

크롬-원자흡수분광광도법
(Chromium-Atomic Absorption Spectrometry)

2024

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 크롬을 측정하는 방법으로, 시료를 산분해하거나 용매추출 하여 시료를 직접 불꽃으로 주입하여 원자흡수분광광도계로 분석하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험기준은 지표수, 하·폐수 등에 적용할 수 있다.

1.2.2 크롬은 공기-아세틸렌 불꽃에 주입하여 분석하며 정량한계는 357.9 nm에서의 산처리법은 0.01 mg/L, 용매추출법은 0.001 mg/L이다.

2.0 용어정의

“내용 없음”

3.0 분석기기 및 기구

ES 04400.1e 금속류-불꽃 원자흡수분광광도법에 따른다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 유기물 및 현탁물질이 많은 시료는 ES 04400.1e 금속류-불꽃 원자흡수분광광도법에 따른다.

4.1.2 과망간산포타슘용액(0.02 M)

과망간산포타슘 (potassium permanganate, KMnO_4 , 분자량 : 158.03) 0.32 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.3 메틸아이소부틸케톤 (methyl isobutyl ketone(MIBK), $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}$, 분자량 : 100.16)

4.1.4 브로모페놀블루용액

브로모페놀블루 (bromophenol blue, $\text{C}_{19}\text{H}_{10}\text{Br}_4\text{O}_5\text{S}$, 분자량 : 669.97) 0.1 g을 50 % 에틸알코올에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.5 수산화소듐용액(1 M)

수산화소듐 (sodium hydroxide, NaOH , 분자량 : 40.00) 40 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

4.1.6 아자이드화소듐용액(0.1 %)

아지이드화소듐 (sodium azide, NaN_3 , 분자량 : 65.01) 0.1 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.7 암모니아수(1 + 4)

암모니아수 (ammonium hydroxide, NH_4OH , 분자량 : 35.05, 함량 28 % 이상) 20 mL를 정제수 80 mL에 희석시킨다.

4.1.8 질산(1 + 2)

질산 (nitric acid, HNO_3 , 분자량 : 63.01, 함량 : 70 %)과 정제수의 부피비가 1 : 2가 되도록 혼합하여 조제한다.

4.1.9 질산암모늄용액(1 %)

질산암모늄 (ammonium nitrate, NH_4NO_3 , 분자량 : 80.04) 10 g을 정제수 1 L에 녹인다.

4.1.10 피로리딘 다이티오 카바민산 암모늄용액(2.0 %)

피로리딘 다이티오 카바민산 암모늄 (1-pyrrolidinecarbodithioicacid, ammonium salt, $\text{C}_5\text{H}_{12}\text{N}_2\text{S}_2$, 분자량 : 164.30, 원자흡수분광용) 2.0 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한 다음 메틸아이소부틸케톤 50 mL씩으로 2 회 씻어준다. 이 용액은 사용직전에 조제한다.

4.1.11 황산

황산 (sulfate acid, H_2SO_4 , 비중: 1.84, 분자량 : 98.08, 함량 : 95 % 이상)을 사용하여 바탕시험결과 금속류가 검출되어서는 안 된다.

4.1.12 황산(0.12 M)

황산 6.5 mL를 천천히 정제수에 녹여 1 L로 한다.

4.1.13 황산제일철암모늄용액

황산제일철암모늄 · 6수화물 (ammonium ferrous sulfate hexahydrate, $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 분자량 : 392.17) 3.5 g을 황산 0.5 mL와 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.2 표준용액

ES 04400.1e 금속류-불꽃 원자흡수분광광도법에 따른다.

5.0 시료채취 및 관리

ES 04130.1f 시료의 채취 및 보존 방법에 따른다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

ES 04400.1e 금속류-불꽃 원자흡수분광광도법에 따른다.

7.0 분석절차

7.1 전처리

7.1.1 산처리법

7.1.1.1 시료 중 유기물 및 현탁물질이 많은 경우에는 ES 04150.1c 시료의 전처리 방법에 따르며, 크롬함유량이 미량으로 유기물 및 현탁물질이 거의 함유하지 않는 시료는 7.1.2 ~ 7.1.3에 따라 시험한다.

7.1.1.2 시료 적당량을 취하여 비커에 넣고 시료 100 mL 당 황산 2 mL를 넣어 가열하여 끓이고 방치하여 냉각한 다음 황산제일철암모늄용액 1 mL 넣어 흔들어 섞고 질산 2 mL를 넣어 끓여서 철을 산화시킨 다음 방치하여 냉각하고 암모니아수 (1 + 4)를 넣어 약알칼리성으로 하여 준다.

