

환경부고시 제2017-190호(2017. 10. 23.)

수처리제의 기준과 규격 및 표시기준

2017. 10. 23.



수처리제의 기준과 규격 및 표시기준

| | | |
|----------|---|--------------------------------|
| 제 정 | : | 환경부 고시 제1995-44호(1995.5.1) |
| 1차 일부개정 | : | 환경부 고시 제1997-8호(1997.2.6) |
| 2차 일부개정 | : | 환경부 고시 제1998-124호(1998.11.12) |
| 3차 일부개정 | : | 환경부 고시 제1999-173호(1999.11.1) |
| 4차 일부개정 | : | 환경부 고시 제2002-187호(2002.12.9) |
| 5차 일부개정 | : | 환경부 고시 제2004-95호(2004.6.28) |
| 6차 일부개정 | : | 환경부 고시 제2007-92호(2007.6.4) |
| 7차 일부개정 | : | 환경부 고시 제2008-69호(2008.5.8) |
| 8차 일부개정 | : | 환경부 고시 제2009-186호(2009.8.27) |
| 9차 일부개정 | : | 환경부 고시 제2013-181호(2013.12.30) |
| 10차 전부개정 | : | 환경부 고시 제2013-188호(2014.1.6) |
| 11차 일부개정 | : | 환경부 고시 제2017-116호(2017.6.15) |
| 12차 일부개정 | : | 환경부 고시 제2017-190호(2017.10.23.) |

목 차

제 1 편 기준 및 규격

| | |
|--------------|---|
| 제1장 총칙 | 1 |
|--------------|---|

제2장 품목별 기준 및 규격

1. 응집제

| | |
|------------------------|----|
| 1. 폴리염화알루미늄 | 7 |
| 2. 황산알루미늄 | 49 |
| 3. 알긴산나트륨 | 56 |
| 4. 폴리황산규산알루미늄 | 65 |
| 5. 폴리수산화염화규산알루미늄 | 67 |
| 6. 황산제이철 | 73 |
| 7. 염화제이철(액체) | 82 |

| | |
|------------------------|----|
| 8. 폴리아민 | 89 |
| 9. 폴리수산화염화황산알루미늄 | 96 |

II. 살균·소독제

| | |
|-------------------|-----|
| 1. 고도표백분 | 104 |
| 2. 액화염소 | 107 |
| 3. 차아염소산나트륨 | 108 |
| 4. 이산화염소 | 127 |
| 5. 오존 | 128 |
| 6. 현장제조염소 | 129 |
| 7. 과산화수소 | 132 |

III. 부식억제제

| | |
|---------------|-----|
| 1. 분류 | 144 |
| 2. 규격기준 | 144 |

IV. 기타제제

| | |
|---------------------|-----|
| 1. 수산화칼슘(소석회) | 162 |
| 2. 활성탄 | 169 |
| 3. 황산구리 | 199 |
| 4. 수산화나트륨 | 203 |
| 5. 제오라이트 | 208 |
| 6. 일라이트 | 213 |
| 7. 황산 | 215 |
| 8. 안정화 이산화염소 | 232 |
| 9. 이산화탄소 | 234 |
| 10. 과망간산나트륨 | 236 |
| 11. 티오황산나트륨 | 266 |

제3장 일반시험법

| | |
|----------------|-----|
| 1. 확인시험법 | 281 |
|----------------|-----|

제4장 용액, 용량분석용 표준용액 및 표준용액

| | |
|-------------|-----|
| 1. 용액 | 284 |
|-------------|-----|

| | |
|---------------------|-----|
| 2. 용량분석용 표준용액 | 287 |
| 3. 표준용액 | 289 |

제 2 편 표시기준

| | |
|--------------------|-----|
| 1. 표시대상 | 292 |
| 2. 표시사항 및 기준 | 292 |

제 3 편 행정사항

| | |
|----------------|-----|
| 1. 재검토기한 | 295 |
|----------------|-----|

| | |
|----------|-----|
| 부칙 | 296 |
|----------|-----|

제1편 기준 및 규격

제1장. 총 칙

1.0 개요

이 기준과 규격에서 따로 정한 것 이외에는 다음 총칙의 규정에 따른다.

1.1 적용범위

먹는물관리법 제36조(기준과 규격)의 규정에 따라 수처리제의 종류, 성능, 제조방법, 보존방법, 유통기한, 사후관리 등에 관한 기준과 성분의 규격에 대하여 적용한다.

2.0 수처리제 품목의 정의

수처리제의 품목은 응집제, 살균·소독제, 부식억제제, 기타제제(활성탄 포함)로 분류하고 다음과 같이 정의한다.

2.1 응집제

수중에 현탁되어 있는 미세한 콜로이드성 입자를 응집·침전시키기 위하여 첨가하는 물질을 말한다.

2.2 살균·소독제

병원성미생물을 불활성화 또는 사멸시키거나 유기·무기물질을 산화할 목적으로 첨가하는 물질을 말한다.

2.3 부식억제제

수돗물에 녹물이 발생하는 것을 방지할 목적으로 수도관의 부식을 억제하기 위하여 첨가하는 물질을 말한다.

2.4 기타 제제

조류제거, pH 조정 등 기타 정수처리의 목적으로 첨가하는 물질을 말한다.

2.5 활성탄

나무, 톱밥, 야자껍질, 석탄 등을 탄화, 활성화시킨 흑색 다공성의 탄소로서 수중의 유기물질을 흡착·제거할 목적으로 첨가하는 물질을 말한다.

3.0 도량형

계량 등의 단위는 원칙적으로 국제단위체계(SI)에 따르며, 다음의 약호를 쓴다.

3.1 길이

m, cm, mm, μm , nm

3.2 부피

L, mL, μL

(1 L는 1,000 cc, 1 mL는 1 cc로 하여 시험을 할 수 있다.)

3.3 질량

kg, g, mg, μg

3.4 넓이

cm^2

4.0 농도

4.1 백분율을 표시할 때에는 %의 기호를 쓴다. 다만, 용액 100 mL 중의 물질함량(g)을 표시할 때는 w/v%, 용액 100mL 중의 물질함량(mL)을 표시할 때는 v/v%의 기호를 쓴다.

4.2 백만분율을 표시할 때에는 mg/kg를 사용하며, ppm 또는 mg/L도 사용할 수 있다.

5.0 온도

5.1 온도는 셀시우스법을 쓰며, 아라비아숫자의 오른쪽에 °C를 붙여서 표시한다.

5.2 표준온도는 20 °C로 하고, 상온은 15~25 °C, 실온은 1~35 °C, 미온은 30~40 °C로 한다. 온탕은 따로 규정이 없는 한 60~70 °C, 열탕은 100 °C의 물로 한다. “수욕상 또는 수욕 중에서 가열한다”함은 따로 규정이 없는 한 그 가열온도는 약 100 °C로 하되, 수욕대신 약 100 °C의 증기욕을 쓸 수 있다.

5.3 찬 곳이라 함은 따로 규정이 없는 한 0~15 °C의 장소를 말한다.

6.0 기타

6.1 시험에 쓰는 물은 따로 규정이 없는 한 증류수 또는 정제수로 한다.

6.2 용액이라고 기재하고 특히, 그 용제를 표시하지 아니한 것은 수용액을 말한다.

6.3 감압은 따로 규정이 없는 한 15 mmHg 이하로 한다.

6.4 약산성, 강산성, 약알칼리성, 강알칼리성 등으로 기재한 것은 산성 또는 알칼리성 정도의 개략을 표시한 것으로서 그 pH의 범위는 다음과 같다.

