

니켈-자외선/가시선 분광법
(Nickel-UV/Visible Spectrometry)

2024

2026년 폐지 예정

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 니켈이온을 암모니아의 약 알칼리성에서 다이메틸글리옥심과 반응시켜 생성한 니켈착염을 클로로폼으로 추출하고 이것을 묽은 염산으로 역추출 한다. 추출물에 브롬과 암모니아수를 넣어 니켈을 산화시키고 다시 암모니아 알칼리성에서 다이메틸글리옥심과 반응시켜 생성한 적갈색 니켈착염의 흡광도 450 nm에서 측정하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 지표수, 지하수, 하·폐수 등에 적용할 수 있으며, 정량한계는 0.008 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 다이메틸글리옥시메틸알코올용액(1 %)

다이메틸글리옥시 (dimethylglyoxim, $(\text{CH}_3)_2\text{C}_2(\text{NOH})_2$, 분자량 : 126.20) 1 g을 에틸알코올에 녹여 100 mL로 한다. 불용물을 거르고 사용한다.

4.1.2 디티존 · 사염화탄소용액(0.005 %)

4.1.2.1 디티존 (5-amino-2-benzimidazolethiol, $\text{C}_7\text{H}_7\text{N}_3\text{S}$, 분자량 : 165.22) 0.0005 g을 사염화탄소 400 mL에 잘 저어 주면서 녹이고 거른다. 이 용액을 분별깔때기에 옮겨 암모니아(1 + 100) 400 mL를 넣어 흔들어 섞어 디티존을 수층에 옮기고 정치하여 사염화탄소층을 분리한다. 수층에 사염화탄소 50 mL를 넣어 흔들어 씻어주고 정치한다. 사염화탄소층을 분리하고 사염화탄소층이 엷은 녹색이 될 때까지 수층을 반복하여 씻는다.

4.1.2.2 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.

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

4.1.4 사이트르산이암모늄용액(10 %)

사이트르산이암모늄 (ammonium citrate dibasic, $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_7$, 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 건조한 거름종이로 거르고 사염화탄소의 작은 방울을 제거한다.

4.1.5 수산화나트륨용액(0.02 M)

수산화나트륨 (sodium hydroxide, NaOH, 분자량 : 40.00) 8 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.6 암모니아수(1 + 5)

암모니아수 (ammonium hydroxide, NH_4OH , 분자량 : 35.05)를 부피비 1 : 5로 정제수와 희석한다.

4.1.7 암모니아수(1 + 50)

암모니아수를 부피비 1 : 50 으로 정제수와 희석한다.

4.1.8 염산(1 + 20)

염산 (hydrochloric acid, HCl, 분자량 : 36.46, 비중 : 1.84, 함량 : 36.5 % ~ 38 %)을 부피비 1 : 20 으로 정제수와 희석한다.

4.1.9 클로로폼 (chloroform, CHCl_3 , 분자량 : 119.38)

4.1.10 페놀프탈레인 에틸알코올용액(0.5 %)

페놀프탈레인 (phenolphthalein, $\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4$, 분자량 : 318.33) 0.5 g을 에탄올 (ethanol, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, 분자량 : 46.07, 함량 95 %) 90 mL에 녹이고 정제수를 넣어 100 mL로 한다. 이 액에 수산화나트륨용액(0.02 M)을 넣어 액의 색을 홍색으로 한다.

4.2 표준용액

4.2.1 니켈 표준원액(100 mg/L)

금속니켈 (nickel, Ni, 분자량 : 58.69, 순도 99.5 %이상) 0.1 g을 정확히 달아 뜨거운 질산 10 mL에 녹인 후 1 L 부피플라스크에 옮겨 넣고 정제수로 표선까지 채운다.

다.

4.2.2 니켈 표준용액(5 mg/L)

니켈 표준원액(100 mg/L) 5 mL를 정확히 취하여 100 mL 부피플라스크에 넣고 정제수를 표선까지 채운다. 이 용액은 사용 시에 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(니켈로서 0.05 mg 이하 함유)을 250 mL 분별깔때기에 넣고 사이트르산이암모늄용액(10 %) 2 mL를 넣어 흔들어 섞는다.

7.2.2 지시약으로 페놀프탈레인에틸알코올용액(0.5 %) 수 방울을 넣고 암모니아수(1 + 5)를 한 방울씩 떨어뜨려 적색이 될 때까지 중화하고 암모니아수(1 + 5) 2방울 ~ 3방울을 더 넣는다.

7.2.3 다이메틸글리옥심 에틸알코올용액(1 %) 2 mL, 클로로폼 10 mL를 넣고 1 분간 세게 흔들어 섞고 정치하여 클로로폼 등을 분리한 후, 다른 50 mL 분별깔때기

에 옮긴다.

7.2.4 수층에 클로로폼 5 mL씩을 넣어 추출을 2회 반복하고 전체 클로로폼층을 50 mL 분별깔때기에 합한다. 여기에 암모니아수(1 + 50) 10 mL ~ 20 mL를 넣고 30 초간 세게 흔들어 섞고 정치하여 클로로폼층을 50 mL 분별깔때기에 옮긴다.

7.2.5 클로로폼층에 염산(1 + 20) 10 mL를 넣어 1분간 세게 흔들어 섞고 정치하여 클로로폼층을 분리한다. 클로로폼층을 다른 분별깔때기에 옮기고 다시 염산(1 + 20) 5 mL를 넣어 흔들고 섞고 정치하여 클로로폼층을 버린다.

7.2.6 역추출한 전체 염산층을 합하여 25 mL 부피플라스크에 옮긴 다음 브롬수(포화) 2 mL를 넣어 흔들어 섞고 1분간 방치한다.

7.2.7 암모니아수(1 + 5)를 한 방울씩 떨어뜨려 중화하고 암모니아수(1 + 5) 2 mL를 추가하고 다이메틸글리옥시메틸알코올용액(1 %) 2 mL를 넣고 정제수로 표선을 채우고 흔들어 섞은 다음 20분간 방치하여 분석용 시료로 한다.

7.2.8 따로 정제수 50 mL를 취하여 시료의 시험방법에 따라 시험하여 바탕시험액을 대조액으로 하여 층장 10 mm 흡수셀에 옮겨 450 nm에서 시료의 흡광도를 측정한다.

7.3 검정곡선의 작성

7.3.1 니켈 표준용액(5 mg/L) 0 mL, 0.4 mL ~ 10 mL를 25 mL 부피플라스크에 넣고 정제수를 넣어 15 mL가 되게 희석한다.

7.3.2 단계적으로 제조한 검정곡선용 표준용액을 7.2.6 브롬수(포화)로부터 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.

$$\text{농도 (mg/L)} = (y-b)/a$$

(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-Ni, “Nickel”, APHA, AWWA, WEF, (2017)

9.2 EPA Methods 249.1, Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes, “Nickel-Method 249.1”, US EPA, (1979)

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.008 mg/L
검정곡선	결정계수 (R ²) ≥ 0.98
정밀도	25 % 이내
정확도	75 % ~ 125 %