

퇴적물 수용성인
(Soluble Reactive Phosphorus)

2025

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 퇴적물 측정량의 수용성인을 측정하기 위한 방법으로, 퇴적물을 0.02 M 염화 포타슘 용액과 접촉시켜 용출되는 인을 아스코르빈산법으로 정량한다.

1.2 적용범위

1.2.1 하천 및 호소의 퇴적물 시료채취 시 적용한다.

1.2.2 이 방법의 정량한계는 4.0 mg/kg이다.

1.3 간섭물질

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

1.3.2 3가 철이 30 mg/L 이상일 경우 몰리브덴청의 발색정도를 약화시켜 인산염이온 측정치가 낮아질 수 있다. 아스코르빈산용액의 첨가량을 증가시켜 간섭을 제어할 수 있다.

2.0 용어 정의

“내용 없음”

3.0 분석기기 및 기구

3.1 자외선/가시선 분광계 (UV/VIS spectrometer)

3.2 교반기, 진탕기

150 rpm 이상의 회전이 가능한 교반기 또는 진탕기를 사용한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 염화 포타슘용액(0.02 M)

1 000 mL 부피플라스크에 염화포타슘 (potassium chloride, KCl, 분자량 : 74.55) 1.49 g을 넣고 정제수로 표선까지 채운다.

4.2 헵타몰리브덴산암모늄사수화물-아스코르빈산 혼합액

ES 04863.1 시험법의 헵타몰리브덴산암모늄사수화물-아스코르빈산 혼합액 제조법을 따른다.

4.3 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.

4.4 인산염 표준원액(1 000 mg/L)

ES 04863.1 시험법의 인산염 표준원액(1 000 mg/L)의 제조법을 따른다.

4.5 인산염 표준용액(10 mg/L)

ES 04863.1 시험법의 인산염 표준용액(10 mg/L)의 제조법을 따른다.

5.0 시료채취 및 준비

5.1 시료채취

ES 04160.1 퇴적물 채취 및 분석용 시료조제에 따른다.

5.2 준비

건조, 분쇄된 시료를 보관용기에서 취하기 전에 잘 혼합한다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

6.1 방법검출한계, 정량한계, 방법바탕시료, 정밀도 및 정확도의 측정방법, 검정곡선의 작성 및 검증, 내부정도관리 주기는 ES 04001 정도보증/정도관리에 따른다.

6.2 정도관리 목표 값은 표 1을 따른다.

7.0 분석 절차

7.1 전처리

7.1.1 퇴적물을 정확하게 500 mg 취하여 0.02 M 염화 포타슘용액 50 mL와 혼합한다.

7.1.2 염화 포타슘용액과 혼합한 시료를 실온에서 24시간 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 7.3.3 ~ 7.3.4와 같이 시험하여 인의 농도 (mg/L)에 따른 흡광도 검정곡선을 작성한다. 단, 필요에 따라 표준물질 또는 인증표준물질의 양을 달리 할 수 있다.

7.3 인산이온 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 50 mL 표시선이 있는 비색관에 여과 용액을 넣은 후 정제수를 50 mL까지 채운다.

7.3.3 50 mL로 맞춘 용액에 헵타몰리브덴산암모늄사수화물-아스코르빈산 혼합액 8 mL을 넣고 흔들어 섞고 20 °C ~ 40 °C에서 약 15분간 방치한다.

[주 2] 이 때 30분을 초과해서는 안 된다.

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

7.3.5 7.2에서 미리 작성한 검정곡선으로부터 시료용액의 인 농도를 구한다.

8.0 결과보고

8.1 퇴적물 시료의 수용성인 농도 (mg/kg)

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

여기서, C : 퇴적물 시료용액의 인 농도 (mg/L)
B : 방법바탕시료용액의 인 농도 (mg/L)

V : 여과 후 맞춘 부피(여기서는 = 0.05 L)

w : 퇴적물 취한 양(여기서 0.5×10^{-3} kg)

8.2 결과 보고

소수점 이하 첫째 자리까지 보고한다.

9.0 참고자료

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

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

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

9.4 Andrew, D.E., Clesceri, L.S., Rice, E.W., Greenberg, A.E., "Standard method, American Public Health Association, Washington", 4500-P E. Ascorbic acid method, 4-153, 2005

9.5 Jin, X., Wang, S., Bu, Q., Wu, F., "Laboratory experiments on phosphorous release from the sediments of 9 lakes in the middle and lower reaches of Yangtze river region, China", *Water, Air, and Soil Pollution*, 176, 233 - 251, 2006

9.6 Mainstone, C.P., Parr, W., "Phosphorous in rivers - ecology and management", *Sci. Tot. Environ.*, 282, 25-47, 2002

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	4 mg/kg
방법바탕시료 측정값	검출한계 이하
검정곡선	검정곡선의 결정계수 ≥ 0.98 또는 감응계수의 상대표준편차 $\leq 25\%$
검정곡선 검증	검정곡선 작성 시 값과 차이가 25 % 이하
정밀도	25 % 이내
정확도	75 % ~ 125 %