약산성 : 약 3 ~ 5

강산성 : 약 3 이하

약알칼리성 : 약 9 ~ 11

강알칼리성 : 약 11 이상

6.5 용액의 농도를 (1 → 5), (1 → 10), (1 → 100) 등으로 기재한 것은 고체시약 1 g 또는 액체시약 1 mL를 용제에 녹여 전량을 각각 5 mL, 10 mL, 100 mL 등으로 하는 것을 표시한다. 또한 (1 + 1), (1 + 5) 등으로 기재한 것은 액체시약 1 mL에 정제수를 각각 1 mL, 5 mL 혼합하는 것으로서 뒤의 숫자로써 물의 비율을 나타낸다.

6.6 (1:1), (4:2:1) 등은 고체시약 혼합중량비 또는 액체시약 혼합부피비를 말한다.

6.7 방울수를 측정할 때에는 20 °C에서 증류수를 20 방울을 적하할 때 그 무게가 0.9 ~ 1.1 g이 되는 기구를 쓴다.

6.8 네슬러관은 안지름 20 mm 바깥지름 24 mm 밑에서부터 마개의 밑까지의 거리 20 cm의 무색유리로 만든 마개 있는 밑면이 평평한 시험관으로서 50 mL의 것을 쓴다. 또한 각관의 눈금의 높이의 차는 2 mm 이하로 한다.

6.9 원자량은 국제원자량표에 의한다. 분자량은 이 표에 의하여 계산한 후 소수점 이하 둘째자리까지 정리한다.

6.10 이상, 이하 또는 미만이라고 기재한 것은 시험에서 얻은 수치를 끊어 올리거나 버리지 않고 이상, 이하 또는 미만을 표시한 것이며, “a-b”라고 기재한 것은 a 이상 b 이하를 표시한 것이다.

6.11 “정밀히 단다”라 함은 규정된 양의 시료를 취하여 화학저울 또는 미량저울로 칭량함을 말한다. 또한 무게를 “정확히 단다”라 함은 규정된 수치의 무게를 2자리 수까지 다는 것을 말한다. “정확히 취한다”라 함은 규정한 양의 시료 또는 시액을 흡피펫으로 눈금까지 취하는 것을 말한다.

6.12 시험은 따로 규정이 없는 한 상온에서 하고 조작 후 30초 이내에 관찰한다. 다만, 온도의 영향이 있는 것에 대하여는 표준온도에서 한다.

6.13 “약”이라 함은 기재된 양에 대하여 ± 10 % 이상의 차가 있어서는 안 된다.

6.14 수치를 정리하여 소수점 이하를 n자리까지 하는 경우에는 (n + 1) 자리 이하의 수치를 다음과 같이 끊어 올리거나 또는 버린다.

6.14.1 $(n + 1)$ 자리의 수가 6이상일 때에는 끊어 올린다.

6.14.2 $(n + 1)$ 자리의 수가 4이하일 때에는 버린다.

6.14.3 $(n + 1)$ 자리의 수가 5일 때에는 n 자리의 수가 1, 3, 5, 7 또는 9일 경우에는 끊어 올리고, n 자리의 수가 0, 2, 4, 6 또는 8일 경우에는 버린다.

6.15 건조 혹은 강열할 때 항량이라고 기재한 것은 다시 계속하여 1시간 더 건조 혹은 강열할 때에 전후의 칭량차가 g 당 0.3 mg 이하일 때를 말한다.

6.16 이 기준 및 규격에 규정된 시험방법 이외의 방법으로서 그 시험 방법이 보다 더 정밀하고 신속 간편할 때에는 그 방법을 사용할 수도 있다. 다만, 그 결과가 의심스럽거나 판정에 영향을 미칠 수 있다고 인정할 때에는 규정된 방법에 의하여 시험하고 판정하여야 한다.

제2장 품목별 기준 및 규격

1. 응 집 제

1. 폴리염화알루미늄

2013

(Poly Aluminum Chloride : $[Al_2(OH)_n Cl_{6-n}] m$)

< 성분규격 기준 >

| 항목 | 기준 |
|---------------------|--|
| 성상 | 이 품목은 무색 내지 옅은 황갈색의 투명한 액체이다. |
| 확인시험 | 확인시험법에 따라 시험할 때 적합하여야 한다. |
| 비중(20 ℃) | 1.19 이상 |
| pH | 3.5~5.0 |
| 산화알루미늄(Al_2O_3) | 1종 10.0~12.0 % 2종 12.0~15.0 % 3종 15.0~18.0 % |
| 염기도 | 35 % 이상 |
| 황산이온(SO_4^{2-}) | 3.5 % 이하 |
| 암모니아성질소(NH_3-N) | 0.01 % 이하 |
| 철(Fe) | 0.01 % 이하 |
| 비소(As) | 5 mg/kg 이하 |
| 납(Pb) | 10 mg/kg 이하 |
| 카드뮴(Cd) | 2 mg/kg 이하 |
| 크롬(Cr) | 10 mg/kg 이하 |
| 망간(Mn) | 25 mg/kg 이하 |
| 수은(Hg) | 0.2 mg/kg 이하 |

1.0 확인시험

제3장 확인시험법 중 1.1 알루미늄염 및 1.2 염화물의 반응을 나타낸다.

2.0 비중

이 품목을 20 °C에서 비중계를 사용하여 측정한다.

3.0 pH

이 품목의 1 % 수용액을 20 °C에서 유리전극법으로 측정한다.

4.0 산화알루미늄

4.1 적정법

4.1.1 개요

시료를 질산 처리하고 중합알루미늄을 알루미늄이온으로 하여 과잉의 EDTA 용액을 가하여 킬레이트를 생성시킨 후 크실레놀오렌지 지시약을 가하여 아연용액으로 역적정하여 산화알루미늄의 함유량을 구한다.

4.1.1 시약 및 표준용액

4.1.1.1 EDTA용액(0.05 M)

에틸렌디아민테트라아세트산이나트륨·2수화물 18.61 g을 취하여 1 L를 가하여 용해한 후 폴리에틸렌 기밀용기에 넣어 보관한다.

4.1.1.2 초산나트륨완충용액

초산나트륨 3수화물 272 g을 물에 녹여 1 L로 한다.

4.1.1.3 크실레놀오렌지용액(1 g/L)

크실레놀오렌지 0.1 g을 물에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.1.4 알루미늄 표준원액(1 mg Al/mL)

알루미늄(순도 99.99% 이상) 1.000 g 을 취하여 100 mL 비이커에 넣고 소량의 질산 (1+1)을 주의하여 가하고 가열 용해한다. 방냉 후 용액을 1 L 부피플라스크에 넣고 질산 (1+30)을 표선까지 가한다. 또는 시판용 표준용액을 사용한다.

4.1.1.5 아연용액(0.02 M)

아연(표준시약) 1.308 g을 정밀히 달아 100 mL 비이커에 넣고 소량의 물과 염산 6~7 mL를 넣어 가온 용해한다. 이것을 수욕상에서 거의 건조할 때까지 농축하고 식힌 다음 물을 넣어 1 L로 한다. 이 액 1 mL는 산화알루미늄(Al_2O_3) 1.02 mg에 해당한다.

1) 아연용액(0.02 M) 표정

비이커 200 mL에 0.05 M EDTA 용액 20 mL를 취하여 질산 (1+12) 2 mL를 가하여 이하 4.1.2의 조작을 하여, 이때 0.02 M 아연용액의 사용량(mL)을 a_1 으로 한다. 다른 200 mL 비이커에 알루미늄 표준액(1 mg Al/mL) 20 mL 및 0.05 M EDTA 용액 20 mL를 취하여 질산(1+12) 2 mL를 가하여 시계 접시로 덮고 1분간 끓이고 방냉하고 이하 4.1.2.3~4.1.2.6의 조작을 하여 이때 0.02 M 아연 용액의 사용량(mL)을 a_2 로 한다.

