

구리-자외선/가시선 분광법
(Copper-UV/Visible Spectrometry)

2024

2026년 폐지 예정

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 구리이온이 알칼리성에서 다이에틸다이티오카르바민산소듐과 반응하여 생성하는 황갈색의 킬레이트 화합물을 아세트산부틸로 추출하여 흡광도를 440 nm에서 측정하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 지표수, 지하수, 하·폐수 등에 적용할 수 있으며, 정량한계는 0.01 mg/L이다.

2.0 용어정의

“내용 없음”

3.0 분석기기 및 기구

“내용 없음”

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 다이에틸다이티오카르바민산소듐용액(1 %)

다이에틸다이티오카르바민산소듐 · 3수화물 (sodium diethyldithiocarbamate trihydrate, $C_5H_{10}NNaS_2 \cdot 3H_2O$, 분자량 : 225.31) 1.3 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.2 메타크레졸퍼플 에틸알코올용액(0.1 %)

메타크레졸퍼플 (m-cresolpurple, $C_{21}H_{18}SO_5$, 분자량 : 382.44) 0.1 g을 에틸알코올 (ethanol, C_2H_5OH , 분자량 : 46.07, 함량 95.0 %) 50 mL에 녹이고 정제수를 넣어 100 mL로 한다

4.1.3 사이트르산이암모늄용액(구리시험용)

사이트르산이암모늄 (ammonium citrate, $C_6H_{14}N_2O_7$, 분자량 : 226.19) 10 g을 정제수 약 80 mL에 녹이고 메타크레졸퍼플-에틸알코올 용액 2방울 ~ 3방울을 넣고 암모니아수(1 + 1)를 한 방울씩 떨어뜨려 pH를 약 9로 조절하고 정제수를 넣어 100 mL로 한다. 이 액을 분별깔때기에 옮겨 다이에틸다이티오카르바민산소듐용액 2 mL와 아세트산부틸(구리 시험용) 10 mL를 넣어 흔들어 섞고 정치하여 분리한다.

다시 사이트르산이암모늄층에 아세트산부틸(구리시험용) 10 mL를 넣어 흔들어 섞고 정치하여 사이트르산이암모늄층을 분리하여 건조한 거름종이로 걸러내어 아세트산부틸을 제거한다.

4.1.4 시안화포타슘용액(5 %)

시안화포타슘 (potassium cyanide, KCN, 분자량 : 65.12) 5 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.5 아세트산부틸 (acetic acid butyl ester, $C_8H_{12}O_2$, 분자량 : 116.16)

4.1.6 암모니아수(1 + 1)

암모니아수 (ammonium hydroxide, NH_4OH , 분자량 : 35.05)와 정제수를 1 : 1 비율로 한다.

4.1.7 에틸렌다이아민테트라아세트산이소듐용액(구리시험용)

에틸렌다이아민테트라아세트산이소듐 · 2수화물 (ethylene diamine tetraacetic acid disodium salt dihydrate, $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 분자량 : 372.24) 2 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.2 표준용액

4.2.1 구리 표준원액(100 mg/L)

금속구리 (copper, Cu, 분자량 : 63.55, 순도 99.9 % 이상) 0.1 g을 정확히 취하여 질산 12 mL를 가하고 서서히 가열하여 녹인다. 방치하고 냉각하여, 1 L 부피플라스크에 옮기고 정제수로 표선까지 채운다.

4.2.2 구리 표준용액(1 mg/L)

구리 표준원액 1 mL를 정확히 취하여, 100 mL 부피플라스크에 넣고 정제수로 표선까지 채운다. 사용 시마다 제조한다.

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, 정밀도 및 정확도의 측정방법과 내부정도관리 주기는 ES 04001.b 정도보증/정도관리에 따른다.

6.2 각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 표 1과 같다.

7.0 분석절차

7.1 전처리

ES 04150.1c 시료의 전처리방법에 따른다.

