

총인-자외선/가시선 분광법

(Total Phosphorus-UV/Visible Spectrometry)

2025

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 총인을 측정하기 위하여 유기물화합물 형태의 인을 산화 분해하여 모든 인 화합물을 인산염 (PO_4^{3-}) 형태로 변화시킨 다음 몰리브덴산 암모늄과 반응하여 생성된 몰리브덴산인암모늄을 아스코빈산으로 환원하여 생성된 몰리브덴산의 흡광도를 880 nm에서 측정하여 총인의 양을 정량하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 지표수, 지하수, 하·폐수 등에 적용할 수 있으며, 정량한계는 0.005 mg/L이다.

1.3 간섭물질

1.3.1 시료의 전처리 방법에서 축합인산과 유기인 화합물은 서서히 분해되어 측정이 잘 안되기 때문에 과황산포타슘으로 가수분해시켜 인산염으로 전환한 다음 다시 측정한다. 이때 시료가 증발하여 건고되지 않도록 약 10 mL 정도로 유지한다.

1.3.2 전처리한 시료가 염화이온을 함유한 경우는 염소가 생성되어 몰리브덴산의 청색 발색을 방해하는 경우가 있으므로 분해 후 용액에 아황산수소소듐용액(5 %) 용액 1 mL를 가한다.

1.3.3 상층액이 혼탁한 시료의 여과는 시료채취 후 여과지 5종 C 또는 1 μm 이하의 유리섬유여과지 (GF/C)를 사용하여 여과하고 최초의 여과액 약 5 mL ~ 10

mL을 버리고 다음의 여과용액을 사용한다.

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

105 °C ~ 110 °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 과황산포타슘용액(4 %)

과황산포타슘 (potassium persulfate, $K_2S_2O_8$, 분자량 : 270.32) 4 g을 정제수에 용해

시켜 100 mL로 한다.

4.1.2 *p*-나이트로페놀용액(0.1 %)

p-나이트로페놀 (*p*-nitrophenol, $C_6H_5NO_3$, 분자량 : 139.11) 0.1 g을 정제수에 용해시켜 100 mL로 한다.

4.1.3 몰리브덴산암모늄·아스코빈산 혼합용액

몰리브덴산암모늄·4수화물 (ammonium molybdate tetrahydrate, $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$, 분자량 : 1235.86) 6g과 타타르산안티몬포타슘 (potassium antimonyl tartrate, $K(SbO)C_4H_4O_6 \cdot 1/2H_2O$, 분자량 : 333.92) 0.24 g을 정제수 약 300 mL에 녹이고 황산($2 + 1$) 120 mL와 설파민산암모늄 (ammonium sulfamate, $NH_4OSO_2NH_2$, 분자량 : 114.12) 5 g을 넣어 녹인 다음 정제수를 넣어 500 mL로 하고 여기에 7.2 % L-아스코빈산 (L-ascorbic acid, $C_6H_8O_6$, 분자량 : 176.12) 용액 100 mL를 넣어 섞는다. 사용 시 마다 조제한다.

[주 1] 타타르산안티몬포타슘 (potassium antimonyl tartrate, $K(SbO)C_4H_4O_6 \cdot 1/2H_2O$, 분자량 : 333.92)과 Potassium antimonyl tartrate trihydrate($C_8H_4K_2O_{12}Sb_2 \cdot 3H_2O$, 분자량 : 667.87)은 같은 물질이며 동일한 양으로 대체 가능하다.

4.1.4 수산화소듐용액(20 %)

수산화소듐 (sodium hydroxide, NaOH, 분자량 : 40.00) 20 g을 정제수에 용해시켜 100 mL로 한다.

4.1.5 수산화소듐용액(4 %)

수산화소듐 4 g을 정제수에 용해시켜 100 mL로 한다.

4.1.6 L-아스코빈산용액(7.2 %)

L-아스코빈산 (L-ascorbic acid, $C_6H_8O_6$, 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 dihydrogen phosphate, KH_2PO_4 , 분자량: 136.09) 0.439 g을 정확히 달아 정제수에 용해시켜 정확히 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 표1을 따른다.

