

철-자외선/가시선 분광법
(Iron-UV/Visible Spectrometry)

2024

2026년 폐지 예정

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 철 이온을 수산화제이철로 침전분리하고 염산하이드록실아민으로 제일철로 환원한 다음, o-페난트로린을 넣어 약산성에서 나타나는 등적색 철착염의 흡광도를 510 nm에서 측정하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 지표수, 지하수, 하·폐수 등에 적용할 수 있으며, 정량한계는 0.08 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 아세트산암모늄용액(50 %)

아세트산암모늄 · 3수화물 (ammonium acetate trihydrate, $\text{CH}_3\text{COONH}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, 분자량 : 131.13) 50 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.2 염산하이드록실아민(20 %)

염산하이드록실아민 (hydroxylamine hydrochloric acid, $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$, 분자량: 69.49) 20 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.3 o-페난트로린용액(0.1 %)

o-페난트로린 · 2염산염 (1,10-phenanthroline dihydrogen chloride, $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{HCl}$, 분자량 : 253.13) 0.12 g을 정제수 100 mL에 넣고 80 °C로 가열하여 녹인다.

4.2 표준용액

4.2.1 철 표준원액(100 mg/L)

금속 철 (iron, Fe, 분자량 : 55.85, 순도 99.9 %이상) 0.1 g을 정확히 달아 염산(1 + 1) 10 mL과 질산 3 mL에 녹인다. 다시 질산 5 mL를 가해 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수로 표선까지 채운다.

4.2.2 철 표준용액(10 mg/L)

철 표준원액 10 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 04150.1c 시료의 전처리방법에 따른다.

7.1.1 용해성 철

시료채취 즉시 여과하고 여액을 7.1.1에 따라 전처리 한다.

7.2 분석방법

7.2.1 전처리한 시료 적당량(철로서 0.5 mg 이하 함유)을 비커에 넣고 질산(1 + 1) 2 mL를 넣어 끓여 침전을 생성시킨다.

7.2.2 정제수를 넣어 50 mL ~ 100 mL로 하고 암모니아수(1 + 1)를 넣어 약알칼리성으로 한 다음 수분간 끓인다. 잠시 동안 방치하고 거른 다음 온수로 침전을 씻는다.

7.2.3 침전을 원래 비커에 옮기고 염산(1 + 2) 6 mL를 넣어 가열하여 녹인다. 이 용액을 처음의 거름종이로 걸러내어 거름종이에 붙어 있는 수산화제이철을 녹여내고 온수로 수회 씻어서 여과액과 씻은 액을 100 mL 부피플라스크에 옮긴다. 정제수를 넣어 액량을 약 70 mL로 하고 염산하이드록실아민용액(20 %) 1 mL를 넣어 흔들어서 섞는다.

7.2.4 o-페난트로린용액(0.1 %) 5 mL를 넣어 흔들어서 섞고 아세트산암모늄용액(50 %) 10 mL를 넣어 흔들어서 섞은 다음 실온까지 식힌다. 정제수를 넣어 표선까지 채워 흔들어서 섞은 다음 20분간 방치하여 시료 용액으로 한다.

7.2.5 따로 정제수 50 mL를 취하여 시료의 시험방법에 따라 시험하여 바탕시험액

으로 한다. 바탕시험액을 대조액으로 하여 층장 10 mm 흡수셀에 옮겨 510 nm에서 시료 용액의 흡광도를 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로 부터 철의 양을 구하고 농도(mg/L)를 산출한다.

7.3 검정곡선의 작성

7.3.1 철 표준용액(10 mg/L) 0 mL, 2 mL ~ 50 mL를 단계적으로 취하여 100 mL 부피플라스크에 염산(1 + 2) 6 mL 넣어 제조한다.

7.3.2 단계적으로 제조한 검정곡선용 표준용액을 7.2.3 정제수를 넣어 “70 mL로 하고…”에 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, Part 3500-Fe B. “Phenanthroline Method”, APHA, AWWA, WEF, (2017)

9.2 EPA Methods 315B, Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes
 “Phenanthroline-method 315B” US EPA, (1979)

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.08 mg/L
검정곡선	결정계수 (R^2) ≥ 0.98
정밀도	25 % 이내
정확도	75 % ~ 125 %