

퇴적물 총인
(Total phosphorus)

2025

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 퇴적물 측정망의 총인을 측정하기 위한 방법으로, 퇴적물을 450 °C에서 3시간 강열하여 인을 산화시킨 후, 3.5 N 염산 용액을 넣어 16시간동안 추출한다. 추출액을 여과하고 pH를 조절한 다음, 헵타몰리브덴산암모늄사수화물과 반응하여 생성된 몰리브덴산인암모늄을 아스코르빈산으로 환원하여 생성된 몰리브덴산의 흡광도를 880 nm에서 측정하여 총인의 양을 정량한다.

1.2 적용범위

1.2.1 하천 및 호소의 퇴적물 시료채취 시 적용한다.

1.2.2 이 방법의 정량한계는 40 mg/kg이다.

1.3 간섭물질

1.3.1 인산이온 측정용 시료에 5가 비소가 0.1 mg/L 이상일 경우 인산이온과 마찬가지로 발색을 일으킨다. 황산수소소듐 (sodium bisulfate, NaHSO_4 , 분자량 : 120.06)을 사용하여 5가 비소를 3가 비소로 환원시켜 제거할 수 있다.

1.3.2 인산이온 측정용 시료에 3가 철이 30 mg/L 이상일 경우 몰리브덴청의 발색 정도를 약화시켜 인산염 이온 측정치가 낮아질 수 있다. 아스코르빈산용액의 첨가량을 증가시켜 간섭을 제어할 수 있다.

2.0 용어 정의

“내용 없음”

3.0 분석기기 및 기구

3.1 교반기, 진탕기

150 rpm 이상의 회전이 가능한 교반기 또는 진탕기를 사용한다.

3.2 회화로

450 °C 이상의 가열에 견딜 수 있는 내구력이 있는 회화로를 사용한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 염산용액(3.5 N)

정제수 500 mL에 진한 염산 (hydrochloric acid, HCl, 분자량 : 36.46) 287 mL를 천천히 가한다. 잘 섞고 식힌 후 정제수를 가해 1 000 mL로 만든다.

4.2 수산화소듐용액(6 N)

100 mL 부피플라스크에 수산화소듐 (sodium hydroxide, NaOH, 분자량 : 39.997 1) 24 g을 취하여 넣는다. 정제수를 넣어 녹인 후 표선까지 채운다.

4.3 완충용액(TRIS-Base)(1 M)

100 mL 부피플라스크에 TRIS-Base ($\text{NH}_2\text{C}(\text{CH}_2\text{OH})_3$, 분자량 : 121.14) 12.11 g을 취하여 넣어 녹인 후 표선까지 채운다.

4.4 헵타몰리브덴산암모늄사수화물-아스코르빈산 혼합액

4.4.1 황산(5 N)

정제수 400 mL가 든 삼각플라스크의 내벽을 따라 진한 황산 (sulfuric acid, H_2SO_4 , 분자량 : 98.079) 70 mL를 천천히 붓는다. 잘 섞은 후 식히고 정제수를 가해 500 mL로 만든다.

4.4.2 헵타몰리브덴산암모늄사수화물용액

정제수 400 mL에 헵타몰리브덴산암모늄사수화물 (ammonium molybdate, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, 분자량 : 1235.86) 20 g을 녹이고 500 mL로 만든다.

4.4.3 아스코르빈산용액(0.1 M)

정제수 80 mL에 L-아스코르빈산 (ascorbic acid, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$, 분자량 : 176.12) 1.75 g을 녹이고 100 mL로 만든 후 냉동보관한다.

4.4.4 타타르산안티몬포타슘용액

정제수 400 mL에 타타르산안티몬포타슘·0.5수화물 (potassium antimony tartrate hemihydrate, $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$, 분자량 : 333.92) 1.4095 g을 녹여 500 mL로 만든다.

4.4.5 헵타몰리브덴산암모늄사수화물-아스코르빈산 혼합시약

100 mL 부피플라스크에 5 N 황산 50 mL, 헵타몰리브덴산암모늄사수화물용액 15 mL, 0.1 M 아스코르빈산용액 30 mL, 타타르산안티몬포타슘용액 5 mL를 넣고 잘 혼합한다. 4종류의 시약을 혼합하기 전 모든 시약의 온도는 실온이 되어야 한다. 혼합시약이 탁하면 흔들고 몇 분간 둔다. 혼합 시약은 4시간 동안 사용 가능하다.

4.5 인증표준물질 (CRM, certified reference material)

인증서가 수반되는 표준물질로 각 인증값에 표기된 신뢰 수준에서의 불확도가 첨부된

것을 말한다. 인증표준물질은 측정하고자 하는 시료와 농도 범위가 유사한 것을 사용한다.

4.6 인산염 표준원액(1 000 mg/L)

인산 이수소 포타슘 (potassium dihydrogen phosphate, KH_2PO_4 , 분자량 : 136.09)을 105 °C ~ 110 °C에서 건조하여 0.438 g을 정확히 달아 100 mL 부피플라스크에 넣고 적당량의 정제수를 가한다. 완전히 녹인 다음 정제수를 표선까지 채운다. 또는 소금성이 있는 인증표준물질을 사용할 수 있다.

4.7 인산염 표준용액(10 mg/L)

인산염 표준원액(1 000 mg/L) 2 mL를 취하여 200 mL 부피플라스크에 옮기고 정제수를 표선까지 채운다.

5.0 시료채취 및 준비

5.1 시료채취

ES 04160.1 퇴적물 채취 및 분석용 시료채취에 따른다.

5.2 준비

건조, 분쇄된 시료를 보관용기에서 취하기 전에 잘 혼합한다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

6.1 방법바탕시료의 측정방법, 검정곡선의 작성 및 검증, 내부정도관리 주기는 ES 04001 정도보증/정도관리에 따른다.