다음 식으로 0.02 M 아연 용액 1 mL에 상당하는 알루미늄의 양(g)을 산출한다.

$$f = \frac{0.001 \times 20}{a_1 - a_2}$$

여기서, f : 0.02 M 아연 용액 1 mL에 상당하는 알루미늄 양(g)

4.1.2 분석절차

4.1.2.1 이 품목 10 g을 정확히 달아 물을 넣어 500 mL로 한다.

4.1.2.2 이 액 20 mL를 취하여 200 mL 삼각플라스크에 넣고 묽은질산 (1:12) 2 mL를 넣어 pH를 1~2로 하고, 시계접시로 덮고 약 1분간 끓이고 식힌 다음 0.05 M EDTA 용액 20 mL를 정확히 넣는다.

4.1.2.3 초산나트륨완충용액을 사용하여 pH를 약 3으로 조정한 다음 약 2분간 끓인다.

4.1.2.4 식힌 다음 초산나트륨완충용액 10 mL를 넣어 pH를 5~6으로 조정하고 0.1% 크실레놀 오렌지용액 2~5방울을 넣는다.

4.1.2.5 0.02 M 아연용액으로 적정하여 용액의 색이 옅은 적색이 될 때를 종점으로 한다.

4.1.2.6 정제수 20 mL를 취하여 200 mL 삼각플라스크에 넣고 이하 4.1.2.4~4.1.2.5와 동일하게 바탕시험을 행한다.

4.1.3 계산

$$\text{산화알루미늄(\%)} = \frac{0.00102 \times (a' - a)}{\text{시료량(g)} \times \frac{20}{500}} \times 100 - (b \times 0.9128)$$

여기서, a' : 바탕시험에서 소비한 0.02 M 아연용액의 양(mL)

a : 시료용액에서 소비한 0.02 M 아연용액의 양(mL)

b : 철의 양(%)

4.2 유도결합플라즈마-원자발광분광법

4.2.1 개요

희석한 시료를 유도결합플라즈마-원자발광분광기로 파장 308.22 nm에서 발광강도를 측정하여 내부표준법에 따라 산화알루미늄의 함량을 구한다. 유효측정농도는 10 mg/kg 이상으로 한다.

4.2.2 시약 및 표준용액

4.2.2.1 내부표준원액(1 mg Y/mL)

산화이트륨(Y_2O_3) 0.318 g을 취하여 100 mL 비이커에 넣고 염산 3 mL와 소량의 물을 가하여 가열 용해하고 냉각 후 250 mL 부피플라스크에 넣어 물을 표선까지 가한다. 냉암소에서 보존한다.

4.2.2.2 내부표준용액(50 mg Y/L)

내부표준용액(1 mg Y/mL) 50 mL를 분취하여 1 L 부피플라스크에 넣고 물을 표선까지 가한다.

4.2.2.3 알루미늄 표준용액(1 mg Al/mL)

4.1.1.4에 따른다.

4.2.3 기구 및 장치

4.2.3.1 유도결합플라즈마-원자발광분광기

유도결합플라즈마-원자발광분광기는 시료도입부, 고주파전원부, 광원부, 분광부, 연산처리부 및 기록부로 구성되어 있으며, 분광부는 검출 및 측정에 따라 연속주사형 단원소측정장치(sequential type, monochromator)와 다원소동시측정장치(simultaneous type, polychromator)로 구분된다.

4.2.3.2 아르곤 가스

액화 또는 압축 아르곤으로서 99.99 v/v% 이상의 순도를 갖는 것이어야 한다.

4.2.4 분석절차

4.2.4.1 시료 10 g을 정확히 달아 비이커에 넣고 물 약 30 mL, 질산 5 mL를 가하고 시계접시로 달고 약 1분간 끓인 후 방냉하고 물을 넣어 100 mL로 만든다. 이 때 마이크로파를 이용한 유기물 분해를 이용할 수 있다.

4.2.4.2 위 용액 2 mL를 취하여 100 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고 질산 2 mL 및 내부표준액 1 mL를 가하고 물로 표선까지 가한다.

4.2.4.3 알루미늄 파장 308.22 nm 및 이트륨 파장 371.029 nm의 발광광도를 측정하여 이트륨에 대한 알루미늄의 발광 광도비를 구한다.

4.2.4.4 검정곡선의 작성

알루미늄 표준원액(1 mg Al/mL) 0, 0.1~20 mL를 단계적으로 100 mL 부피플라스크에 취하여 각각에 질산 2 mL 및 내부표준액 1 mL를 가하고 물을 넣어 100 mL로 만든다. 이하 4.2.4.2와 동일하게 조작하여 발광강도비를 구하고 알루미늄 양과 발광강도비와의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

4.2.5 계산

4.2.4.4에서 작성한 검정곡선으로부터 4.2.4.3에서 얻어진 발광강도비에 해당하는 알루미늄의 양(mg)을 구하고 다음 식에 따라 시료 중의 산화알루미늄의 농도(%)를 계산한다.

$$\text{산화알루미늄(\%)} = \frac{\text{알루미늄의 양(mg)}}{\text{시료량(g)} \times \frac{2}{100}} \times \frac{100}{1,000} \times 1.8895$$

여기서, 1.8895 : 알루미늄으로부터 산화알루미늄 계산 계수

5.0 염기도

5.1 개요

시료에 염산을 가하여 끓인 후 알루미늄을 불화알루미늄으로 침전시켜 페놀프탈레인용액을 가하여 수산화나트륨용액으로 적정하고 염기도를 구한다.

5.2 시약

5.2.1 메틸레드-브롬크레졸그린혼합용액

메틸레드 0.02 g 및 브롬크레졸그린 0.1 g을 에탄올(95 v/v %) 100 mL에 녹인다.

5.2.2 페놀프탈레인용액(5 g/L)

페놀프탈레인 0.5 g을 에탄올(95 v/v %) 100 mL에 녹이고 액의 색이 홍색이 될 때까지 수산화나트륨용액(약 0.02 N)을 적정한다.

5.2.3 불화칼륨용액(50 %)

불화칼륨(무수) 250 g을 물에 넣어 500 mL로 하고 여지(2중)에서 여과한다.

5.2.4 염산용액(0.5 N)

염산 45~50 mL를 물을 가하여 1 L로 한다. 그 표정은 다음과 같이 한다.

5.2.4.1 염산용액(0.5 N) 표정

탄산나트륨(무수)을 백금도가니에 넣고 500~600 °C에서 40~50분간 건조한 후 데시게이터 중에서 방냉하고 그 0.5~0.7 g을 1 mg까지 칭량하여 취하고 100 mL 비이커에 넣고 물 20 mL를 가하여 용해하고 메틸레드-브롬크레졸그린혼합용액 수 방울을 가한 후 염산으로 적정하여 액의 색이 청으로부터 홍색으로 변할 때를 종점으로 한다.

$$f_2 = \frac{d}{e \times 0.0265}$$

여기서, f_2 : 0.5 N 염산 규정도 계수
d : 탄산나트륨의 채취량(g)
e : 0.5 N 염산 사용량(mL)
0.0265 : 0.5 N 염산 1 mL에 대응하는 탄산나트륨의 양(g)

5.2.5 수산화나트륨용액(0.5 N)

물 약 100 mL를 넣은 삼각플라스크 200 mL에 수산화나트륨 약 100 g을 발열에 주의하면서 서서히 가하여 유리봉으로 잘 혼합하여 용해하고 포화용액을 만들며, 고무마개를 사용하여 1일간 방치한다. 이 상층액 약 25 mL를 무수탄산수로 1 L로 한다. 그 표정은 다음과 같이 한다.