7.1.1.3 암모니아 냄새가 없어질 때까지 끓이고 뜨거운 상태로 약 20분간 정치하여 수산화철과 크롬을 공침시키고 침전은 여과한다. 거름종이의 잔류물을 온 질산암모늄용액(1 %)으로 2 회 씻은 다음 여액과 씻은 액을 버리고 침전은 온 질산(1 + 2) 소량을 사용하여 녹이고 거름종이를 온수로 씻는다. 여액 및 씻은 액을 합하여 0.1 N ~ 1 N 산성용액으로 하여 일정량으로 한다.

7.1.2 용매추출법

7.1.2.1 2.5 µg 이하의 크롬을 포함하는 부피(최대 100 mL)의 시료를 200 mL 부피 플라스크에 취하여 약 100 mL로 한다. 이때 pH는 2.0 이하가 되어야 하며, 필요하면 진한질산을 첨가한다.

7.1.2.2 시료에 과망간산포타슘용액(0.02 M)을 한 방울씩 첨가하여 연한 핑크색이 유지되도록 한다.

7.1.2.3 20 분간 수증기 중탕 (steam bath)에서 가열한다. 만일 핑크색이 없어지면 과망간산포타슘용액을 한 방울씩 첨가하여 핑크색이 유지되도록 한다.

7.1.2.4 수증기 중탕을 하는 동안, 아자이드소듐 용액을 한 방울씩 첨가하여 과망간산포타슘 색이 없어지도록 한다. 아자이드소듐 용액은 2 분 간격으로 첨가하여 과량을 첨가하지 않도록 하며, 마지막 한 방울을 가한 후에는 5 분을 더 가열한 다음 플라스크를 물중탕으로 옮겨 실온으로 냉각한다.

7.1.2.5 실온으로 냉각된 시료 용액에서 갈색 침전물을 없애기 위해 여과지 (Whatman No. 40)를 사용하여 거른다.

7.1.2.6 2.0 mL의 수산화소듐용액과 2 방울의 브로모페놀블루용액을 첨가한다. 시료와 표준용액의 색이 노란색이면 파란색으로 변할 때까지 수산화소듐용액(1 M)을 한 방울씩 가한다.

7.1.2.7 시료가 파란색이 없어질 때까지 황산용액(0.12 M)을 한 방울씩 가한다. 그리고 2.0 mL의 황산용액(0.12 M) 부가적으로 가한다. 이때의 pH는 2.4가 된다

7.1.2.8 5.0 mL의 피로리딘다이티오카바민산암모늄용액(2 %)을 첨가하여 잘 혼합한다. 이때의 pH는 약 2.8이 된다.

7.1.2.9 10.0 mL의 메틸아이소부틸케톤용액을 첨가하여 약 3 분 동안 충분히 흔들어 혼합한다.

7.1.2.10 수용액 층과 메틸아이소부틸케톤 층이 잘 분리가 될 때까지 기다린다. 물을 첨가하여 메틸아이소부틸케톤 층을 플라스크의 위로 유도할 수도 있다.

7.1.2.11 메틸아이소부틸케톤 층을 분석시료로 하여 시료의 흡광도를 측정한다.

7.2 분석방법

ES 04400.1e 금속류-불꽃 원자흡수분광광도법에 따른다.

7.3 검정곡선의 작성

7.3.1 산처리법

ES 04400.1e 금속류-불꽃 원자흡수분광광도법에 따른다.

7.3.2 용매추출법

7.3.2.1 크롬표준용액(0.5 mg Cr/L) 0 mL ~ 5 mL를 단계적으로 200 mL 부피플라스크 취하여 100 mL로 한다. 단, 표준용액은 바탕용액을 제외하고 3 개 이상 제조해야하며 필요에 따라 사용하는 표준용액의 양을 달리 할 수 있다.

7.3.2.2 이하 7.1 전처리와 같은 방법으로 시험하여 표준용액의 농도와 흡광도에 대한 검정곡선을 작성한다.

8.0 결과보고

ES 04400.1e 금속류-불꽃 원자흡수분광광도법에 따른다.

9.0 참고자료

9.1 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23rd ed, Part 3500-Cr, “Chromium”, APHA, AWWA, WEF, (2017)

9.2 EPA Methods 200.0, Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes, “Atomic Absorption Method” US EPA, (1979)

9.3 EPA Methods 218.1, Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes, “Chromium-Method” US EPA, (1996)

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.01 mg/L (산처리법), 0.001 mg/L (용매추출법)
검정곡선	결정계수 (R^2) ≥ 0.98
검정곡선검증	측정값의 $\pm 15\%$ 이내
정밀도	25 % 이내
정확도	75 % ~ 125 %