[주 1] 시료의 전처리를 하지 않고 직접 시료를 사용하는 경우, 시료 중에 시안화합물이 함유되어 있으면 염산산성으로 하여 끓여 시안화물을 완전히 분해 제거한 다음 시험한다.

7.2 분석방법

7.2.1 전처리한 시료 적당량(구리로서 0.03 mg 이하 함유)을 분별깔때기에 넣어 메타크레졸퍼플에틸알코올용액(0.1 %) 2방울 ~ 3방울을 넣고 사이트르산이암모늄용액 5 mL, 에틸렌다이아민테트라아세트산이소듐용액 1 mL를 넣고 암모니아수(1 + 1)로 옅은 자색을 나타낼 때까지 중화하고 정제수를 넣어 50 mL로 한다.

7.2.2 다이에틸다이티오카르바민산소듐용액(1 %) 2 mL를 넣어 흔들어 섞고 아세트산부틸 10 mL를 정확히 넣어 약 3분간 세게 흔들어 섞고 정치한다.

7.2.3 아세트산부틸층을 분리하여 무수황산소듐 약 1 g이 들어 있는 시험관에 넣고 흔들어 섞은 후 이 용액 일부를 층장 10 mm 흡수셀에 따라 분석용 시료로 한다. 따로 정제수 약 30 mL를 취하여 분별깔때기에 넣고 시료의 시험방법에 따라 바탕 시험액으로 한다.

[주 2] 추출용매는 아세트산부틸 대신 사염화탄소, 클로로폼, 벤젠 등을 사용할 수도 있다. 그러나 시료 중 음이온 계면활성제가 존재하면 구리의 추출이 불완전하다.

[주 3] 무수황산소듐 대신 건조 거름종이를 사용하여 걸러내어도 된다.

7.2.4 바탕시험액을 대조액으로 하여 440 nm에서 시료의 흡광도를 측정한다.

7.3 검정곡선의 작성

7.3.1 구리표준용액(1 mg/L) 0 mL, 2 mL ~ 30 mL를 단계적으로 취하여 7.2 분석방법에 따라 시험한다.

7.3.2 각 표준용액의 농도에 해당하는 흡광도를 측정하고 각각 표준용액 농도와 흡광도 간의 관계식을 작성한다.

[주 4] 비스무트 (Bi)가 구리의 양보다 2배 이상 존재할 경우에는 황색을 나타내어 방해한다. 이때는 시료의 흡광도를 A_1 으로 하고 따로 같은 양의 시료를 취하여 시료의 시험방법 중 암모니아수(1 + 1)를 넣어 중화하기 전에 시안화포타슘용액(5 %) 3 mg을 넣어 구리를 시안착화합물로 만든 다음 중화하여 시험하고 이 액의 흡광도를 A_2 로 한다. 여기에서 구리에 의한 흡광도는 다음 식과 같이 계산할 수 있다.

$$A = A_1 - A_2 \quad (\text{식 1})$$

여기서, A : 구리에 의한 흡광도

A_1 : 시료의 흡광도

A_2 : 중화하기 전에 시안착화합물로 만들어 시험한 용액의 흡광도

8.0 결과보고

검정곡선은 농도에 대한 흡광도 높이로 작성한다. 시료의 농도는 표준용액의 흡광도 높이에 대한 시료의 흡광도 높이를 비교하여 계산한다.

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

여기서, y : 시료의 흡광도

b : 검정곡선의 절편

a : 검정곡선의 기울기

9.0 참고자료

9.1 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23rd ed, Part 3500-Cu B. "Neocuproine Method", APHA, AWWA, WEF, (2017)

9.2 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23rd ed,

Part 3500-Cu C. “Bathocuproine Method”, APHA, AWWA, WEF, (2017)

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.01 mg/L
검정곡선	결정계수 (R^2) $\geq$ 0.98
정밀도	25 % 이내
정확도	75 % ~ 125 %