5.2.5.1 수산화나트륨용액(0.5 N) 표정

0.5 N 염산 25 mL를 분취하여 자기증발 접시에 넣고 페놀프탈레인용액 2~3방울을 가한 후, 0.5 N 수산화나트륨용액으로 적정하고 그 때마다 유리봉으로 혼합하여 액의 색이 홍색으로 변할 때를 종점으로 한다.

$$F = \frac{25 \times f_2}{g}$$

여기서, F : 0.5 N 수산화나트륨 용액 규정도 계수

f_2 : 0.5 N 염산의 규정도 계수

g : 0.5 N 수산화나트륨 용액의 사용량(mL)

5.3 분석절차

5.3.1 이 품목 약 2 g을 정확히 달아 20~30 mL를 사용하여 원추형 비이커에 옮긴다.

5.3.2 0.5 N 염산 25 mL를 정확히 넣어 시계접시를 덮은 다음 수욕상에서 10분간 가열하고 식힌 다음 즉시 50 % 불화칼륨용액 25 mL를 넣는다.

5.3.3 페놀프탈레인용액 4~5방울을 넣어 0.5 N 수산화나트륨용액으로 옅은 홍색이 될 때까지 적정한다.

5.3.4 따로 정제수 25 mL를 원추형 비이커 200 mL에 취하고 4.3.2 및 4.3.3과 동일하게 조작하여 바탕시험을 행한다.

5.4 계산

$$\text{염기도(\%)} = \frac{\frac{(a' - a) \times F \times 0.0085}{17}}{\frac{\text{시료량}(g) \times E \times 0.5293}{8.994 \times 100}} \times 100$$

여기서, a' : 바탕시험에서 소비한 0.5 N 수산화나트륨용액의 양(mL)

a : 시료용액에서 소비한 0.5 N 수산화나트륨용액의 양(mL)

F : 0.5 N 수산화나트륨용액의 규정도 계수

E : 4.0에서 구한 산화알루미늄 농도(%)

0.008504 : 0.5 N 수산화나트륨용액 1 mL에 해당하는 수산기의 양(g)

17 : 수산기의 그램당량

0.5293 : 산화알루미늄 중의 알루미늄 환산계수

8.994 : 알루미늄의 그램당량

6.0 황산이온

6.1 적정법

6.1.1 개요

시료에 황산을 가하여 가열한 후, 에탄올과 질산납 용액을 가하여 발생한 황산납의 침전물을 초산암모늄-초산완충액으로 녹여, 피리딜아조나트톨구리·EDTA 지시약을 가하여 에틸렌디아민테트라아세트산이나트륨·2수화물용액으로 적정하여 황산이온의 함유량을 구한다.

6.1.2 시약

6.1.2.1 질산납용액(1.7 %)

질산납 17 g을 물에 녹여 1 L로 한다.

6.1.2.2 초산·초산암모늄완충용액

초산암모늄 15.42 g을 물 약 500 mL에 녹이고 이에 초산 35 mL를 가하고 물을 넣어 1 L로 한다. 이 용액의 pH는 약 4.2이다.

6.1.2.3 Cu-PAN 지시용액

1-(2-피리딜아조)-2-나프톨과 에틸렌디아민테트라초산디나트륨구리·4수화물($\text{EDTA-NaCu}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$)을 1 : 11.1의 질량비로 혼합한 것 1 g을 에탄올(60~70 %)에 녹여 100 mL로 하여 이 상층액을 쓴다.

6.1.2.4 EDTA 용액(0.05 M)

4.1.1.1에 따른다. 0.05 M EDTA 용액 1 mL는 황산이온 4.803 mg에 해당한다.

6.1.2.4.1 EDTA 용액(0.05 M) 표정

0.02 M 아연용액 50 mL를 300 mL 비이커에 취하여 초산암모늄·초산완충액 80 mL를 가하여

가열하고, 즉시 피리디아조나프톨구리·EDTA 지시용액 4~5 방울을 가한 후 0.05 M EDTA 용액으로 적정하여 액의 색이 적색에서 황색으로 변할 때 까지를 종점으로 한다.

$$f = \frac{50}{j} \times \frac{1}{\frac{50}{20}}$$

여기서, f : 0.05 M EDTA 용액의 규정도 계수

j : 0.05 M EDTA 용액의 사용량(mL)

6.1.3 분석절차

6.1.3.1 이 품목 약 10 g을 정확히 달아 물을 넣어 500 mL로 한다.

6.1.3.2 이 중 20 mL를 정확히 취하여 200 mL 비이커에 넣고 묽은 질산 (1:12) 2 mL를 넣고 가열한다.

6.1.3.3 물을 넣어 약 40 mL로 하고 80 ℃의 수욕 중에서 에탄올 30 mL 및 1.7 % 질산납용액 약 10 mL를 서서히 넣어 황산납의 백색침전을 생성시키고 약 10분간 보온하여 침전을 숙성시킨다.

6.1.3.4 이를 흐르는 물로 식힌 다음 정량용 건조여지(5종C)로 여과하고 20 % 에탄올 20~30 mL를 써서 비이커 및 침전물을 씻는다. 이 조작을 3회 반복한다.

6.1.3.5 침전물은 여지와 함께 위의 비이커에 넣고 초산·초산암모늄완충용액 80~100 mL를 넣어 가열하여 침전물을 완전히 녹인다.

6.1.3.6 CU-PAN 지시용액 4~5방울을 넣어 액의 온도를 80~100 ℃로 유지하면서 0.05 M EDTA용액으로 적정한다. 종말점은 액의 색이 붉은색에서 노란색으로 변하는 점으로 한다.

6.1.4 계산

다음 식에 따라 시료 중의 황산이온 농도(%)를 계산한다.

$$\text{황산이온(\%)} = \frac{0.004803 \times a \times f}{\text{시료량}(g) \times \frac{20}{500}} \times 100$$

여기서, 0.004803 : 0.05 M EDTA 용액 1 mL에 대응하는 황산이온의 질량(g)

a : 0.05 M EDTA 용액의 사용량(mL)

f : 0.05 M EDTA 용액 규정도 계수

6.2 이온크로마토그래피

6.2.1 개요

회석한 시료를 용리액과 함께 이온크로마토그래피에 주입하여 음이온교환수지컬럼을 통과한 황산이온을 분리하고 전기전도도검출기로 검출하여 황산이온 함유량을 구한다. 유효측정농도는 1,000 mg/kg 이상으로 한다.

6.2.2 기구 및 장치

6.2.2.1 이온크로마토그래프

일반적으로 이온크로마토그래프의 기본구성은 용리액 저장조, 시료주입기, 펌프, 분리관, 검출기 및 기록기로 되어 있으며 장치의 제조회사에 따라 분리관의 보호 및 감도를 높이기 위하여 분리관 전후에 보호관 및 억제기(suppressor)를 부착시킨다.

1) 펌프

분리컬럼은 매우 작은 입자로 충전되어 있어 용리액 및 시료를 고압 하에서 전개시키지 않으면 필요로 하는 유속을 얻기가 어렵다. 따라서 펌프는 150 kg/cm² ~ 350 kg/cm² 압력에서 사용할 수 있어야 하며 시간차에 따른 압력차가 크게 발생하여서는 안 된다.

