

6가 크롬-자외선/가시선 분광법
(Hexavalent Chromium-UV/Visible Spectrometry)

2024

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 6가 크롬을 자외선/가시선 분광법으로 측정하는 것으로, 산성 용액에서 다이페닐카바자이드와 반응하여 생성하는 적자색 착화합물의 흡광도를 540 nm에서 측정한다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 지표수, 지하수, 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 다이페닐카바자이드용액

다이페닐카바자이드 (1,5-diphenylcarbazide, $C_{13}H_{14}N_4O$, 분자량 : 242.28) 0.250 g을 50 mL의 아세톤에 녹인다. 이 용액은 갈색병에 보관하여야 하며, 색이 변하면 새로 제조하여야 한다.

4.1.2 황산(1 + 9)

정제수 90 mL에 황산 (sulfuric acid, H_2SO_4 , 분자량 : 98.08) 10 mL를 교반하면서 천천히 넣어 식힌다.

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(2 mg/L)

다이크롬산포타슘 표준용액(100 mg/L) 2 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

시료 채취 즉시 0.45 μm 막거름(멤브레인 필터)을 사용하여 거른 후, 24시간 이내에 분석한다.

7.2 분석방법

7.2.1 100 mL 부피플라스크에 걸러낸 시료 적당량(6가 크롬으로 0.05 mg 이하를 함유)을 취하고 정제수로 약 90 mL까지 채운 다음, 황산(1 + 9) 3 mL 첨가하여 혼합한다.

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

7.2.3 이 용액의 일부를 1 cm 흡수셀에 옮겨 540 nm의 파장에서 흡광도를 측정한다.

7.2.4 바탕시험액을 대조액으로 하여 540 nm에서 시료용액의 흡광도를 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 6가 크롬의 농도(mg/L)를 산출한다.

7.2.5 따로 100 mL 비커에 앞에서 분취한 시료와 동량을 취하여 황산(1+9) 3 mL

를 넣고, 에틸알코올(95 %) 소량을 넣어 끓여서 6가 크롬을 3가 크롬으로 환원시킨다. 액온을 15℃로 냉각하여 100 mL 용량플라스크에 옮기고 다이페닐카바자이드용액(%) 2 mL를 넣고 물을 넣어 표선까지 채워 잘 흔들어 섞고 5 분간 방치한 다음 바탕시험액으로 한다.

7.3 검정곡선의 작성

7.3.1 6가 크롬 표준용액(2.0 mg/L) 2 mL ~ 20 mL를 100 mL 부피플라스크에 단계적으로 넣는다.

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 218.4, Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes, “Chromium Hexavalent-Method 218.4” US EPA, (1996)

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

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