

과망간산칼륨소비량-산성법

2024

(Consumption of KMnO_4 -Acid)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 먹는물 및 샘플의 과망간산칼륨 소비량을 측정하는 방법으로서, 시료를 산성으로 조절한 후 일정한 부피의 과망간산칼륨용액을 넣고 끓인 다음 일정한 부피의 옥살산나트륨용액을 가하여 반응하지 않고 남아있는 옥살산나트륨을 과망간산칼륨용액으로 적정하여 측정한다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험기준은 먹는물 및 샘플 중 과망간산칼륨에 의해 산화되는 유기물질과 무기물질의 총량을 측정하는 데 적용한다.

1.2.2 이 시험기준은 먹는물 및 샘플 중에 염소이온의 농도가 500 mg/L 이하의 경우에 적용한다.

1.2.3 먹는물 및 샘플 중에 철(II)이온, 아질산이온, 황화수소 및 기타 환원성물질도 과망간산칼륨 소모량에 포함된다.

1.2.4 이 시험기준에 의한 정량한계는 0.3 mg/L이며, 과망간산칼륨 소모량이 0.3 mg/L ~ 10 mg/L의 범위로 존재할 때 분석가능하다.

1.3 간섭물질

1.3.1 이 시험기준은 먹는물 중에 염소이온의 농도가 500 mg/L 이상의 경우에는 염소

이온의 방해를 받는다.

1.3.2 먹는물 중에 철(II)이온, 아질산이온, 황화수소 및 기타 환원성물질은 간섭물질로 분류하지 않는다.

2.0 용어정의

2.1 과망간산칼륨소비량

과망간산칼륨소비량은 먹는물 중의 산화성물질에 의하여 소비되는 과망간산칼륨의 양을 말하며 유기물질, 제일철염, 아질산염, 황화물 등이 과망간산칼륨을 소비한다.

3.0 분석기기 및 기구

3.1 적정용 뷰렛

일반 적정용 뷰렛을 사용한다.

3.2 자석교반기

자석을 이용하여 교반하는 장치로서 온도 조절이 함께 되는 것을 사용한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 황산 (1 + 2)

정제수 200 mL에 황산 (sulfuric acid, H_2SO_4 , 분자량 : 98.08) 100 mL를 저으면서 천천히 넣어 제조한다.

4.1.2 비등석

비등석은 과망간산칼륨을 소비하지 않는 것을 사용한다.

4.1.3 옥살산나트륨용액 (0.005 M)

150 °C ~ 200 °C에서 1 시간 ~ 1.5 시간 건조시키고 데시케이터에서 식힌 옥살산나트륨 (sodium oxalate, $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, 분자량 : 134.00) 0.67 g을 정제수에 녹여 1 L로 하여 갈색병에 보존하고, 만든 후 1 개월 내에 사용한다.

4.2 표준용액

4.2.1 과망간산칼륨용액 (0.002 M)

4.2.1.1 과망간산칼륨 (potassium permanganate, KMnO_4 , 분자량 : 158.03) 0.316 g을 정제수에 녹여 1 L로 한 후 갈색병에 보존한다.

4.2.1.2 농도계수 결정

4.2.1.2.1 정제수 100 mL를 수개의 비등석을 넣은 삼각플라스크에 넣고 황산 (1 + 2) 5 mL와 과망간산칼륨용액 (0.002 M) 5 mL를 넣어 5 분간 끓인 후 옥살산나트륨용액 (0.005 M) 10 mL를 넣어 탈색을 확인한 다음 과망간산칼륨용액 (0.002 M)으로 옅은 홍색이 없어지지 않고 남을 때까지 적정한다.

4.2.1.2.2 적정이 끝난 용액에 다시 황산 (1 + 2) 5 mL와 과망간산칼륨용액 (0.002 M) 5 mL를 넣어 5 분간 끓인 후 옥살산나트륨용액 (0.005 M) 10 mL를 넣고 과망간산칼륨용액 (0.002 M)으로 옅은 홍색이 없어지지 않고 남을 때까지 적정한다.

4.2.1.2.3 소비된 과망간산칼륨용액 (0.002 M)의 mL로부터 다음 식에 따라 농도계수 (f)를 구한다.

$$f = \frac{10}{a+5} \quad (\text{식 1})$$

여기서, a : 과망간산칼륨용액 (0.002 M) 소비량
f : 농도계수

5.0 시료채취 및 관리

5.1 시료는 유리병 또는 폴리에틸렌병에 채취한다.

5.2 시료를 보관할 때는 황산으로 pH 2 이하가 되도록 조절하여 1 ℃ ~ 5 ℃에서 최대 48 시간 동안 보관할 수 있다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

6.1 방법바탕시료의 측정

ES 05001 정도보증/정도관리에 따라 시료군마다 1 개의 방법바탕시료 (method blank)를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수를 사용하여 7.0 분석절차와 동일하게 측정하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

6.2 현장 이중시료의 측정

현장 이중시료 (field duplicate sample)는 동일한 시료채취 장소에서 동일한 조건으로 중복 채취한 시료로서 한 조사팀이 하루에 20 개 이하를 채취할 경우에는 1 개를 그리고 그 이상을 채취할 때에는 시료 20 개당 1 개를 추가로 취한다. 동일한 조건의 두 시료간의 측정값의 편차는 25 % 이하이어야 한다.

6.3 내부정도관리 주기 및 목표

6.3.1 방법바탕시료의 측정은 시료군 당 1 회를 실시하도록 한다.

6.3.2 각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 표 1과 같다.

7.0 분석절차

7.1 수개의 비등석을 넣은 삼각플라스크에 시료 100 mL를 넣는다.

7.2 황산 (1 + 2) 5 mL와 과망간산칼륨용액 (0.002 M) 10 mL를 넣어 5 분간 끓인다.

7.3 옥살산나트륨용액 (0.005 M) 10 mL를 넣어 탈색을 확인한 다음 곧 과망간산칼륨 용액 (0.002 M)으로 옅은 홍색이 없어지지 않고 남을 때까지 적정한다.

7.4 소비된 과망간산칼륨용액 (0.002 M)의 부피를 구한다.

8.0 결과보고

8.1 계산

다음 식으로 시료 중의 과망간산칼륨소비량을 구한다.

$$\text{과망간산칼륨소비량 (mg/L)} = (a - b) \times f \times \frac{1000}{100} \times 0.316 \quad (\text{식 2})$$

여기서, a : 과망간산칼륨 소비량 (mL)

b : 정제수를 사용하여 시료와 같은 방법으로 시험할 때에 소비된
과망간산칼륨 소비량 (mL)

f : 4.2.1.2에서 구한 과망간산칼륨용액 (0.002 M)의 농도계수

8.2 결과보고

행정사항과 관련된 항목별 시험결과의 표시는 ES 05003의 먹는물 수질기준의 표시한계 및 결과표시에 따른다.

9.0 참고자료

9.1 한국산업표준 KS I ISO 8467, “수질 – 과망간산염 지수 측정 방법”, 국립환경과학원 (2018)

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.3 mg/L
현장이중시료	상대편차백분율 ± 25 % 이내