2) 시료 주입부

일반적으로 미량의 시료를 사용하기 때문에 루프-밸브에 의한 주입방식이 많이 이용되며 시료 주입량은 보통 20 μL ~ 1,000 μL이다.

3) 분리컬럼

분리컬럼은 길이가 5 cm 이상인 것으로 유리 또는 에폭시 수지로 만든 관에 약 10 μm 의 암모늄 기능기 등을 갖는 음이온교환수지를 충전시킨 것을 사용한다.

4) 보호컬럼(guard column)

분리관과 같은 충전제로 충전시킨 것을 사용한다.

5) 억제기(suppressor)

억제기(suppressor)로 고용량의 양이온 교환수지를 충전시킨 컬럼형과 양이온 교환막으로 된 격막형이 있다.

6) 검출기

분석목적 및 성분에 따라 전기전도도 검출기, 전기화학적 검출기 및 광학적 검출기 등이 있으나 일반적으로 음이온 분석에는 전기전도도 검출기를 사용한다.

6.2.3 시약

6.2.3.1 정제수

증류 또는 필터과정에 의해 각 이온을 제거하고 0.2 μm 의 막을 통과시킨 물로서 0.2 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 이하의 전도도 값을 갖는 물로 한다.

6.2.3.2 억제기(suppressor)용 재생액(0.0125 M H_2SO_4)

진한 황산(sulfuric acid, H_2SO_4 , 분자량 : 98.08) 2.8 mL를 정제수를 사용하여 4 L로 한다.

6.2.3.3 용리액(0.008 M Na_2CO_3)

탄산나트륨(sodium carbonate, Na_2CO_3 , 분자량 : 105.99) 3.392 g을 물에 녹여 4 L로 한다. 용리액 준비에 사용하는 모든 정제수는 기체를 제거하여 사용하고 작동 중에는 헬륨을 불어넣어 공기의 유입을 막는 것이 좋다. 박테리아나 조류(algae) 성장을 최소화하려면 용리액을 어두운

곳에 보관하고 3일 간격으로 새로 만들어 사용한다.

6.2.3.4 용리액(1.7 mM NaHCO₃ + 1.8 mM Na₂CO₃)

탄산수소나트륨(sodium bicarbonate, NaHCO₃, 분자량 : 84.01) 0.2856 g과 탄산나트륨(sodium carbonate, Na₂CO₃, 분자량 : 105.99) 0.3816 g을 정제수에 녹여 2 L로 한다. 용리액 준비에 사용하는 모든 정제수는 기체를 제거하여 사용하고 작동 중에는 헬륨을 불어넣어 공기의 유입을 막는 것이 좋다.

6.2.3.5 황산이온 표준원액 (0.1 mg SO₄/mL)

황산칼륨을 105 °C에서 건조하여 18.14 mg을 정확히 달아 정제수에 녹여 100 mL로 하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

6.2.4 분석절차

6.2.4.1 전처리

- 1) 이 품목 약 10 g을 정확히 달아 물을 넣어 500 mL로 한다.
- 2) 이 액 5 mL를 정확히 취하여 200 mL 비이커에 넣고 물 10 mL, 질산 (1+12) 1 mL를 가하고 가열한 다음 방냉 후 100 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고 물로 표선까지 가한다.
- 3) 이 액 10 mL를 정확히 취하여 100 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고 물로 표선까지 가하여 시험용액으로 한다.
- 4) 시험용액을 0.2 μm 이하의 멤브레인 여과지로 여과한다.

6.2.4.2 검정곡선의 작성

황산이온 표준원액(0.1 mg SO₄/mL) 0.2~5 mL를 단계적으로 부피플라스크 100 mL에 취하고 각각에 물을 표선까지 가한다. 이하 6.2.4.3과 동일하게 조작하여 황산이온의 양(mg)과 봉우리 높이 혹은 봉우리 면적과의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

6.2.4.3 측정법

1) 이 액 일정량을 이온크로마토그래프에 주입하고 크로마토그램을 기록 한다.

2) 크로마토그램상의 황산이온에 상당하는 봉우리에 있어서 봉우리 높이 혹은 봉우리 면적을 구한다.

6.2.5 계산

6.2.4.2의 검정곡선으로부터 6.2.4.3의 2)에서 측정한 봉우리 높이 혹은 봉우리 면적에 상당하는 황산이온의 양(mg)을 구하며, 다음 식에 따라 시료중의 황산이온의 농도(%)를 계산한다.

$$\text{황산이온(\%)} = \frac{\text{황산이온의 양(mg)} \times \frac{1}{1,000}}{\text{시료량(g)} \times \frac{5}{500} \times \frac{10}{100}} \times 100$$

7.0 암모니아성질소

7.1 네슬러법

시료에 탄산나트륨을 가하여 알루미늄을 수산화물로 침전시켜 그 상층액에 주석산칼륨나트륨 용액 및 네슬러시액을 가하여 발색된 시료를 425 nm에서 흡광도를 측정하여 암모니아성질소 함유량을 구한다. 유효측정농도는 0.4 mg/kg 이상으로 한다.

7.1.1 시약 및 표준용액

7.1.1.2 탄산나트륨용액(3 %)

탄산나트륨 3 g을 물에 녹여 100 mL로 한다.

7.1.2.3 주석산칼륨나트륨용액

주석산칼륨나트륨 100 g을 물 200 mL에 녹인 다음 유리여과기(3G4)로 여과하고 네슬러시액 10 mL를 넣어준다. 이 용액은 갈색병에 보관하고 상층액을 사용한다.

7.1.3.4 네슬러 시액

요오드화제이수은(적색) 35 g을 물 50~70 mL에 녹이고, 요오드칼륨 25 g을 넣어 녹인 다음, 따로 수산화나트륨 200 g을 물 약 800 mL에 녹여 10 °C 이하로 식힌 액을 서서히 넣어주고 물을 넣어 1 L로 한 후 차광한 용기에 보존한다. 이 액은 상층액을 사용한다.

7.1.4.5 암모니아성질소 표준원액(0.1 mg N/mL)

염화암모늄을 데시케이터 중에 16시간 이상 방치하여 그중 0.382 g을 취하고 100 mL 비이커에 넣고 물에 녹이고 물을 넣어 1 L로 만들거나 시판용 표준용액을 사용한다.

7.1.5.6 암모니아성질소 표준용액(0.005 mg N/mL)

암모니아성질소 표준원액(0.1 mg N/mL) 5 mL를 취하고 물을 넣어 1 mL로 만든다. 이 표준액은 사용할 때 마다 조제한다.

7.1.2 분석절차

7.1.2.1 검정곡선의 작성

암모니아성질소 표준용액(0.005 mg N/mL) 0, 1~7 mL를 단계적으로 취하여 마개 있는 시험관에 넣고 물을 넣어 50 mL로 한다. 이에 주석산칼륨나트륨용액 2 mL 및 네슬러시액 1 mL를 넣은 다음 이하 7.1.2.2와 동일하게 조작하여 암모니아성질소의 양과 흡광도와의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

7.1.2.2 측정법

- 1) 이 품목 약 10 g을 정확히 달아 물을 넣어 500 mL로 한다.
- 2) 이 액 25 mL를 취하여 탄산나트륨용액(3 %) 5 mL 및 물을 넣어 100 mL로 한다.
- 3) 이 액을 조용히 흔들어 섞은 다음 정치시켜 수산화물을 침전시키고, 상층액 50 mL를 정확히 취하여 주석산칼륨나트륨 액 2 mL 및 네슬러시액 1 mL를 넣어 잘 흔들어 섞고 10분간 둔다.

