

납-자외선/가시선 분광법

2024

(Lead-UV/Visible Spectrometry)

2026년 폐지 예정

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 납 이온이 시안화포타슘 공존 하에 알칼리성에서 디티존과 반응하여 생성하는 납 디티존착염을 사염화탄소로 추출하고 과잉의 디티존을 시안화포타슘 용액으로 씻은 다음 납착염의 흡광도를 520 nm에서 측정하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 지표수, 하·폐수 등에 적용할 수 있으며, 정량한계는 0.004 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 디티존 · 사염화탄소용액(0.005 %)

4.1.1.1 디티존 (5-amino-2-benzimidazolethiol, $C_7H_7N_3S$, 분자량 : 165.22) 0.0005 g을 사염화탄소 400 mL에 잘 저어 주면서 녹이고 걸러낸다. 이 용액을 분별깔때기에 옮겨 암모니아(1 + 100) 400 mL를 넣어 흔들어 섞어 디티존을 수층에 옮기고 정치하여 사염화탄소층을 분리한다. 수층에 사염화탄소 50 mL를 넣어 흔들어 씻어 주고 정치한다. 사염화탄소층을 분리하고 사염화탄소층이 옅은 녹색이 될 때까지 수층을 반복하여 씻는다.

4.1.1.2 수층에 사염화탄소 500 mL와 염산(1 + 10) 50 mL를 넣어 흔들어 섞고 디티존을 사염화탄소층에 옮기고 정치하여 사염화탄소층을 분리한다. 수층에는 사염화탄소 50 mL를 넣어 흔들어 섞어 나머지 디티존을 추출하고 정치하여 전체 사염화탄소층을 합하고 사염화탄소층을 넣어 1 L로 하여 착색병에 넣어 아황산수(포화) 100 mL를 넣어 표면을 덮고 10 °C 이하의 냉암소에서 보존한다.

4.1.2 사염화탄소 (carbon tetrachloride, CCl_4 , 분자량 : 153.82, 분광계용)

4.1.3 사이트르산이암모늄용액(납시험용)(10 %)

사이트르산이암모늄 (ammonium citrate dibasic, $C_6H_{14}N_2O_7$, 분자량 : 226.18) 10 g을 정제수에 녹여 100 mL로 하여 디티존 · 사염화탄소용액 (0.005 %) 소량을 넣어 흔들어 섞고 정치하여 사염화탄소층을 분리한다. 이 조작을 사염화탄소층이 변색하지 않을 때까지 반복한다. 다음에 사염화탄소 5 mL ~ 10 mL를 넣고 흔들어 섞어 정치하여 사염화탄소층을 분리한다. 수층을 건조 거름종이로 걸러내고 사염화탄소의 작은 방울을 제거한다.

4.1.4 시안화포타슘용액(5 %)

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

4.1.5 암모니아수(1 + 1)

암모니아수 (ammonium hydroxide, NH_4OH , 분자량 : 35.05, 순도 28 % 이상)와 정제수를 부피비 1 : 1의 비율로 섞는다.

4.1.6 염산(1 + 10)

염산 (hydrochloric acid, HCl , 분자량 : 36.46, 함량 : 36.5 % ~ 38.0 %)과 정제수를 부피비 1 : 10의 비율로 섞는다.

4.1.7 염산하이드록실아민용액(10 %)

염산하이드록실아민 (hydroxylamine hydrochloride, $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$, 분자량 : 69.49) 10 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다. 필요에 따라서 이것을 분별깔때기에 옮기고 소량의 디티존·사염화탄소용액(0.005 %)을 넣어 흔들어 섞고 정치하여 사염화탄소층을 분리한다. 사염화탄소층이 변색하지 않을 때까지 이 조작을 반복하여 수층을 건조한 거름종이로 걸러내어 사염화탄소의 작은 방울을 제거한다.

4.2 표준용액

4.2.1 납 표준원액(100 mg/L)

질산납(II) (lead nitrate, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, 분자량 : 331.21, 함량 : 99.5 % 이상) 0.1598 g을 소량의 질산(1 + 1)에 녹인 후, 다시 질산 10 mL를 가해 1 L 부피플라스크에 넣고 정제수를 표선까지 가한다.

