

페놀류-연속흐름법

2025

(Phenols-Continuous Flow Analysis)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 페놀 및 그 화합물을 분석하기 위하여 증류한 시료에 염화암모늄-암모니아 완충용액을 넣어 pH 10으로 조절한 다음 4-아미노안티피린과 헥사시아노화철(II)산포타슘을 넣어 생성된 붉은색의 안티피린계 색소의 흡광도를 510 nm 또는 기기에서 정해진 파장에서 측정하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 지표수, 하·폐수 등에 적용할 수 있으며, 정량한계는 0.004 mg/L이다.
[주 1] 시료 중의 페놀을 종류별로 구분하여 측정할 수는 없으며 또한 4-아미노안티피린법은 파라위치에 알킬기, 아릴기 (aryl), 나이트로기, 벤조일기 (benzoyl), 나이트로소기 (nitroso) 또는 알데하이드기가 치환되어있는 페놀은 측정할 수 없다.

1.3 간섭물질

황 화합물에 의한 간섭은 시료에 인산을 첨가하여 pH 4 이하로 하고 교반 후 황산구리를 넣어서 제거한다.

2.0 용어 정의

2.1 바탕선 들뜸 보정시료

시간에 따라 기기의 바탕선이 들뜨는 것을 보정하는 시료이며, 정제수를 사용한다. 초기에 보정 시료로 기준점을 설정한 후 시료 7개 ~ 10개 당 한번 씩 보정시료를 분석하여 바탕선의 들뜸을 보정한다.

2.2 분할흐름분석기

분할흐름분석기 (SFA, segmented flow analyzer)란 연속흐름분석기 (continuous flow analyzer)의 일종으로 다수의 시료를 연속적으로 자동분석하기 위하여 사용한다. 본체의 구성은 시료와 시약을 주입할 수 있는 펌프와 튜브, 시료와 시약을 반응시키는 반응기 및 검출기로 구성되어 있으며, 용액의 흐름 사이에 일정한 간격으로 공기방울을 주입하도록 구성되어 있다.

2.3 흐름주입분석기

흐름주입분석기 (FIA, flow injection analyzer)란 연속흐름분석기의 일종으로 다수의 시료를 연속적으로 자동분석하기 위하여 사용한다. 기본적인 본체의 구성은 분할흐름분석기와 같으나 용액의 흐름 사이에 공기방울을 주입하지 않는 것이 차이점이다.

3.0 분석기기 및 기구

3.1 연속흐름분석기

3.1.1 시료자동주입기 (auto sampler)

시료를 보관할 수 있는 용기와 트레이, 세척수 모듈, 시료 채취를 위한 장치 (sampling probe)로 구성되어 있으며, 프로그램에 의해 시료주입 및 세척시간의 조절이 가능한 것을 사용한다.

3.1.2 용매이송펌프

시료와 시약의 연속적인 정량주입이 가능하여야 한다. 이때 사용되는 용매 이송용

튜브는 시료 및 시약과 반응하지 않는 내화학적 재질 (PTFE 등)을 사용하여야 하며, 일정 시간 사용 후 용매의 정량 이송이 어려워지면 교체하여야 한다.

3.1.3 반응기

연속으로 주입된 시료와 시약이 완전 혼합되어 반응할 수 있는 구조를 가져야 하며, 충분한 반응시간이 확보되어야 한다.

3.1.4 증류장치

시료의 분해, 발색 반응 및 목적성분의 분리를 위해 증류장치를 사용한다. 이때 사용하는 증류장치의 규격은 각 연속흐름분석기에서 요구되는 규격을 적용한다.

3.1.5 검출기

흡광광도계를 사용하며, 10 mm ~ 50 mm 흐름 셀 (flow cell)과 기기에 따라 정해진 파장의 필터가 설치된 비색계를 사용한다. 단, 사용하는 연속흐름분석기에서 요구되는 규격이 이와 다를 경우 해당 기기에서 요구되는 규격을 따른다.

3.1.6 기록계

검출기로부터 나온 신호들의 기록, 저장 및 보존이 가능한 것을 사용한다.

4.0 시약 및 표준 용액

4.1 시약

시약의 종류 및 제조방법은 연속흐름분석기에서 요구하는 규격에 따른다.

[주 2] 시판하는 시약을 사용할 수 있다.