4) 이 용액 일부를 흡수셀(10 mm)에 넣고 파장 425 nm 부근의 흡광도를 측정한다.

7.1.3 계산

7.1.2.1에서 작성한 검정곡선으로부터 4)에서 측정한 흡광도에 해당하는 암모니아성질소의 양 (mg)을 구하고 다음 식에 따라 암모니아성질소의 함량(%)을 구한다.

$$\text{암모니아성질소(\%)} = \frac{\text{암모니아성질소의 양}(mg)}{\text{시료량}(g) \times \frac{25}{500} \times \frac{50}{100}} \times \frac{100}{1000}$$

7.2 인도페놀법

시료에 탄산나트륨을 가하여 알루미늄을 수산화물로 침전시켜 그 상층액에 차아염소산나트륨 용액, 페놀니트로프로슈트나트륨용액을 가하여 발색된 인도페놀형 색소(청녹색)를 파장 640 nm에서 흡광도를 측정하여 암모니아성질소 함유량을 구한다. 유효측정농도는 0.4 mg/kg 이상으로 한다.

7.2.2 시약 및 표준용액

7.2.2.1 탄산나트륨용액(3 %)

탄산나트륨 3 g을 물에 녹여 100 mL로 한다.

7.2.2.2 수산화나트륨용액(1 %)

수산화나트륨 1 g을 물로 녹여 100 mL로 한다.

7.2.2.3 티오황산나트륨용액(0.05 M)

티오황산나트륨·5수화물(sodium thiosulfate pentahydrate, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, 분자량 : 248.21) 12.41 g을 정제수에 녹여 최종부피 1 L로 하여 제조한다.

7.2.2.4 페놀니트로프로슈트나트륨용액

페놀 5 g 및 니트로프루싯트나트륨 25 mg을 물에 녹여 500 mL로 한다. 차고 어두운 곳에 보존하고 1개월 내에 사용한다.

7.2.2.5 차아염소산나트륨용액(유효염소 1 g/L)

차아염소산나트륨(sodium hypochlorite, NaClO, 분자량 : 74.44) (100/c) mL (c는 유효염소농도 %) 및 수산화나트륨(sodium hydroxide, NaOH, 분자량 : 40.00) 15 g을 물에 녹여 1 L로 하며, 즉시 만들어 사용한다.

1) 유효염소농도 측정

차아염소산나트륨용액 10 mL를 200 mL 부피플라스크에 넣고 정제수를 넣어 표선까지 채운다. 이 액 10 mL를 취하여 삼각플라스크에 넣고 정제수를 넣어 약 100 mL로 한다. 요오드화칼륨 1 g ~ 2 g 및 아세트산(1 + 1) 6 mL를 넣어 밀봉하고 흔들어 섞은 다음 암소에 약 5분간 방치하고 전분용액을 지시약으로 하여 티오황산나트륨용액(0.05 M)으로 적정한다. 따로 정제수 10 mL를 취하여 바당시험을 하고 보정한다.

$$\text{유효염소(\%)} = a \times \frac{1}{V} \times 3.546$$

여기서, a : 티오황산나트륨용액(0.05 M)의 소비량(mL)

V : 차아염소산나트륨용액의 부피(mL)

7.2.2.6 암모니아성질소 표준원액(0.1 mg N/L)

7.1.2.5에 따른다.

7.2.2.7 암모니아성질소 표준용액(1 μg N/mL)

7.1.2.6에 따른다.

7.2.3 분석절차

7.2.3.1 검정곡선의 작성

암모니아성질소 표준용액(1 µg N/mL) 0, 1~10 mL를 단계적으로 취하여 마개 있는 시험관에 넣고 물을 넣어 10 mL로 한다. 이하 7.3.2.4~7.3.2.5와 동일하게 조작하여 암모니아성질소의 양과 흡광도와의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

7.2.3.2 측정법

- 1) 이 품목 약 10 g을 정확히 달아 물을 넣어 500 mL로 한다.
- 2) 이 액 25 mL를 취하여 마개 있는 실린더 100 mL에 옮겨 넣고 황산(1+35) 1.5 mL를 가하여 흔들어 섞은 후, 탄산나트륨 용액(3 %) 5 mL를 가하고 물을 표선까지 가하여 조용히 흔들어 섞는다.
- 3) 정치된 수산화물을 침전시키고 그 상층액 10 mL(0.01 mg 이하의 암모니아성질소를 함유하거나 같은 양의 암모니아성질소를 함유하도록 상층액에 물을 넣어 10 mL로 한 것)를 마개있는 시험관에 넣고 페놀니트로프로슈트나트륨용액 5 mL를 넣어 마개를 한 다음 조용히 흔들어 섞는다.
- 4) 차아염소산나트륨 용액 5 mL를 넣어 다시 마개를 하고 조용히 흔들어 섞은 후 25~30 °C에서 60분간 둔다.
- 5) 이 용액 일부를 흡수셀(10 mm)에 넣고 파장 640 nm에서 흡광도를 측정한다.

7.2.4 계산

7.2.3.1에서 작성한 검정곡선으로부터 7.2.3.2의 5)에서 측정한 흡광도에 해당하는 암모니아성질소의 양(mg)을 구하고 다음 식에 따라 암모니아성질소의 함량(%)을 구한다.

$$\text{암모니아성질소(\%)} = \frac{\text{암모니아성질소의 양}(mg)}{\text{시료량}(g) \times \frac{25}{500} \times \frac{10}{100}} \times \frac{100}{1000}$$

8.0 철

8.1 자외선/가시선 분광법

8.1.1 개요

시료에 염화히드록실아민용액을 가하여 철 이온을 제1철로 환원하여, o-페난트로린용액을 가하여 발색시켜, 파장 510 nm에서 흡광도를 측정하여 철의 함유량을 구한다. 유효측정농도는 50 mg/kg 이상으로 한다.

8.1.2 시약 및 표준용액

8.1.2.1 염화히드록실아민모늄용액(10 %)

염화히드록실아민모늄 10 g을 물에 녹여 100 mL로 한다. 이 용액은 갈색병에 보존한다.

8.1.2.2 o-페난트로린용액(1 g/L)

o-페난트로린 0.12 g을 물에 녹여 100 mL로 하거나, o-페난트로린 0.10 g을 에탄올 (95%) 20 mL에 녹여 물로 100 mL로 한다. 이 용액은 갈색병에 보존한다.

8.1.2.3 초산나트륨-초산완충용액

초산나트륨3수화물 450 g을 물 400 mL에 녹이고 여기에 초산 240 mL를 가하여 물로 1 L를 만든다.

8.1.2.4 철 표준원액(1 mg Fe/mL)

철 (99.5% 이상) 1.000 g을 정밀히 달아 100 mL 비이커에 넣고 염산 (1+1) 30 mL를 가하여 가열 용해하고 방냉 후 1 L 부피플라스크에 옮겨 넣고 물을 넣어 1 L로 한다. 또는 시판용 표준용액을 사용한다.

8.1.2.5 철 표준용액(0.01 mg Fe/mL)

철 표준원액(1 mg Fe/mL) 1 mL를 취하여 100 mL 부피플라스크에 넣고 물로 100 mL를 만든다.

