

염소이온-질산은 적정법

2018

(Chloride-Silver Nitrate Titrimetric method)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 먹는물 및 샘플 중에 염소이온을 측정하는 방법으로, 존재하는 염소이온이 질산은과 정량적으로 반응하고 과잉의 질산은이 크롬산과 반응하여 크롬산은의 침전으로 나타나는 점을 적정의 종말점으로 하여 염소이온의 농도를 측정하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험기준은 먹는물 및 샘플 중 염소이온의 측정에 적용한다.

1.2.2 이 시험기준에 의한 염소이온의 정량한계는 0.4 mg/L이고 정량범위는 0.4 mg/L ~ 100 mg/L이다.

1.3 간섭물질

1.3.1 브롬이온, 요오드이온, 시안이온은 염소이온의 측정을 방해한다.

1.3.2 황이온, 황산이온, 티오황산이온은 염소이온의 측정을 방해하나 과산화수소 (H_2O_2)를 가하여 제거할 수 있다.

1.3.3 25 mg/L 이상의 오쏘인산염과 폴리인산염은 인산은을 만들어 염소의 측정을 방해한다.

1.3.4 10 mg/L 이상의 철은 종말점의 색깔 변화를 방해한다.

2.0 용어정의

“내용 없음”

3.0 분석기기 및 기구

“내용 없음”

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 크롬산칼륨용액

크롬산칼륨(potassium chromate(VI), K_2CrO_4 , 분자량 : 194.19) 50 g을 정제수 약 200 mL에 녹이고, 적색침전이 생길 때까지 질산은 용액을 넣어 여과한 후 여과액에 정제수를 넣어 1 L로 한다.

4.1.2 염화나트륨용액(0.01 M)

염화나트륨(sodium chloride, NaCl, 분자량 : 58.44)을 105 °C ~ 110 °C에서 4시간 건조하고, 데시케이터 안에서 식힌 다음 0.5844 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

4.2 표준용액

4.2.1 질산은용액(0.01 M)

4.2.1.1 질산은(silver nitrate, $AgNO_3$, 분자량 : 169.87) 1.7 g을 정제수에 녹여 1 L로 한 후 갈색병에 보관한다.

4.2.1.2 농도결정

염화나트륨(0.01 M) 25 mL를 백색사기접시 또는 삼각플라스크에 넣고, 크롬산칼륨용액 0.2 mL를 지시약으로 하여 질산은용액(0.01 M)으로 옅은 등색이 없어지지 않고 남을 때까지 적정하고 이에 소비된 질산은용액(0.01 M) mL(a)로부터 다음 식에 따라 질산은용액(0.01 M)의 농도계수(f)를 구한다.

$$f = \frac{25}{(a - b)} \quad (\text{식 1})$$

여기서, a : 소비된 질산은용액(0.01 M)의 양(mL)

b : 염화나트륨용액 대신 정제수를 사용하여 위와 같은 방법으로
바탕실험 할 때 소비된 질산은용액(0.01 M)의 부피(mL)

5.0 시료채취 및 관리

5.1 미리 세척된 유리용기 또는 폴리에틸렌 용기에 시료를 채취한다.

5.2 특별한 채취 조건은 없으나 채취한 시료는 28일 이내에 실험한다.

6.0 정도보증/정도관리(QA/QC)

6.1 방법바탕시료의 측정

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

6.2 정밀도 및 정확도

6.2.1 정확도(accuracy) 및 정밀도(precision)의 측정은 ES 05001.a 정도보증/정도관리에 따른다. 정제수에 정량한계의 1배 ~ 5배 농도가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한

시료를 4개 이상 준비하고 7.0항의 절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

6.2.2 정확도는 첨가한 표준물질의 농도에 대한 측정 평균값의 상대백분율로서 나타내고 그 값이 80 % ~ 120 % 이내이어야 한다.

6.2.3 정밀도는 측정값의 상대표준편차(RSD)로 산출하며 측정한 결과 20 % 이내이어야 한다.

6.3 현장 이중시료의 측정

현장 이중시료(field duplicate sample)는 동일한 시료채취 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

6.4.1 방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다. 단, 장비의 청소, 컬럼 교체 시와 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

6.4.2 검정곡선 검증 및 시약바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 시약바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

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

7.0 분석절차

시료 100 mL를 삼각플라스크에 넣고, 크롬산칼륨용액 0.5 mL를 넣은 후, 액이 옅은 적황색이 될 때까지 질산은용액(0.01 M)으로 적정한다.

8.0 결과보고

8.1 계산

소비된 질산은용액(0.01 M)의 양(mL)으로 부터 다음 식에 따라 시료에 함유된 염소 이온의 양(mg/L)을 구한다.

$$\text{염소이온}(mg/L) = (a - b) \times f \times \frac{1,000}{100} \times 0.355 \quad (\text{식 } 2)$$

여기서, a : 소비된 질산은용액(mL)

b : 정제수를 사용하여 시료와 같은 방법으로 바탕실험 할 때에 소비된 질산은용액(0.01 M)의 부피(mL)

f : 4.2.1.2에서 구한 질산은용액(0.01 M)의 농도계수

8.2 결과보고

행정사항과 관련된 항목별 시험결과의 표시는 ES 05003.e의 먹는물 수질기준의 표시 한계 및 결과표시에 따른다.

9.0 참고자료

9.1 US EPA Method 9253, 1994, Chloride (Titrimetric, Silver Nitrate)

9.2 Standard Method 4500-Cl, 2005, Chloride

10.0 부록

표 1. 염소이온의 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.4 mg/L
정밀도	상대표준편차 $\pm 20\%$ 이내
정확도	80 % ~ 120 %
현장이중시료	상대편차백분율 $\pm 20\%$ 이내