

6가 크롬-원자흡수분광광도법

2024

(Hexavalent Chromium-Atomic Absorption Spectrophotometry)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 6가 크롬을 원자흡수분광광도법으로 정량하는 방법이다. 6가 크롬을 피로리딘 디티오카르바민산 착물로 만들어 메틸아이소부틸케톤으로 추출한 다음 원자흡수분광광도계로 흡광도를 측정하여 6가 크롬의 농도를 구하는 것이 목적이다. 최종 분석시료는 불꽃에 분무하여 원자화되는 크롬 원소가 그 원자증기층을 투과하는 빛을 흡수하는 흡수 정도를 시료에 포함된 크롬의 농도로 환산한다.

1.2 적용범위

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

1.3 간섭물질

폐수에 반응성이 큰 다른 금속 이온이 존재할 경우 방해 영향이 크므로, 이 경우는 황산소듐 1 %를 첨가하여 측정한다. 일반적으로 표층수에 존재하는 원소의 방해 영향은 무시할 수 있다.

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 과망간산포타슘용액(0.02 M)

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

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

4.1.3 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 % 에틸알코올 (ethanol, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, 분자량 : 46.07, 함량 95 %)에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.4 수산화소듐용액(1 M)

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

4.1.5 아자이드소듐용액(0.1 %)

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

4.1.6 피로리딘 다이티오카바민산암모늄용액

피로리딘 다이티오카바민산암모늄 (1-pyrrolidinecarbodithioicacid, ammonium salt, $C_5H_{12}N_2S_2$, 분자량 : 164.30, 원자흡수분광용) 1.0 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.
이 용액은 사용직전에 조제한다.

4.1.7 황산용액(0.12 M)

황산 (sulfuric acid, H_2SO_4 , 분자량 : 98.08) 6.5 mL를 천천히 정제수에 녹여 1 L로 한다.

4.2 표준용액

4.2.1 크롬표준원액(1 000 mg/L)

다이크롬산포타슘 (potassium dichromate, $Cr_2K_2O_7$, 분자량 : 294.18) 0.283 g을 100 mL 부피플라스크에 넣고 약간의 정제수를 넣은 다음 진한질산 1 mL를 가해 완전히 녹여준 후 정제수로 표선까지 맞추어 제조하여 사용한다.

4.2.2 6가 크롬 표준원액(100 mg/L)

다이크롬산포타슘 표준원액(1 000 mg/L) 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 취한 후 정제수로 표선까지 정확히 맞춘다.

4.2.3 6가 크롬 표준용액(10 mg/L)

다이크롬산포타슘 표준용액(100 mg/L) 10 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 04400.1e 금속류-불꽃 원자흡수분광광도법에 따른다.

7.0 분석절차

7.1 전처리

시료 중 유기물 및 현탁물질이 많을 경우는 시료의 전처리 방법(일반 시험방법, 시료의 전처리 방법)에 따라 시험한다. 다만 시료는 0.1 N ~ 1 N 질산 또는 염산산성용액으로 한다.

7.2 분석방법

7.2.1 2.5 µg 이하의 크롬을 포함하는 부피(최대 100 mL)의 시료를 200 mL 부피플라스크에 취하여 약 100 mL로 한다.

7.2.2 일련의 6가 크롬 표준용액을 200 mL 부피플라스크에 각각 취한 후 정제수를 넣어 약 100 mL로 제조한다.

7.2.3 2.0 mL의 수산화소듐용액과 2방울의 브로모페놀블루용액을 첨가한다. 시료와 표준용액의 색이 노란색이면 파란색으로 변할 때까지 수산화소듐용액(1 M)을 한 방울씩 가한다.

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

7.2.5 5.0 mL의 피로리딘 다이티오카바민산암모늄 용액을 첨가하여 잘 혼합한다. 이때의 pH는 약 2.8이 된다.

7.2.6 10.0 mL의 메틸아이소부티케톤용액을 첨가하여 약 3분 동안 충분히 흔들어

혼합한다.

7.2.7 수용액 층과 메틸아이소부티케톤 층이 잘 분리가 될 때까지 기다린다. 정제수를 첨가하여 메틸아이소부티케톤층을 플라스크의 위로 유도할 수도 있다.

7.2.8 메틸아이소부티케톤층을 분석시료로 하여 원자흡수분광도계에 흡인하여 표준용액과 시료의 흡광도를 측정한다.

7.3 검정곡선의 작성

7.3.1 6가 크롬표준용액(10 mg/L) 0 mL, 2 mL ~ 50 mL를 100 mL 부피플라스크에 단계적으로 넣고 정제수를 넣어 100 mL로 한다.

7.3.2 시료의 시험방법에 따라 시험하여 6가 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 B, “Colorimetric Method”, APHA, AWWA, WEF, (2017)

9.2 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
검정곡선	결정계수 (R^2) ≥ 0.99
검정곡선검증	측정값의 $\pm 15\%$ 이내
정밀도	25 % 이내
정확도	75 % ~ 125 %