

퇴적물 화학적산소요구량-망간법
(Chemical Oxidation demand-permanganate)

2025

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 퇴적물 측정량의 화학적산소요구량을 측정하기 위한 방법으로, 시료에 0.1 N 과망간산포타슘 일정과량을 넣고 알칼리성으로 하여 60분간 수욕상에서 가열한다. 식힌 후 정제수를 가해 500 mL로 맞춘 후 여과하고 여과용액에 아이오딘화포타슘 및 황산을 넣어 남아있는 과망간산포타슘에 의하여 유리된 아이오딘의 양을 0.1 N 싸이오황산소듐용액으로 적정한다.

1.2 적용범위

1.2.1 하천 및 호소의 퇴적물 시료채취 시 적용한다.

1.3 간섭물질

1.3.1 퇴적물 내 모래 함량에 따라 시료 적정 값의 편차가 증가하는 경향이 있다.

2.0 용어정의

“내용 없음”

3.0 분석기기 및 기구

3.1 분석용 저울

0.001 g까지 무게를 측정할 수 있는 전자저울을 사용한다.

3.2 수욕조 (water bath)

3.3 눈금실린더

눈금이 표시된 100 mL 용량을 사용한다.

3.4 뷰렛

20 mL 용량을 사용한다.

3.5 부피플라스크

500 mL 용량의 유리재질을 사용한다.

3.6 삼각플라스크 또는 둥근바닥플라스크

250 mL 용량의 유리재질을 사용한다.

3.7 깔때기

유리 재질을 사용한다.

3.8 유리섬유여과지

GF/C 여과지를 사용한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 과망간산포타슘용액(0.1 N)

과망간산포타슘 (potassium permanganate, KMnO_4 , 분자량 : 158.03) 3.2 g을 1 100 mL의 정제수에 녹여 1 시간 ~ 2 시간 조용히 끓인 다음 하루 동안 어두운 곳에 방치하고 유리여과장치에 여과하여 깨끗한 갈색 병에 넣어 암소에 보관한다. 사용 전에 표정한다.

[주 1] 여과지는 직경 110 mm, GF/C 또는 이와 동등 이상의 규격으로서 분석에 방해되는 성분을 포함하지 않는 여과지를 사용한다.

4.1.1 표정

150 °C ~ 200 °C에서 1 시간 건조하여 데시케이터에서 식힌 옥살산 소듐 (sodium oxalate, $\text{C}_2\text{Na}_2\text{O}_4$, 분자량 : 134.00) 약 0.3 g을 정밀히 달아 500 mL 삼각플라스크에 넣는다. 이후 정제수 200 mL를 넣어 녹인 다음 황산(1 + 1) 10 mL를 넣고 가열판 상에서 60 °C ~ 80 °C로 액체의 온도를 유지하면서, 0.1 N 과망간산포타슘용액으로 적정한다. 처음 약 40 mL는 신속하게 넣어 반응시키고 다음에는 서서히 적정하여 과망간산포타슘의 옅은 홍색이 약 30 초간 지속되면 종말점으로 한다. 따로 정제수 200 mL를 취하여 같은 방법으로 시험하고 보정한다.

[주 2] 과망간산포타슘용액(0.1 N) 1 mL = 6.700 mg $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

4.2 수산화소듐용액(10 %)

수산화소듐 (sodium hydroxide, NaOH , 분자량 : 40.0) 10 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.3 녹말용액(1 %)

가용성 녹말 1 g을 정제수 10 mL에 넣어 혼화한다. 이 용액을 뜨거운 정제수 100 mL 중에 넣고 1분간 끓인 뒤 냉각한다. 이후 용액을 정지, 상층액을 사용한다. 사용하는 날 조제한다.

4.4 아이오딘화포타슘용액(10 %)

아이오딘화포타슘 (potassium iodide, KI, 분자량 : 166.00) 10 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다. 갈색병에 넣어 암소에 보관한다. 용액의 색깔이 나타나면 폐기하고 다시 만든다.

4.5 싸이오황산소듐용액(0.1 N)

싸이오황산소듐 · 5수화물 (sodium thiosulfate pentahydrate, $\text{Na}_2\text{O}_3\text{S}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, 분자량 : 248.21) 26 g 및 탄산 소듐 무수물 (sodium carbonate anhydrous, Na_2CO_3 , 분자량 : 105.99) 0.2 g을 새로 끓여 식힌 정제수 1 000 mL에 넣어 녹이고 아이소아밀알코올 (isoamyl alcohol, $\text{C}_5\text{H}_{11}\text{OH}$, 분자량 : 88.15) 약 10 mL를 넣고 2일간 방치한 후 표정한다.

4.5.1 표정

아이오딘산포타슘(표준시약) (potassium iodate, KIO_3 , 분자량 : 214.01)을 120 °C ~ 140 °C에서 약 2시간 건조한 다음 테시케이터(실리카젤)에서 식혀 약 100 mg을 요오드병에 정밀히 달아 정제수 25 mL를 넣어 녹이고 아이오딘화포타슘 2 g 및 염산용액(10 %) 10 mL를 넣어 마개를 닫고 암소에 약 10분간 방치한 다음 정제수 100 mL를 넣어 유리된 아이오딘을 조제된 싸이오황산소듐용액으로 적정하여 농도계수 (N)를 계산한다. 다만, 적정의 종말점은 액의 종말점 부근에서 옅은 황색으로 되었을 때 녹말용액 3 mL를 넣어 생긴 청색이 탈색될 때로 한다. 같은 방법으로 바탕시험을 하여 보정한다.

