

잔류염소-OT 비색법
(Residual Chlorine-OT Colorimetry)

2025

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 먹는물 중에 잔류염소를 측정하는 방법으로서 시료의 pH를 인산염완충 용액을 사용하여 약산성으로 조절한 후 *o*-톨리딘용액(*o*-tolidine hydrochloride, OT)으로 발색하여 잔류염소표준비색표와 비교하여 측정한다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험기준은 먹는물 중에 잔류염소의 분석에 적용한다.

1.2.2 이 시험기준에 의해 유리잔류염소와 결합잔류염소를 측정할 수 있다.

1.2.3 이 시험기준은 먹는물 중에 잔류염소 0.01 mg/L ~ 10.0 mg/L의 농도범위에서 적절하며 시료 중에는 0.01 mg/L의 정량한계를 갖는다.

1.3 간섭물질

1.3.1 시료가 색이나 탁도를 띠면 처리 전의 시료를 사용하여 색을 보정한다.

1.3.2 구리는 잔류염소의 측정을 간섭하는데 10 mg/L 이하로 존재하는 구리는 EDTA를 사용하여 제거할 수 있다.

1.3.3 2 mg/L 이상의 크롬산은 종말점에서 간섭을 하는데 이때 염화바륨을 가하여 침전시켜 제거한다.

2.0 용어 정의

2.1 유리잔류염소

유리잔류염소란 염소(Cl_2)가 물에 용해되어 생성하는 차아염소산(hypochlorous acid, HOCl)과 차아염소산이온(hypochlorite ion, OCl^-)을 의미하며 pH와 온도에 따라 그 비율이 달라진다.

2.2 결합잔류염소

결합잔류염소란 염소, 차아염소산 또는 차아염소산이온이 암모니아와 반응하여 생성한 모노클로라민, 디클로라민, 트리클로라민을 의미한다.

2.3 총잔류염소

총잔류염소란 유리잔류염소와 결합잔류염소의 합을 의미한다.

3.0 분석기기 및 기구

3.1 비색관

마개 있는 밑이 평평한 무색시험관으로 일정용량의 높이에 표시선을 그은 것을 사용한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 o-톨리딘용액

o-톨리딘염산염(o-tolidine hydrochloride, $(\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_3\text{NH}_2)_2 \cdot 2\text{HCl}$, 분자량 : 285.22) 1.35 g을 정제수 800 mL에 녹이고 염산(hydrochloric acid, HCl , 분자량 : 36.46) 150 mL와 물을 넣어

1 L로 한 후 갈색병에 넣어 보존하며, 6개월 이내에 사용한다.

4.1.2 인산완충용액

미리 110 °C에서 건조하고 데시케이터에서 식힌 인산일수소칼륨(potassium phosphate dibasic, K_2HPO_4 , 분자량 : 174.18) 22.86 g과 인산이수소칼륨(potassium phosphate monobasic, KH_2PO_4 , 분자량 : 136.09) 46.14 g을 무탄산수에 녹여 1 L로 한 후 수일간 두었다가 생성된 침전물을 제거하여 원액으로 하고, 이 원액 400 mL에 무탄산수를 넣어 2 L로 한다. 이 용액의 pH는 6.45이다.

4.2 표준용액

4.2.1 잔류염소표준용액

크롬산칼륨(potassium chromate(VI), K_2CrO_4 , 분자량 : 194.19) 4.65 g과 중크롬산칼륨(potassium dichromate(VI), $K_2Cr_2O_7$, 분자량 : 294.18) 1.55 g을 인산완충용액에 녹여 1 L로 한다.

4.3 잔류염소표준비색표

4.3.1 100 mL의 비색관을 쓸 때에는 잔류염소표준용액 및 인산완충용액을 표 2의 비율로 취하여 각각 비색관에 넣고 해당하는 잔류염소의 농도(mg/L)를 기재한다.

4.3.2 100 mL 이외의 비색관 또는 비색병을 쓸 때에는 1 mg/L 이하의 잔류염소표준비색표를 표 2에 따라 조정하고, 1 mg/L를 초과하는 잔류염소표준비색표는 사용하는 용기의 액 층에 따라서 표 3의 해당하는 칸에 따라 잔류염소표준용액을 취하고 완충용액을 사용하여 100 mL로 한 후 각각을 소정의 용기에 넣고 해당하는 잔류염소의 mg/L를 기재한 것을 잔류염소표준비색표로 한다.