8.1.2 기구 및 장치

8.1.2.1 자외선/가시선 분광광도계

8.1.3 분석절차

8.1.3.1 검정곡선의 작성

철 표준용액(10 µg Fe/mL) 0, 1~5 mL를 단계적으로 100 mL 비이커에 취하고, 염산(1+3) 3 mL 및 물을 가하여 70 mL로 하여 염화히드록실암모늄용액 1 mL를 가하여 흔들어서 혼합한다. 이하 8.1.2.2의 3), 4)와 동일하게 조작하여 철의 양 및 흡광도의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

8.1.3.2 측정법

- 1) 시료 약 2 g을 정확히 달아 물을 넣어 100 mL로 한다.
- 2) 이 용액 20 mL를 정확히 취하여 100 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고 염산 (1+3) 3 mL 및 물을 넣어 약 70 mL 되게 한 다음 염화히드록실암모늄용액 1 mL를 넣어 잘 흔들어서 섞는다.
- 3) o-페난트로린용액(1 g/L) 5 mL 및 초산나트륨-초산완충용액 15 mL를 가하고 물을 넣어 100 mL로 하여 잘 흔들어서 섞은 다음 약 20분간 정치하여 발색시킨다.
- 4) 이 용액 일부를 흡수셀(10 mm)에 넣고 파장 520 nm 에서 흡광도를 측정한다.

8.1.4 계산

8.1.3.1에서 작성한 검정곡선으로부터 8.1.3.2의 4)에서 측정한 흡광도에 해당하는 철의 양(µg)을 구하며, 다음 식으로 시료중의 철 농도(mg/kg)를 산출한다.

$$\text{철}(mg/kg) = \frac{\text{철의 양}(\mu g)}{\text{시료량}(g) \times \frac{20}{100}}$$

8.2 유도결합플라스마-원자발광분광법

8.2.1 개요

회석한 시료를 유도결합플라스마-원자발광분광법으로 파장 259.94 nm에서 발광 강도를 측정하여 철의 함유량을 구한다. 유효측정농도는 0.14 mg/kg 이상으로 한다.

8.2.1 시약 및 표준용액

8.2.1.1 진한질산

8.2.1.2 철 표준원액(1 mg Fe/mL)

철 (99.5 wt %이상) 1.000 g을 취하여 100 mL 부피플라스크에 넣고 염산 (1+1) 30 mL를 가하여 가열하고 녹이고 방냉후 1 L 부피플라스크에 옮겨 넣고 물로 표선까지 가한다. 또는 시판용 표준용액을 사용한다.

8.2.1.3 철 표준용액(0.01 mg Fe/mL)

철 표준원액(1 mg Fe/mL) 10 mL를 취하여 1 L 부피플라스크에 넣고 질산(1+1) 20 mL를 가하고 물을 넣고 1 L를 만든다.

8.2.1.4 내부표준원액(1 mg Y/mL)

산화이트륨 0.31 g을 취하여 100 mL 부피플라스크에 넣고 염산 (1+1) 3 mL와 소량의 물을 가하여 가열용해하고 방냉 후 250 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고 물로 표선까지 가한다. 또는 시판용 표준용액을 사용한다.

8.2.1.5 내부표준용액(50 µg Y/mL)

내부표준원액(1 mg Y/mL) 50 mL를 취하고 1 L 부피플라스크에 넣고 물로 표선까지 가한다.

8.2.1.6 알루미늄용액(10 mg Al/mL)

알루미늄(순도 99.99 wt% 이상) 10 g을 취하여 비이커에 넣고 상부에 시계접시로 덮고 소량의

질산(1+1)을 주의하여 가하여 가열 용해한다. 방냉 후, 이 용액에 질산(1+30)을 넣어 정확히 1 L로 한다.

8.2.2 기구 및 장치

8.2.2.1 유도결합플라스마-원자발광분광기

8.2.2.2 아르곤 가스

액화 또는 압축 아르곤으로서 99.99 v/v% 이상의 순도를 갖는 것이어야 한다.

8.2.3 분석절차

8.2.3.1 전처리

시료 약 10 g을 정확히 달아 500 mL 비이커에 넣고 물 약 100 mL 및 질산 4 mL, 내부표준 용액(50 µg Y/mL) 1 mL를 가하고 시계접시로 덮어 서서히 약 20분간 끓이고 방냉한다. 이 때 마이크로파를 이용한 유기물 분해를 이용할 수 있다.

8.2.3.2 검정곡선의 작성

철 표준용액(0.01 mg Fe/mL) 0, 0.2~5 mL를 단계적으로 200 mL 부피플라스크에 취하고 각각에 질산 2 mL, 내부표준액 10 mL, 매트릭스를 일치시키기 위해 질산 및 알루미늄의 양이 8.2.3.3의 1) 및 2)의 조작을 행한 시료와 동일하게 되도록 가한 후 물을 가하여 200 mL를 만든다. 이하 8.2.3.3의 3)과 동일하게 조작하여 발광 강도비를 구하기 위해 철의 양과 발광강도 비와의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

8.2.3.3 측정법

1) 8.2.3.1의 전처리에서 얻어진 시료를 200 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고 물을 넣어 200 mL로 만들어 이를 시험원액으로 한다.

2) 시험원액을 철의 파장 259.94 nm 및 이트륨의 파장 371.029 nm의 발광강도를 측정하여 이트륨에 대한 철의 발광 강도비를 구한다.

8.3 계산

8.2.3.2에서 작성한 검정곡선으로부터 8.2.3.3의 2)에서 얻은 발광 강도비에 상당하는 철의 양(μg)을 구하기 위해 다음 식으로 시료중의 철의 농도(mg/kg)를 계산한다.

$$\text{철}(\text{mg}/\text{kg}) = \frac{\text{철의 양}(\mu\text{g})}{\text{시료량}(\text{g})}$$

9.0 비소

9.1 자외선/가시선 분광법

시료를 염산으로 분해하고 DDTC은 흡수법으로 파장 530 nm에서 흡광도를 측정하여 비소의 함유량을 구한다. 유효측정농도는 0.08 mg/kg 이상으로 한다.

9.1.1 시약 및 표준용액

9.1.1.1 요오드화칼륨용액(150 g/L)

요오드화칼륨 15 g을 물에 녹여 100 mL로 하며 사용할 때 만든다.

9.1.1.2 염화제일주석용액

염화제일주석 2수화물 40 g을 염산 100 mL에 녹이며, 사용할 때에 만든다.

9.1.1.3 사상아연

아연으로 표준체의 체 눈 1,410 μm 에 통과되고 1,000 μm 에는 통과하지 않는 것을 사용한다.

9.1.1.4 디에틸디티오카르바민산은피리딘용액(5 g/L)

디에틸디티오카르바민산은 1 g을 피리딘 200 mL에 녹인다(이하 ‘DDTC은 피리딘 용액’ 이라 함). 차광해서 냉암소에 보전한다. 만든 후 3개월 이내에 사용한다.

9.1.1.5 초산납용액(85 g/L)

초산납3수화물 10 g에 묽은초산(1:2) 1방울을 넣고 물에 녹여 100 mL로 하고 밀전하여 보존한다.

9.1.1.6 비소 표준원액(0.1 mg As/mL)

3산화2비소(표준시약)를 미세한 분말로 하여 105~110 °C에서 3~4시간 가열한 다음 데시케이터(황산) 안에서 식힌 다음 0.132 g을 20 % 수산화나트륨용액 5 mL를 넣어 녹이고 물을 넣어 약 400 mL로 한 다음 묽은황산(1:19)으로 중화하고 물을 넣어 1 L로 하여 원액으로 한다. 또는 시판용 표준용액을 사용한다.

9.1.1.7 비소 표준용액(0.001 mg As/mL)

비소 표준원액(0.1 mg As/mL) 1 mL를 취하여 100 mL 부피플라스크에 넣고 물을 넣어 100 mL로 만든다.

