

망간-자외선/가시선 분광법
(Manganese-UV/Visible Spectrometry)

2024

2026년 폐지 예정

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 망간이온을 황산산성에서 과요오드산포타슘으로 산화하여 생성된 과망간산 이온의 흡광도를 525 nm에서 측정하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 지표수, 지하수, 하·폐수 등에 적용할 수 있으며, 정량한계는 0.2 mg/L이다.

2.0 용어정의

“내용 없음”

3.0 분석기기

“내용 없음”

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 과산화수소수용액(30 %)

과산화수소수 (hydrogen peroxide, H_2O_2 , 분자량 : 34.01) 30 mL를 정제수에 희석하여 100 mL로 한다.

4.1.2 과요오드산포타슘 (potassium iodate, KIO_4 , 분자량 : 230.00)**4.1.3 수산화소듐용액(10 %)**

수산화소듐 (sodium hydroxide, NaOH , 분자량 : 40.00) 10 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.4 암모니아수(1 + 1)

암모니아수 (ammonium hydroxide, NH_4OH , 분자량 : 35.05, 함량 28 % 이상) 50 mL를 정제수 50 mL에 희석시킨다.

4.1.5 인산 (phosphoric acid, H_3PO_4 , 분자량 : 98.00)**4.1.6 황산(1 + 1)**

황산 (sulfuric acid, H_2SO_4 , 분자량 : 98.08)을 부피비 1 : 1로 정제수를 이용하여 희석한다.

4.1.7 황산(1 + 9)

황산 (sulfuric acid, H_2SO_4 , 분자량 : 98.08)을 부피비 1 : 9로 정제수를 이용하여 희석한다.

4.1.8 황산제이철용액(Fe^{3+} , 2 000 mg/L)

황산제이철암모늄 · 12수화물 (ferrous ammonium sulfate dodecahydrate, $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot$

12H₂O, 분자량 : 482.19) 1.8 g을 질산(1 + 6) 10 mL와 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.2 표준용액

4.2.1 망간 표준원액(100 mg/L)

금속망간 (manganese, Mn, 분자량 : 54.94, 순도 99.5 %이상) 0.1 g을 정확히 달아 뜨거운 질산 10 mL에 녹인 후 1 L 부피플라스크에 옮겨 넣고 정제수로 표선까지 채운다.

4.2.2 망간 표준용액(10 mg/L)

망간 표준원액(100 mg/L) 10 mL를 정확히 취하여 100 mL 부피플라스크에 넣고 정제수를 표선까지 채운다. 이 용액은 사용시에 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

7.1.1 시료의 전처리 방법 중 질산-황산에 의한 분해에 따른다.

7.1.2 망간 함유량이 미량인 시료

7.1.2.1 시료 적당량을 비커에 넣어 가열하여 온도를 90 °C로 하고 황산제이철 용액 5 mL와 과산화수소용액(30 %) 5 mL ~ 10 mL를 넣는다. 수산화소듐용액(10 %) 또는 암모니아수(1 + 1)를 혼화하면서 넣어 생성된 수산화제이철 침전을 거른다.

7.1.2.2 침전물을 비커에 옮기고 거름종이에 남아있는 침전물을 과산화수소수용액(30 %) 소량을 넣은 황산(1 + 9) 50 mL로 씻어서 녹이고 거름종이를 온수로 씻어 준다. 여액 및 씻은 액을 합하여 부피가 약 40 mL가 될 때까지 가열 농축한다.

7.1.3 용해성 망간

시료채취 즉시 여과하여 여액을 7.1.1 또는 7.1.2에 따라 전처리 한다.

7.2 분석방법

7.2.1 시료 또는 전처리한 시료 적당량(망간으로서 0.5 mg이하)을 취하여 비커에 넣고 황산(1 + 1) 10 mL를 넣어 주고 가열하여 황산의 백연을 발생시킨다.

[주 1] 시료 중 이 시험방법에 영향이 큰 유기물질이나 기타 방해물질이 존재하지 않을 경우에는 7.1.1 ~ 7.1.3의 전처리 과정을 생략할 수도 있다.

[주 2] 시료전처리 방법에 따라 전처리한 시료로서 전처리한 용액 전량을 취하여 시험할 경우에는 황산을 넣지 않는다.

7.2.2 방치하여 냉각한 다음 정제수 약 20 mL와 인산 1 mL를 넣고 가열하여 내용물을 녹인다. 불용물이 있을 경우에는 걸러내어 온수로 씻어주고 여액과 씻은 액을 합하여 정제수를 넣어 약 45 mL로 한다. 여기에 과요오드산포타슘 0.5 g을 넣고 100 °C의 물중탕으로 정확히 30분간 가열하여 발색시킨다.

7.2.3 물중탕으로 냉각한 다음 50 mL 부피플라스크에 옮겨 정제수로 표선을 채운다. 이 용액 일부를 증장 10 mm 흡수 셀에 옮겨 시료 용액으로 하고, 따로 정제수 약 30 mL를 취하여 황산(1 + 1) 10 mL와 인산 1 mL를 넣어준 다음 시료의 시험방법에 따라 시험하여 바탕시험 용액으로 한다. 바탕시험 용액을 대조액으로 하여 525 nm에서 시료 용액의 흡광도를 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 망간의 양을 구하여 농도를 산출한다.

7.3 검정곡선의 작성

7.3.1 망간표준용액 0 mL ~ 30.0 mL를 단계적으로 취하여 부피플라스크에 넣고 정제수를 넣어 100 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-Mn B. “Persulfate Method”, APHA, AWWA, WEF, (2017)

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.2 mg/L
검정곡선	결정계수 (R^2) $\geq$ 0.98
정밀도	25 % 이내
정확도	75 % ~ 125 %