

카드뮴-자외선/가시선 분광법

2024

(Cadmium-UV/Visible Spectrometry)

2026년 폐지 예정

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 카드뮴이온을 시안화포타슘이 존재하는 알칼리성에서 디티존과 반응시켜 생성하는 카드뮴착염을 사염화탄소로 추출하고, 추출한 카드뮴 착염을 타타르산용액으로 역추출한 다음 다시 수산화소듐과 시안화포타슘을 넣어 디티존과 반응하여 생성하는 적색의 카드뮴착염을 사염화탄소로 추출하고 그 흡광도를 530 nm에서 측정하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 지표수, 하·폐수 등에 적용할 수 있으며, 정량한계는 0.004 mg/L이다.

1.3 간섭물질

시료 중 다량의 철과 망간을 함유하는 경우 디티존에 의한 카드뮴 추출이 불완전하다. 이 경우에는 중화한 시료 일정량에 염산용액(2 M)을 넣어 산성으로 하여 강염기성 음이온교환수지컬럼(R-C1형, 지름 10 mm, 길이 200 mm)에 3 mL/min의 속도로 유출시켜 카드뮴을 흡착하고 염산(1 + 9)으로 씻어준 다음 새로운 수집기에 질산(1 + 12)을 사용하여 용출되는 카드뮴을 받는다. 이 용출액을 가지고 시험방법에 따라 시험한다. 이때는 시험방법 중 타타르산용액(2 %)으로 역추출하는 조작을 생략해도 된다.

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 거른다. 이 용액을 분별깔때기에 옮겨 암모니아(1 + 100) 400 mL를 넣어 흔들어 섞어 디티존을 수층에 옮기고 정치하여 사염화탄소층을 분리한다. 수층에 사염화탄소 (carbon tetrachloride, CCl_4 , 분자량 : 153.82, 분광계용) 50 mL를 넣어 흔들어 씻어주고 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 사이트르산이암모늄용액(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 (carbon tetra chloride, CCl_4 , 분자량 : 153.82) 5 mL ~ 10 mL를 넣고 흔들어 섞고 정치하여 사염화탄소층을 분리한다. 수층을 건조 거름종이로 거르고 사염화탄소의 작은 방울을 제거한다.

4.1.3 수산화소듐용액(10 %)

수산화소듐 (sodium hydroxide, NaOH , 분자량 : 40.00) 100 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

4.1.4 시안화포타슘용액(1 %)

시안화포타슘 (potassium cyanide, KCN , 분자량 : 65.12) 1 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.5 염산(1 + 10)

염산 (hydrochloric acid, HCl , 분자량 : 36.46, 함량 : 36.5 % ~ 38.0 %)을 정제수와 부피비 1 : 10이 되도록 혼합한다.

4.1.6 염산하이드록실아민용액(10 %)

염산하이드록실아민 (hydroxylamine hydrochloric acid, $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$, 분자량 : 69.49) 10 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.7 타타르산용액(2 %)

타타르산 (tartaric acid, $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$, 분자량 : 150.09) 10 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한 다음 사이트르산이암모늄용액(10 %)과 같은 방법으로 디티존 · 사염화탄소용액 (0.005 % : 디티존 · 사염화탄소용액(0.01 %))을 사염화탄소로 정확히 2 배 희석하여 조제)으로 씻은 다음 사용한다.

4.2 표준용액

4.2.1 카드뮴 표준원액(1 000 mg/L)

금속 카드뮴 (cadmium, Cd, 분자량 : 112.41, 순도 99.999 % 이상) 0.100 g을 정확히 달아 소량의 질산 (1 + 9)에 녹인다. 다시 질산(1 + 1) 5 mL에 녹이고 가열하여 식힌 후, 100 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고 정제수로 표선까지 채운다.

4.2.2 카드뮴 표준용액(10 mg/L)

카드뮴 표준원액(1 000 mg/L)을 10 mL 정확히 분취하여 100 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고 정제수로 표선까지 채운다. 이 용액은 사용 시에 항상 새로 조제한다.