6.2 정도관리 목표 값은 표 1을 따른다.

6.3 방법검출한계 및 정량한계

6.3.1 인증표준물질을 이용하여, 정량한계 부근의 농도의 시료를 7개 준비하여 각 시료를 7.0의 실험절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

6.3.2 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

6.4 정확도 및 정밀도

6.4.1 정확도 및 정밀도는 표 1의 정량한계의 5배 ~ 10배 농도 범위인 인증표준물질 시료를 같은 양으로 4개 이상 준비하여 7.0의 절차와 동일하게 측정한다.

7.0 분석절차

7.1 전처리

7.1.1 퇴적물을 정확하게 50 mg 취하여 자기 도가니에 옮긴다.

7.1.2 도가니의 뚜껑을 덮고 회화로에 넣어 온도를 450 °C까지 올린 후 유지시키며 3시간 동안 가열한다.

7.1.3 도가니를 꺼내 식힌 후 추출용기에 옮기고 3.5 N 염산용액 20 mL를 가한다.

7.1.4 염산과 시료가 어느 정도 혼합된 후 연소된 퇴적물이 가라앉지 않을 정도로 하여, 실온에서 16시간 동안 교반한다.

7.2 검정곡선 작성

100 mL 부피플라스크에 인산이온 표준용액(10 mg/L) 0 mL ~ 10 mL를 단계적으로 취하여 넣고 정제수로 표선까지 채운다. 이 용액들과 정제수(검정곡선 바탕시료)를 7.3.5 ~ 7.3.6과 같이 시험하여 인의 농도 (mg/L)에 따른 흡광도 검정곡선을 작성한

다. 단, 필요에 따라 표준물질 또는 인증표준물질의 양을 달리 할 수 있다.

7.3 인 측정

7.3.1 전처리한 시료를 여과한다.

[주 1] 여과지는 유리섬유여과지 (GF/C) 또는 이와 동등 이상의 규격으로서 분석에 방해되는 성분을 포함하지 않는 여과지를 사용한다.

7.3.2 여과용액에 1 M 완충용액 5 mL와 정제수 20 mL를 가한다.

7.3.3 교반하면서 pH가 0.5보다 높아질 때까지 수산화소듐 알갱이를 한 개씩 추가한다. pH가 0.5 ~ 1 사이로 되면 6 N 수산화소듐용액을 가하여 pH를 1 ~ 3으로 조절한다. pH가 3보다 높을 경우 염산용액으로 pH를 1 ~ 3으로 조절한다.

[주 2] 수산화소듐용액이나 염산용액을 여러 번 넣으면 부피가 50 mL를 넘을 수 있으므로 주의한다.

7.3.4 pH 1 ~ 3으로 조절된 시료에 정제수를 추가하여 최종 부피를 50 mL로 맞춘다.

7.3.5 50 mL로 맞춘 용액에 헵타몰리브덴산암모늄사수화물-아스코르빈산 혼합액 8 mL를 넣고 흔들어 섞고 20 °C ~ 40 °C에서 약 15분간 반응하도록 한다.

[주 3] 이 때 30분을 초과해서는 안 된다.

7.3.6 이 용액의 일부를 층장 10 mm 셀에 옮겨 검정곡선 바탕시료를 대조액으로 하여 880 nm에서 흡광도를 측정한다. 만약, 시료용액의 흡광도가 검정곡선의 흡광도 범위를 초과하면, 희화시키는 퇴적물의 양을 줄여서 분석한다.

[주 4] 880 nm에서 흡광도 측정이 불가능할 경우에는 710 nm에서 측정한다.

7.3.7 7.2에서 미리 작성한 검정곡선으로부터 시료용액의 총인 농도를 구한다.

8.0 결과보고

8.1 퇴적물 시료의 총인 농도 (mg/kg)

$$TP \text{ (mg/kg)} = (C-B) \times V/w \quad (\text{식 1})$$

여기서, C : 퇴적물 시료용액의 총인 농도 (mg/L)
 B : 방법바탕시료용액의 총인 농도 (mg/L)
 V : pH 조절된 시료용액의 최종 부피(여기서는 = 0.05 L)
 w : 퇴적물 취한 양 (여기서 0.05×10^{-3} kg)

8.2 결과 보고

정수자리까지 보고한다.

9.0 참고자료

9.1 Pardo, P., Rauret, G., López-Sánchez, J.F., "Shorten screening method for phosphorous fractionation method in sediments: A complementary approach to the standards, measurements, and testing harmonized protocol", *Anal. Chim. Acta.* 208, 201-206, 2004

9.2 Ruban, V, López-Sánchez, J.F., Pardo, P., Rauret, G., Muntau, H., Quevauvillet, Ph., "Selection and evaluation of sequential extraction procedures for the determination of phosphorous forms in lake sediment", *J. of Environ. Monit.*, 1, 51-56, 1999

9.3 Williams, J.D.H, Mayer, T., Nriagu, J.O., "Extractability of phosphorous from phosphate minerals common in soils and sediments", *Soil. Sci. Soc. Am. J.*, 44, 462-465, 1980

9.4 하천 · 호소퇴적물 모니터링시범사업(II), 국립환경과학원, 2009

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

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	40 mg/kg
방법바탕시료 측정값	방법검출한계(8 mg/kg) 이하
검정곡선	검정곡선의 결정계수 ≥ 0.98 또는 감응계수의 상대표준 편차 $\leq 25\%$
검정곡선 검증	검정곡선 작성 시 값과 차이가 25 % 이하
정밀도	25 % 이내
정확도	75 % ~ 125 %