

크롬-자외선/가시선 분광법
(Chromium-UV/Visible Spectrometry)

2024

2026년 폐지 예정

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 크롬을 자외선/가시선 분광법으로 측정하는 것으로, 3가 크롬은 과망간산포타슘을 첨가하여 크롬으로 산화시킨 후, 산성 용액에서 다이페닐 카바자이드와 반응하여 생성하는 적자색 착화합물의 흡광도를 540 nm에서 측정한다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 지표수, 하·폐수 등에 적용할 수 있으며, 정량한계는 0.04 mg/L이다.

1.3 간섭물질

몰리브덴 (Mo), 수은 (Hg), 바나듐 (V), 철 (Fe), 구리 (Cu) 이온이 과량 함유되어 있을 경우, 방해 영향이 나타날 수 있다.

2.0 용어정의

“내용 없음”

3.0 분석기기 및 기구

“내용 없음”

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 과망간산포타슘용액(4 %)

과망간산포타슘 (potassium permanganate, KMnO_4 , 분자량 : 158.03) 4 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.2 다이페닐카바자이드용액

다이페닐카바자이드 (1,5-diphenylcarbazide, $\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}$, 분자량 : 242.28) 0.250 g을 50 mL의 아세톤에 녹인다. 이 용액은 갈색병에 보관하여야 하며, 색이 변하면 새로 제조하여야 한다.

4.1.3 메틸오렌지 지시약(0.1 %)

메틸오렌지 (methyl orange, $\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_3\text{NaO}_3\text{S}$, 분자량 : 327.34) 0.1 g을 따뜻한 정제수 100 mL에 녹인다.

4.1.4 아자이드화소듐용액

아자이드화소듐 (sodium azide, NaN_3 , 분자량 : 65.01) 0.5 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.5 암모니아수 (ammonium hydroxide, NH_4OH , 분자량 : 35.05, 함량 28 % 이상)

4.1.6 인산 (phosphoric acid, H_3PO_4 , 분자량 : 98.00)

4.1.7 쿠페론용액

쿠페론 (cupferron, $\text{C}_6\text{H}_9\text{N}_3\text{O}_2$, 분자량 : 155.16) 5 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.8 클로로폼 (chloroform, CHCl_3 , 분자량 : 119.38)

4.1.9 황산(1 + 1)

정제수 10 mL에 황산 (sulfuric acid, H_2SO_4 , 분자량 : 98.08) 10 mL를 교반하면서 천천히 넣어 식힌다.

4.1.10 황산(1 + 9)

정제수 90 mL에 황산 10 mL를 교반하면서 천천히 넣어 식힌다.

4.2 표준용액

4.2.1 크롬표준원액(500 mg/L)

다이크롬산포타슘 (potassium dichromate, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, 분자량 : 294.18) (표준시약) 0.1414 g을 정제수에 녹여 정확히 100 mL로 한다.

4.2.2 크롬표준용액(5.0 mg/L)

크롬표준원액(500 mg/L) 1.00 mL를 100 mL 부피플라스크에 취한 후 정제수로 표선까지 정확히 맞춘다.

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 전처리방법 중 질산-황산에 의한 분해 방법에 따라 전처리한다. 다만, 황산의 백연이 발생하기 시작할 때 가열을 하면 무수황산크롬의 불용성 침전이 생성되므로 필요 이상의 가열은 피한다.

7.2 분석방법

7.2.1 시료에 타 금속 (Mo, V, Fe, Cu)의 방해 물질이 의심되면 7.2.2의 과정부터 분석을 수행하며, 시료에 방해 물질이 없으면, 7.2.10의 과정부터 분석을 수행한다.

7.2.2 전처리한 시료 적당(크롬으로 100 µg을 초과하지 않아야 함)을 피펫으로 정확히 취해 125 mL 분별깔때기에 넣는다.

7.2.3 정제수를 넣어 총 부피를 약 40 mL로 하고, 얼음물 (ice bath)에서 냉각한다.

7.2.4 5 mL의 쿠페론 용액을 첨가하여, 잘 흔든 다음 얼음물에 약 1 분간 방치한다.