4.3.3 이 잔류염소표준비색표는 어두운 곳에 보존하고 침전물이 생성되었을 때에는 다시 만든다.

5.0 시료채취 및 관리

5.1 수용액 중에 염소는 안정하지 않아 빨리 감소한다. 따라서 잔류염소의 측정은 시료채취 즉시 현장에서 수행한다.

5.2 잔류염소의 측정을 위해 시료채취 후에는 직사광선을 피해야 하고 심하게 흔들지 말아야 한다.

6.0 정도보증/정도관리(QA/QC)

6.1 방법검출한계 및 정량한계

6.1.1 방법검출한계 (MDL, method detection limit) 및 정량한계 (LOQ, limit of quantitation)는 정량한계 부근의 농도가 되도록 분석물질을 첨가한 시료 7개를 준비하고 각 시료를 7.0항의 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

6.1.2 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 방법검출한계는 표 1에서 제시한 정량한계 이하이어야 한다.

6.2 방법바탕시료의 측정

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

6.3 현장 이중시료의 측정

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

6.4 내부정도관리 주기 및 목표

각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 표 1과 같다.

7.0 분석절차

7.1 유리잔류염소

7.1.1 *o*-톨리딘용액을 비색관 용액(V mL)의 1/20에 상당하는 양을 취하여 비색관에 넣는다.

7.1.2 시료를 비색관의 표시선까지 넣어 섞은 다음 즉시(약 5초 이내) 잔류염소 표준비색표와 비교하여 시료의 유리잔류염소농도(mg/L)를 구한다.

7.2 총잔류염소

7.1.2의 용액을 약 5분간 둔 후의 정색을 잔류염소표준비색표와 비교하여 시료의 잔류염소농도(mg/L)를 구한다.

8.0 결과보고

8.1 유리잔류염소

7.1.2에서 비교하여 측정한 농도를 유리잔류염소농도(mg/L)로 한다.

8.2 총잔류염소

7.2에서 측정한 농도를 총잔류염소농도(mg/L)로 한다.

8.3 결합잔류염소

8.2에서 측정한 총잔류염소농도와 8.1의 유리잔류염소농도와의 차이로부터 결합잔류염소농도(mg/L)를 구한다.

9.0 참고자료

9.1 US EPA Method 330.4, 1978, Chlorine, Total residual (Titrimetric DPD-FAS)

9.2 Standard Method 4500-Cl G, 2005, Chlorine (Residual) DPD Colorimetric Method

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.01 mg/L
현장이중시료	상대편차백분율 $\pm$ 20 % 이내

표 2. 잔류염소표준비색표(100 mL 비색관용)

잔류염소 (mg/L)	잔류염소 표준용액 (mL)	완충용액 (mL)	잔류염소 (mg/L)	잔류염소 표준용액 (mL)	완충용액 (mL)
0.01	0.1	99.9	0.70	7.0	93.0
0.02	0.2	99.8	0.80	8.0	92.0
0.05	0.5	99.5	0.90	9.0	91.0
0.07	0.7	99.3	1.00	10.0	90.0
0.10	1.0	99.0	1.5	15.0	85.0
0.15	1.5	98.5	2.0	19.7	80.3
0.20	2.0	98.0	3.0	29.0	71.0
0.25	2.5	97.5	4.0	39.0	61.0
0.30	3.0	97.0	5.0	48.0	52.0
0.35	3.5	96.5	6.0	58.0	42.0
0.40	4.0	96.0	7.0	68.0	32.0
0.45	4.5	95.5	8.0	77.5	22.5
0.50	5.0	95.0	9.0	87.0	13.0
0.60	6.0	94.0	10.0	97.0	3.0

표 3. 잔류염소표준비색표(100 mL외의 비색관용)

잔류염소(mg/L)	용기의 액층별 잔류염소 표준용액(mL)	2.5 cm	10 cm	20 cm	24 cm ~
		~ 5 cm			30 cm
1.0		10.0	10.0	10.0	10.0
1.5		15.0	15.0	15.0	15.0
2.0		19.5	19.5	19.7	20.0
3.0		27.0	27.5	29.0	30.0
4.0		34.5	35.0	39.0	40.0
5.0		42.0	43.0	48.0	50.0
6.0		49.0	51.0	58.0	60.0
7.0		56.5	59.0	68.0	70.0
8.0		64.0	67.0	77.5	80.0
9.0		72.0	75.5	87.0	90.0
10.0		80.0	84.0	97.0	100.0