4.2.2 납 표준용액(10 mg/L)

납 표준원액(100 mg/L) 1 mL를 100 mL 부피플라스크에 넣고, 정제수를 표선까지 가한다. 이 용액은 사용시 항상 새로 조제한다.

5.0 시료채취 및 관리

ES 04130.1f 시료의 채취 및 보존 방법에 따른다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

ES 04401.2d 구리-자외선/가시선 분광법에 따른다.

7.0 분석절차

7.1 전처리

ES 04150.1c 시료의 전처리방법에 따른다.

7.2 분석방법

7.2.1 전처리한 시료 적당량(납으로서 0.04 mg이하 함유)을 분별깔때기에 취하고 사이트르산이암모늄용액(10 %) 5 mL 및 염산하이드록실아민용액(10 %) 1 mL를 넣어 흔들어 섞고 잠시 정치하여 암모니아수(1 + 1)을 넣어 알칼리성(pH 약 8.5 ~ 9)으로 한 다음 시안화포타슘용액(5 %) 5 mL를 넣고 정제수를 넣어 약 100 mL로 한다.

7.2.2 디티존·사염화탄소용액(0.005 %) 5 mL를 넣어 1 분간 세게 흔들어 섞고 정치하여 사염화탄소층을 분리하여 눈금실린더에 옮기고 다시 수층에 디티존·사염화탄소용액(0.005 %) 2 mL ~ 3 mL 넣어 흔들어 섞고 정치하여 사염화탄소층을 분리한다.

7.2.3 디티존·사염화탄소층이 변색하지 않을 때까지 추출조작을 반복한다.

7.2.4 전체 사염화탄소층을 합하고 사염화탄소를 넣어 10 mL 또는 20 mL의 일정량으로 한다. 여기에 시안화포타슘용액(5 %) 5 mL를 넣어 1분간 흔들어 섞고 정치하여 분리하고 상부의 수층은 스포이드로 흡인제거한다.

7.2.5 시안화포타슘 용액 층의 색이 무색이 될 때까지 씻는 조작을 반복한다.

[주 1] 시료에 다량의 비스무트 (Bi) 가 공존하면 시안화포타슘용액으로 수 회 씻어

도 무색이 되지 않는다. 이때에는 다음과 같이 납과 비스무트를 분리하여 시험한다. 추출하여 10 mL ~ 20 mL로 한 사염화탄소층에 프탈산수소포타슘 완충용액(pH 3.4) 20 mL씩을 넣어 2 회 역추출하고 전체 수층을 합하여 분별깔때기에 옮긴다. 암모니아수(1 + 1)를 넣어 약알칼리성으로 하고 시안화포타슘용액(5 %) 5 mL 및 정제수를 넣어 약 100 mL로 한 다음 이하 시료의 시험방법에 따라 추출조작부터 다시 시험한다.

7.2.6 정제수 5 mL를 넣어 흔들어 씻은 다음 정치하여 정제수를 완전히 분리하여 버리고 사염화탄소층을 시료용액으로 한다.

7.2.7 따로 정제수 약 50 mL를 취하여 시료의 시험방법에 따라 시험하고 바탕시험 용액으로 한다. 바탕시험용액을 대조액으로 하여 건조거름종이로 거르고 층장 10 mm 흡수셀에 옮겨 520 nm에서 시료의 흡광도를 측정하여 미리 작성한 검정곡선으로부터 납의 양을 구하고 농도(mg/L)를 산출한다.

7.3 검정곡선의 작성

7.3.1 납 표준용액(1 mg/L) 0 mL, 1 mL ~ 40.0 mL를 단계적으로 취하여 부피플라스크에 넣고 정제수를 넣어 50 mL가 되게 희석한다.

7.3.2 단계적으로 제조한 검정곡선용 표준용액을 7.2 분석방법에 따라 시험한다.

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

8.0 결과보고

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

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

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, 3500-Pb B. “Dithizone Method”, APHA, AWWA, WEF, (2017)

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.004 mg/L
검정곡선	결정계수 (R^2) ≥ 0.98
정밀도	25 % 이내
정확도	75 % ~ 125 %