7.2.5 약 15 mL의 클로로폼을 분별깔때기에 넣어 잘 흔들어 섞고, 수용액 층과 클로로폼층이 분리되도록 한다. 방해물질이 추출된 클로로폼층은 버린다.

7.2.6 수용액 층을 삼각플라스크에 옮긴다. 분별깔때기의 내벽을 약간의 정제수로 씻어 그 물을 같은 삼각플라스크에 더한다.

7.2.7 약 5 분간 삼각플라스크를 끓여 클로로폼을 증발시키고 실온으로 식힌 다음 5 mL 질산과 3 mL 황산을 첨가하여, 삼산화황 (SO₃) 기체가 발생하는 시점까지 가열한다.

7.2.8 삼각플라스크가 약간 식은 후, 조심스럽게 5 mL 질산을 가하여 다시 증기가 발생할 때까지 가열하여 완전한 유기물질의 분해를 유도한다.

7.2.9 삼각플라스크를 실온으로 냉각한 다음, 약간의 정제수로 플라스크의 내벽을 씻

고 다시 삼산화황 (SO_3) 기체가 발생할 때까지 가열하여 질산을 제거한 다음 실온으로 냉각하고 25 mL의 정제수를 가한다.

7.2.10 전처리한 시료 또는 방해물질 제거과정을 거친 시료 적당량 (크롬으로 100 μg 을 초과하지 않아야 함)을 피펫으로 정확히 취해 125 mL 분별깔때기에 넣는다.

7.2.11 메틸오렌지 지시약 3 방울 ~ 4 방울을 첨가한 다음, 시료의 색이 노란색을 나타낼 때까지 암모니아수 가한다.

7.2.12 황산(1 + 1)을 한 방울씩 가하여 산성이 되도록 하며, 산성이 된 시료에 1 mL의 황산(1 + 1)을 부가적으로 가한다.

7.2.13 시료의 총 부피를 약 40 mL가 되도록 정제수를 가한 후, 끓임쪽을 가하고 끓인다.

7.2.14 한 방울씩 단계적으로 과망간산포타슘용액(4 %)을 가하여 진한 붉은 색이 나타나도록 한다. 붉은색이 나타나면, 부가적으로 2 방울의 과망간산포타슘용액(4 %)을 가한다음 2 분간 끓인다.

7.2.15 1 mL의 아자이드화소듐 용액을 가하고 계속 가열한다.

7.2.16 약 30 초를 가열해서 붉은 색이 없어지지 않으면, 1 mL의 아자이드화소듐을 부가적으로 가한다.

7.2.17 붉은 색이 완전히 없어진 후 1 분간 더 끓이고 실온으로 냉각한 다음 0.25 mL의 인산을 첨가한다.

7.2.18 위에서 처리한 분석시료를 100 mL 부피플라스크에 넣고, 정제수로 약 90 mL 까지 채운 다음, 황산(1 + 9) 3 mL 첨가하여 혼합한다.

7.2.19 다이페닐카바자이드용액 2 mL와 정제수로 100 mL 표선까지 채운 후 흔들어 섞고 약 5 분간 방치하여 발색시킨다.

7.2.20 이 용액의 일부를 1 cm 흡수 셀에 옮겨 540 nm의 파장에서 흡광도를 측정한다.

7.3 검정곡선의 작성

7.3.1 크롬 표준용액(5 mg/L) 0 mL, 1 mL ~ 25 mL를 단계적으로 취한다.

7.3.2 7.2 분석방법에 따라 시험하여 크롬의 농도와 흡광도의 관계선을 작성한다.

7.3.3 검정곡선은 새로운 분석 때마다 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-Cr, "Chromium", APHA, AWWA, WEF, (2017)

9.2 EPA Methods 218.1, Methods for Chemical Analysis of Water and Waste "Chromium-Method 218.1" US EPA, (1979)

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.04 mg/L
검정곡선	결정계수 (R^2) $\geq$ 0.98
정밀도	25 % 이내
정확도	75 % ~ 125 %