7.0 분석절차

7.1 전처리

7.1.1 과황산포타슘 분해(분해되기 쉬운 유기물을 함유한 시료)

시료 50 mL(인으로서 0.06 mg 이하 함유)를 분해병에 넣고 과황산포타슘용액(4 %)

10 mL를 넣어 마개를 닫고 섞은 다음 고압증기멸균기에 넣어 가열한다. 약 120 °C가 될 때부터 30분간 가열분해를 계속하고 분해병을 꺼내 냉각한다.

7.1.2 질산-황산 분해(다량의 유기물을 함유한 시료)

7.1.2.1 시료 50 mL(인으로서 0.06 mg 이하 함유)를 킬달플라스크에 넣고 질산 2 mL를 넣어 액량이 약 10 mL가 될 때까지 서서히 가열 농축하고 냉각한다. 여기에 질산 2 mL ~ 5 mL와 황산 2 mL를 넣고 가열을 계속하여 황산의 백연이 격렬하게 발생할 때까지 가열한다.

7.1.2.2 만일 액의 색이 투명하지 않을 경우에는 냉각 한 다음 질산 2 mL ~ 5 mL를 더 넣고 가열 분해를 반복한다. 분해가 끝나면 정제수 약 30 mL를 넣고 약 10분간 조용히 가열하여 가용성 염을 녹이고 냉각 한다.

7.1.2.3 이 용액을 *p*-나이트로페놀(0.1 %)을 지시약으로 하여 수산화소듐용액(20 %) 및 수산화소듐용액(4 %)을 넣어 용액의 색이 황색을 나타낼 때까지 중화한 다음 50 mL 부피플라스크에 옮기고 정제수를 넣어 표선까지 채운다.

7.2 분석방법

7.2.1 전처리한 시료 25 mL를 취하여 마개 있는 시험관에 넣고 폴리브덴산암모늄·아스코빈산 혼합용액 2 mL를 넣어 흔들어 섞은 다음 20 °C ~ 40 °C에서 15분간 방치한다.

[주 3] 전처리한 시료가 탁한 경우에는 유리섬유 여과지로 여과하여 여과액을 사용한다.

7.2.2 이 용액의 일부를 증장 10 nm 흡수셀에 옮겨 시료용액으로 한다.

7.2.3 따로 정제수 50 mL를 취하여 시료의 시험방법에 따라 시험하여 바탕시험액으로 한다.

7.2.4 바탕시험용액을 대조액으로 하여 880 nm의 파장에서 시료 용액의 흡광도를 측정하여 미리 작성한 검정곡선으로 인산염인의 양을 구하여 농도를 계산한다.

[주 4] 880 nm에서 흡광도 측정이 불가능할 경우에는 710 nm에서 측정한다.

7.3 검정곡선의 작성

7.3.1 표준용액(5 mg/L) 0 mL ~ 20 mL를 단계적으로 취하여 100 mL 부피플라스크에 넣고 정제수를 넣어 표선을 채운 다음 이 용액 25 mL 씩을 마개 있는 시험관에 넣는다. 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 인의 농도와 흡광도와의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

8.0 결과보고

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

8.1 과황산포타슘 분해한 경우

$$\text{총인 (mg/L)} = (y-b)/a \times \frac{60}{50} \times I \quad (\text{식 1})$$

여기서, y : 시료의 흡광도

b : 검정곡선의 절편

a : 검정곡선의 기울기

I : 시료의 희석배수

8.2 질산-황산 분해한 경우

$$\text{총인 (mg/L)} = (y-b)/a \times I \quad (\text{식 2})$$

여기서, y : 시료의 흡광도

b : 검정곡선의 절편

a : 검정곡선의 기울기

I : 시료의 희석배수

9.0 참고자료

9.1 US EPA Method 365.1, "Determination of phosphorus by automated colorimetry", US EPA, (1993)

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

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목		정도관리 목표
정량한계	0.005 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 %	