4.2 표준용액

4.2.1 표준원액(100 mg/L)

정제수 800 mL에 페놀 (phenol, C_6H_5OH , 분자량 : 94.11, 함량: 99.0 % 이상) 0.1 g 을 넣어 녹이고 정제수로 표선을 맞추어 정확히 1 L로 한다. 1주일간 유효하며 4 °C에서 보관한다.

[주 3] 시판하는 표준용액을 사용할 수 있다.

4.2.2 표준용액(1 mg/L)

표준원액 1 mL를 취하고 희석용액을 채워 정확히 100 mL로 한다. 이 용액은 매 분석시마다 조제한다.

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 모든 시료는 인산 (phosphoric acid, H_3PO_4 , 분자량 : 98.00)을 사용하여 pH 4 이하로 조절한 후 황산구리 (cupric sulfate, $CuSO_4$, 분자량 : 159.61)를 시료 1 L 당 1 g의 비율로 첨가한다.

7.1.2 시료가 탁한 경우, 시료 중의 부유물질을 제거하기 위해 필요하다면 유리섬 유여과지 (GF/C) 또는 공극 크기 (pore size) 0.45 μm 의 여과지로 여과를 실시한다.

7.2 분석방법

7.2.1 각 기기의 전원 장치 및 기기의 동작 상태를 확인하고, 시료 및 시약 공급라인이 올바르게 연결되었는지를 확인한다.

7.2.2 가열 및 냉각 장치의 온도가 설정온도에 도달하였는지를 확인한다.

7.2.3 분석에 사용할 조건 등을 작성한다.

7.2.4 시료 및 시약 공급라인에 정제수를 연결하여, 연속흐름분석기에 정제수를 흘리면서 정제수가 각 공급라인에 정성적으로 유입되는지 여부를 관찰하고 이상이 없으면 약 30분간 바탕선을 안정화 시킨다.

7.2.5 바탕선이 안정화 되면 조제된 시약들을 각 시약 공급라인에 올바르게 연결하고 연속흐름분석기로 흘려주어 시약에 의한 바탕선을 안정화 시킨다.

7.2.6 정제수, 총인 표준용액, 방법바탕시료, 시료 및 바탕선 들뜸 보정시료 등을 연속흐름분석기에 순서대로 설치하고 7.2.3에서 작성한 조건에 따라 분석을 실시한다.

7.2.7 분석이 완료되면 모든 시약 및 시료 공급 라인을 정제수로 20 분간 세척 한 후 다시 공기를 유입시켜 라인 내에 정제수를 제거한다.

[주 4] 가동 순서, 바탕선 안정화 등의 절차가 기기에 따라 다를 수 있으므로 각 기기 제조사가 제공하는 절차에 따른다.

7.3 검정곡선의 작성

7.3.1 표준용액(1 mg/L) 0 mL ~ 25 mL를 각각 단계적으로 취하여 넣고 희석용액으로 표선을 맞추어 정확히 100 mL로 한다. 단, 표준용액은 바탕용액을 제외하고 3개 이상 제조해야 하며 필요에 따라 사용하는 표준용액의 양을 달리 할 수 있다.

7.3.2 단계적으로 제조한 검정곡선용 표준 용액을 7.2 분석방법에 따라 연속흐름분

석기로 분석한다.

7.3.3 각 표준용액의 피크 높이 또는 면적을 측정하고 각각 표준 용액 농도와의 검정곡선을 작성한다.

[주 5] 검정곡선은 연속흐름분석기의 프로그램에 의하여 자동으로 작성할 수 있다.

8.0 결과보고

검정곡선은 농도에 대한 피크 높이 또는 면적으로 작성한다. 시료의 농도는 피크 높이(면적)에 상응하는 표준용액의 농도를 기준으로 계산한다.

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

여기서, y : 시료의 피크 높이 또는 면적

b : 검정곡선의 절편

a : 검정곡선의 기울기

I : 시료의 희석배수

[주 6] 시료의 농도는 연속흐름분석기의 프로그램에 의하여 자동으로 계산 할 수 있다.

9.0 참고자료

9.1 US EPA Method 420.2, “Phenolics”, US EPA, (1974).

9.2 ISO 14402, “International standard, Water quality-Determination of phenol index by flow analysis(FIA and CFA)”, ISO, (1999).

9.3 일본수도협회, 상수시험방법 해설편, (2018).

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.004 mg/L
검정곡선	결정계수 (R^2) ≥ 0.995 또는 감응계수 (RF)의 상대표준편차 $\leq 25 \%$
검정곡선 검증	측정값의 $\pm 25 \%$ 이내
정밀도	25 % 이내
정확도	75 % ~ 125 %