

아연-자외선/가시선 분광법
(Zinc-UV/Visible Spectrometry)

2024

2026년 폐지 예정

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 아연을 측정하기 위하여 아연이온이 pH 약 9에서 진콘(2-카르복시-2'-하이드록시(hydroxy)-5' 술포포마질-벤젠·소듐염)과 반응하여 생성하는 청색 킬레이트 화합물의 흡광도를 620 nm에서 측정하는 방법이다.

1.2 적용범위

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

2.0 용어정의

“내용 없음”

3.0 분석기기 및 기구

“내용 없음”

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 수산화소듐용액(6 M)

수산화소듐 (sodium hydroxide, NaOH, 분자량 : 40.00) 252 g을 정제수 950 mL를 넣어 녹이고 새로 만든 수산화바륨 용액을 침전이 생기지 않을 때까지 한 방울씩 떨어뜨려 잘 섞고 마개를 하여 24시간 방치한 다음 여과하여 사용한다.

4.1.2 수산화바륨용액(포화 수산화바륨 · 8 수화물)

수산화바륨 · 8수화물 (barium hydroxide octahydrate, $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$, 분자량: 316.50) 적당량을 정제수에 넣어 녹일 때 녹지 않는 침전이 생기면 상층액을 여과하여 여과액을 사용한다.

4.1.3 염산용액(6 M)

염산 (hydrochloric acid, HCl, 분자량 : 35.45) 540 mg에 정제수를 넣어 1 000 mL로 한다.

4.1.4 아스코빈산소듐 ($\text{C}_6\text{H}_7\text{O}_6\text{Na}$, ascorbic acid sodium salt 분자량: 198.11)

4.1.4.1 진콘용액

진콘 (zincon, $\text{C}_{20}\text{H}_{15}\text{O}_6\text{N}_4\text{SNa}$, 분자량: 462) 0.130 g을 취하여 메탄올 (methanol, CH_3OH , 분자량: 32.04, 함량 : 95.0 %) 약 50 mL를 넣어 약 50 °C 이하에서 가열하여 녹이고 메틸알코올을 넣어 100 mL로 한다.

4.1.4.2 클로랄하이드레이트용액(10 %)

클로랄하이드레이트 (chloral hydrate, $\text{CCl}_3\text{CHOH}_2\text{O}$, 분자량 : 165.40) 10 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.4.3 과요오드산포타슘 (potassium iodate, KIO_4 , 분자량: 230.00)

4.2 표준용액

4.2.1 아연 표준원액(100 mg/L)

금속아연 (zinc, Zn, 분자량 : 65.38, 순도 99.9 %이상) 0.1 g을 정확히 달아 염산(1 + 1) 20 mL에 녹인 후 1 L 부피플라스크에 넣고 정제수를 표선까지 채운다.

4.2.2 아연 표준용액(2 mg/L)

아연 표준원액 2 mL를 정확히 취하여 100 mL 부피플라스크에 넣고, 정제수를 가하여 표선까지 채운다. 이 용액은 항상 사용 시에 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 04150.1c의 시료의 전처리방법에 의해 전처리를 수행한다.

7.2 분석방법

7.2.1 전처리한 시료 적당량(아연으로서 0.04 mg 이하 함유)을 100 mL의 비커에 취하고 염산(6 M) 또는 수산화소듐용액(6 M)을 한 방울씩 떨어뜨려 pH를 약 7로 중화한다음 50 mL 부피플라스크에 옮기고 정제수를 넣어 30 mL로 한다.

7.2.2 아스코빈산소듐 0.5 g, 시안화포타슘용액(1 %) 1 mL를 넣고 잘 흔들어 섞는다.

[주 1] 2가 망간이 공존하지 않은 경우에는 아스코빈산소듐을 넣지 않는다.

7.2.3 다음에 염화포타슘·수산화소듐완충용액(pH 9.0) 5 mL, 진콘용액 3 mL, 클로랄하이드레이트용액(10 %) 3 mL를 넣어 흔들어 섞고 정제수를 넣어 표선을 채운 다음 30 ℃ 이하에서 2분 ~ 5분간 방치하여 시료 용액으로 한다.

[주 2] 발색의 정도는 15 ℃ ~ 29 ℃, pH는 8.8 ~ 9.2의 범위에서 잘 된다.

7.2.4 시료 용액 중 일부를 10 mm 흡수 셀에 옮겨 620 nm에서 시료 용액의 흡광도를 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로 부터 아연의 양을 구하고 농도(mg/L)를 산출한다. 따로 정제수 30 mL를 취하여 이하 시료의 시험방법에 따라 시험하여 바탕시험액으로 한다.

7.3 검정곡선의 작성

7.3.1 아연표준용액(2 mg/L) 0 mL, 1 mL ~ 20 mL를 단계적으로 취하여 50 mL 부피플라스크에 정제수를 넣어 30 mL로 한다.

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

8.1 검정곡선법

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-Zn B. “Zincon 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) > 0.98
정밀도	25 % 이내
정확도	75 % ~ 125 %