[주 3] 싸이오황산소듐용액(0.1 N) 1 mL = 3.5667 mg KIO_3 . 오랫동안 보관된 것은 표정하여 보정한다.

4.6 아자이드화소듐용액(4 %)

아자이드화소듐 (sodium azide, NaN_3 , 분자량 : 65.01) 4 g을 정제수에 녹여서 100 mL로 한다.

4.7 황산용액(30 (v/v) %)

정제수 약 50 mL가 든 100 mL 비커에 깨끗한 유리막대를 넣고 진한 황산 30 mL를 막대를 따라 조심스럽게 붓는다. 혼합한 후 실온으로 식혀 100 mL로 한다.

5.0 시료채취 및 준비

5.1 시료채취

ES 04160.1 퇴적물 채취 및 분석용 시료조제에 따른다.

5.2 준비

냉장 또는 냉동된 시료를 실온으로 하여 철저히 혼합한다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

“내용 없음”

7.0 분석절차

7.1 분석방법

7.1.1 적당량의 시료를 취하여 0.01 g 단위까지 정확히 측정하여 250 mL 삼각플라스크 또는 둥근바닥플라스크에 넣는다.

[주 4] 시료의 양에 따라 분석 값이 크게 변동하므로, 바탕시험에서 적정되는 부피의 30 % ~ 80 % 정도가 시료의 적정에 소요되도록 하여야 한다. 이를 위해 예비 실험을 통해 시료의 양을 단계적으로 조절하며 시료 적정량을 미리 가늠하여야 한다. 이 시료에 대한 함수율 또한 측정해야 한다.

[주 5] 플라스크의 용량, 형상에 따라 측정치가 변화하므로 주의한다.

7.1.2 시료가 담긴 플라스크에 0.1 N 과망간산포타슘용액 100 mL, 10 % 수산화소듐 용액 5 mL를 넣은 후 잘 흔들어 준다.

7.1.3 시료와 시약이 담긴 플라스크를 수욕조에 넣고 끓는 중에서 60 분간 가열한

다. 이 때 수욕조의 수면이 시료의 수면보다 높아야 한다.

7.1.4 중탕이 끝나면 플라스크를 꺼내 실온으로 식힌 후 10 % 아이오딘화포타슘용액 10 mL 및 4 % 아자이드화소듐용액 한, 두 방울을 첨가한다.

7.1.5 플라스크 안의 내용물을 500 mL 부피플라스크에 옮기고 정제수로 플라스크를 씻어 합친 후 표선까지 채워 넣는다.

7.1.6 부피플라스크를 잘 흔들어 준 후 건조여과지를 이용하여 여과한다.

[주 6] 여과는 직경 110 mm, GF/C의 유리섬유지 또는 이와 동등 이상의 규격으로써 분석에 방해되는 성분을 포함하지 않는 여과지를 사용한다.

7.1.7 여과된 용액에서 100 mL를 취하여 250 mL 삼각플라스크에 넣고 30 % 황산 용액 2 mL를 가하여 잘 흔들어 준다.

7.1.8 이 용액을 0.1 N 싸이오황산소듐용액으로 적정한다. 지시약은 1 % 녹말용액을 사용한다.

7.1.9 바탕시험은 시료 없이 7.1.2 ~ 7.1.8 과정을 한다.

8.0 결과보고

8.1 계산

$$COD_{Mn} (\%) = 0.8 \times (A - B) \times f \times \frac{500}{100} \times \frac{1000}{M} \div \left(1 - \frac{W}{100}\right) \div 10\,000 \quad (\text{식 1})$$

여기서, A : 바탕시험의 적정에 소요된 0.1 N 싸이오황산소듐용액 (mL)

B : 시료의 적정에 소요된 0.1 N 싸이오황산소듐용액 (mL)

f : 0.1 N 싸이오황산소듐용액의 역가

M : 시료 무게 (g)

W : 시료의 함수율 (%)

0.800 : 0.1 N 싸이오황산소듐용액 1 mL의 산소상당량 (mg/mL)

8.2 결과 보고

소수점 이하 둘째 자리까지 보고한다.

9.0 참고자료

9.1 하천·호소퇴적물 모니터링시범사업(III), 국립환경과학원, 2010

9.2 해양환경공정시험기준, 국립수산물과학원, (2023)

9.3 물환경종합평가방법 개발 조사연구(III) - 퇴적물조사 및 평가체계 연구, 제3절 퇴적물공정시험법(안), 국립환경과학원, 2006

9.4 環境廳水質保全局水質管理課編 改訂版 低質調査方法とその解説, 環境測定分析協會發行. 丸善. 東京. 日本, 1988

10.0 부록

“내용 없음”