4.2.3 카드뮴 표준용액(1 mg/L)

카드뮴 표준원액(10 mg/L)을 10 mL 정확히 분취하여 100 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고 정제수로 표선까지 채운다. 이 용액은 사용 시에 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(카드뮴으로서 0.03 mg 이하 함유)을 250 mL 분별깔때기에 넣고 수산화소듐용액(10 %)으로 철 등의 수산화물 침전이 생성하기 직전까지 중화한다.

7.2.2 염산하이드록실아민용액(10 %) 1 mL를 넣어 흔들어 섞고 여기에 사이트르산이암모늄용액(10 %) 5 mL, 수산화소듐용액(10 %) 10 mL 및 시안화포타슘 용액(1 %) 1 mL를 넣고 정제수에 넣어 전량을 약 100 mL로 한 다음 잘 흔들어 섞는다.

7.2.3 디티존 · 사염화탄소용액(0.005 %) 5 mL를 넣어 1 분간 세게 흔들어 섞고 정치하여 사염화탄소층을 100 mL 분별깔때기에 옮기고 다시 수층에 디티존 · 사염화탄소용액(0.005 %) 5 mL를 넣어 추출한다.

7.2.4 사염화탄소층이 변색되지 않을 때까지 디티존 · 사염화탄소용액(0.005 %)으로 추출을 반복하고 전체 사염화탄소층을 합한다.

7.2.5 사염화탄소층에 타타르산용액(2 %) 20 mL를 넣어 1 분간 세게 흔들어 섞고 정치하여 사염화탄소층을 분리한다.

7.2.6 사염화탄소층을 다른 분별깔때기에 옮기고 타타르산용액(2 %) 5 mL를 넣어 1분간 세게 흔들어 섞고 정치하여 사염화탄소층을 버린다.

7.2.7 전체 타타르산용액층을 합하고 사염화탄소(분광계용) 2 mL를 세게 흔들어 섞고 정치하여 사염화탄소층을 버린다.

7.2.8 타타르산용액층에 염산하이드록실아민용액(10 %) 0.2 mL, 수산화소듐용액(10 %) 10 mL 및 시안화포타슘용액(1 %) 1 mL를 넣어 흔들어 섞은 후, 디티존 · 사염화탄소용액(0.005 %) 5 mL를 넣어 1 분간 세게 흔들어 섞고 정치한다.

7.2.9 50 mL 분별깔때기에서 사염화탄소층을 옮기고 다시 수층에는 디티존 · 사염화탄소용액(0.005 %) 2 mL를 넣어 1 분간 세게 흔들어 섞고 정치한다.

7.2.10 사염화탄소층이 변색되지 않을 때까지 디티존 · 사염화탄소용액(0.005 %)으

로 추출하여 전체 사염화탄소층을 합하고 수산화소듐용액(1 %) 20 mL를 넣어 1 분간 흔들어서 섞고 정치하여 사염화탄소층을 분리하고 사염화탄소를 넣고 전량을 정확히 10 mL 또는 20 mL로 하여 시료 용액으로 한다.

7.2.11 따로 정제수 약 50 mL로 취하여 시료의 시험방법에 따라 시험하고 바탕시험액으로 한다. 바탕시험액을 대조액으로 하여 건조 거름종이로 거르고 층장 10 mm 흡수 셀에 넣어 520 nm에서 시료 용액의 흡광도를 측정한다.

7.3 검정곡선의 작성

7.3.1 카드뮴 표준용액(1 mg/L) 0 mL, 1 mL ~ 30 mL를 단계적으로 취하여 부피 플라스크에 넣고 정제수를 넣어 100 mL가 되게 희석한다.

7.3.2 단계적으로 제조한 검정곡선용 표준용액을 7.2.8부터 7.2.10까지와 같은 방법으로 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 흡광도로 작성한다. 시료의 농도는 표준용액의 흡광도 높이에 대한 시료의 흡광도를 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-Cd "Cadmium", APHA, AWWA, WEF, (2017)

9.2 EPA Methods 213.1, Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes "Cadmium - Method 213.1", US EPA, (1996)

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 %