.1.4 암모니아수(1 + 10)

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

4.1.5 L-아스코빈산용액(7.2 %)

L-아스코빈산 (L-ascorbic acid, C₆H₈O₆, 분자량 : 176.12) 7.2 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.2 표준용액

4.2.1 표준원액(100 mg/L)

미리 105 °C에서 건조한 인산이수소포타슘 (potassium phosphate, monobasic, KH₂PO₄, 분자량 : 136.09 ; 표준시약) 0.439 g을 정확히 달아 정제수에 녹여 1 L로 한다.

[주 2] 시판하는 표준용액을 사용할 수 있다.

4.2.2 표준용액(5 mg/L)

표준원액(100 mg/L) 25 mL를 정확히 취하여 정제수를 넣어 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 분석방법

7.1.1 여과한 시료 적당량(인산염인 으로서 0.05 mg 함유)을 취하여 50 mL 부피 플라스크에 넣고 정제수를 넣어 약 40 mL로 한다.

[주 3] 시료가 산성일 경우에는 *p*-나이트로페놀용액(0.1 %)을 지시약으로 수산화소듐용액(4 %) 또는 암모니아수(1 + 10)를 넣어 액이 황색으로 변화될 때까지 중화한다.

7.1.2 폴리브덴산암모늄-아스코빈산 혼합용액 4 mL를 넣고 정제수를 넣어 표선을 채운 다음, 흔들어 섞고 20 °C ~ 40 °C에서 약 15분간 방치한다.

[주 4] 이 때 용액은 30분을 초과하여 방치하여서는 안 된다.

7.1.3 이 용액 일부를 층장 10 mm 흡수 셀에 옮겨 시료용액으로 하고 따로 정제수 40 mL를 취하여 7.1 전처리에 따라 시험하여 바탕시험액으로 한다.

7.1.4 바탕시험용액을 대조액으로 하여 880 nm에서 흡광도를 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 인산염인의 양을 구하고 농도 (mg/L)를 산출한다.

[주 5] 880 nm에서 흡광도 측정이 불가능할 경우에는 710 nm에서 측정한다.

7.1.5 인산염인의 농도가 미량일 경우에는 발색 후 15 분간 방치한 시료액을 125 mL 분별깔때기에 옮기고 다이이소부틸케톤 (DIBK) 10 mL를 넣어 약 5 분간 흔들어 섞고 정치하여 액을 분리한 다음 수층은 버리고 다이이소부틸케톤층을 흡수셀에 옮겨 640 nm에서 흡광도를 측정한다.

7.2 검정곡선 작성

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

7.2.2 시료의 7.0 분석절차에 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 : 희석 배수

9.0 참고자료

9.1 US EPA Method 365.3, “Phosphorus, Colorimetric, Ascorbic Acid, Two Reagent”, US EPA, (1979)

9.2 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23rd ed, Part 4500-P, “Ascorbic acid method”, APHA, AWWA, WEF, (2017)

9.3 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 %