9.1.2 기구 및 장치

9.1.2.1 비화수소 발생장치

9.1.2.2 자외선/가시선 분광광도계

9.1.3 분석절차

9.1.3.1 검정곡선의 작성

비소 표준용액(1 µg As/mL) 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 mL를 취하여 염산 5 mL 및 물을 넣어 약 40 mL로 하고 시험용액과 같은 방법으로 시험하여 비소의 양과 흡광도의 관계를 구한다.

9.1.3.2 측정법

1) 이 품목 약 2 g을 정확히 달아 비소시험장치의 발생병에 넣고 염산 5 mL 및 물을 넣어 약 40 mL로 한다.

2) 요오드화칼륨용액 2 mL를 넣어 2~3분간 정치시킨 다음 염화제일주석용액 1 mL를 넣어주고 섞은 다음 약 15분간 상온에서 정치시킨다. 흡수관에 유리솜을 넣고 초산납용액 2~3 mL를 넣어 준다. 흡수수기에는 DDTC은 피리딘용액 5 mL를 정확히 넣어 준 다음 발생병에 사상아연 3 g을 넣는다.

3) 즉시 장치를 연결하여 유도관의 끝이 수기의 밑부분에 오게 하여 작은 기포가 연속적으로 나오도록 조절하고 상온에서 약 1시간 방치한 다음 장치를 풀고 유도관의 내벽에 부착한 액을 수기내의 액과 잘 섞는다.

4) 이 액을 시험용액으로 하여 액층 1 cm, 파장 530 nm에서 DDTC은 피리딘용액을 대조액으로 흡광도를 측정하고, 따로 작성한 검정곡선으로부터 비소의 양(mg)을 구한다.

5) 바탕시험은 염산 5 mL 및 물을 넣어 약 40 mL로 하고, 시험용액과 같은 방법으로 시험하여 보정한다.

9.1.4 계산

9.1.3.1에 따라 작성한 검정곡선으로부터 9.1.3.2의 4)에서 측정한 흡광도에 해당하는 비소의 양(μg)을 구하여 다음 식에 따라 시료중의 비소 농도(mg/kg)를 계산한다.

$$\text{비소}(mg/kg) = \frac{\text{비소의 양}(\mu g)}{\text{시료량}(g)}$$

9.2 원자흡수분광광도법

9.2.1 개요

시료에 환원제를 가하여 비소와 발생기의 수소를 반응시켜 생성된 기체상의 수소화비소를 가열 흡수셀에 도입하여 비소를 원자화시키고 파장 193.7 nm에서 흡광도를 측정하여 비소의 함유량을 구한다. 유효측정농도는 1 mg/kg 이상으로 한다.

9.2.2 시약 및 표준용액

9.2.2.1 염산

9.2.2.2 요오드화칼륨용액(300 g/L)

요오드화칼륨 30 g을 물에 녹여 100 mL로 한다. 사용할 때 마다 조제한다.

9.2.2.3 수소화붕소나트륨용액(8 g/L)

수산화나트륨 0.5 g과 수소화붕소나트륨 8 g을 물에 녹여 1 L로 한다. 사용할 때 마다 조제한다.

9.2.2.4 비소 표준원액(0.1 mg As/mL)

3산화2비소(표준시약)를 미세한 분말로 하여 105~110℃에서 3~4시간 가열한 다음 데시케이터(황산) 안에서 식힌 다음 0.132 g을 20% 수산화나트륨용액 5 mL를 넣어 녹이고 물을 넣어 약 400 mL로 한 다음 묽은황산 (1:19)으로 중화하고 물을 넣어 1 L로 하여 원액으로 한다. 또는 시판용 표준용액을 사용한다.

9.2.2.5 비소 표준용액 (0.1 µg As/mL)

비소 표준원액(0.1 mg As/mL) 1 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 가하여 제조한다.

9.2.3 기구 및 장치

9.2.3.1 원자흡광분광광도계

9.2.3.2 광원램프

비소중공음극램프

9.2.3.3 가스

운반가스(아르곤), 연소가스(아르곤-수소) 또는 연소가스(아세틸렌-공기)

9.2.4 분석절차

9.2.4.1 검정곡선의 작성

비소 표준용액(0.1 µg As/mL) 0, 4, 8~16 mL를 단계적으로 100 mL 부피플라스크에 취하고 물을 넣어 표선까지 가하여 제조한다. 이하 9.2.4.2의 2)~3)과 동일하게 조작하여 비소의 양과 흡광도와의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

9.2.4.2 측정법

- 1) 이 품목 약 2 g을 정확히 달아 100 mL 부피플라스크에 넣고 물을 넣어 100 mL로 만든다.
- 2) 이 중 10 mL를 취하여 100 mL 비이커에 옮겨 넣고 염산 20 mL, 요오드화칼륨용액(300 g/L) 20 mL를 가한다. 100 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고 물을 넣어 100 mL를 만들고 이를 시험원액으로 한다.
- 3) 시험원액을 염산 및 수소화붕소나트륨용액(8 g/L)와 함께 비화수소발생장치에 넣어 반응시키고 생성된 비화수소를 운반가스에 의해 연속적으로 가열 흡수셀로 도입하여 파장 193.70 nm에서 발광 강도를 측정한다.

9.2.5 계산

9.2.4.2에서 작성한 검정곡선으로부터 9.2.4.3의 3)에서 측정한 흡광도에 상당하는 비소의 양(mg)을 구하고 다음과 같이 시료중의 비소농도 mg/kg)를 산출한다.

$$\text{비소의 농도(ppm)} = \frac{\text{비소의 양(mg)}}{\text{시료의 질량(g)}} \times 1000$$

9.3 유도결합플라즈마-원자발광분광법

9.3.1 개요

시료에 환원제를 가하여 비소와 발생기의 수소를 반응시켜 생성된 기체상의 수소화비소를 가열 흡수셀에 도입하여 비소를 원자화시키고 파장 193.7 nm에서 흡광도를 측정하여 비소의 함

유량을 구한다. 유효측정농도는 1 mg/kg 이상으로 한다.

9.3.2 시약 및 표준용액

8.3.2.1 진한염산

9.3.2.2 요오드화칼륨용액(30%)

요오드화칼륨 용액 30 g을 100 mL 부피플라스크에 정밀히 달아 넣은후 물 50 mL를 넣어 녹인다. 이 후 물을 표선까지 가한다.

9.3.2.3 수소화붕소나트륨(8 g/L)

수소화붕소나트륨(Na_2BH_4) 4 g과 수산화나트륨 0.5 g을 500 mL 부피플라스크에 정밀히 달아 넣은 후 물 100 mL를 가하여 녹인다. 이 후 물을 넣어 표선까지 가한다.

9.3.2.4 비소표준원액(0.1 mg As/mL)

3산화2비소(표준시약)를 미세한 분말로 하여 105~110 °C에서 3~4시간 가열한 다음 테시케이타(황산) 안에서 식힌 다음 0.132 g을 20% 수산화나트륨용액 5 mL를 넣어 녹이고 물을 넣어 약 400 mL로 한 다음 묽은황산 (1:19)으로 중화하고 물을 넣어 1 L로 하여 원액으로 한다. 또는 시판용 표준용액을 사용한다.

9.3.2.5 비소표준용액(0.01 mg As/mL)

비소 표준원액(0.1 mg As/mL) 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 넣고 정제수를 넣어 표선까지 가하여 제조한다.

9.3.3 기구 및 장치

9.3.3.1 유도결합플라즈마-원자발광분광기

9.3.3.2 아르곤 가스

액화 또는 압축아르곤으로서 99.99 v/v% 이상의 순도를 갖는 것이어야 한다.

9.3.4 분석절차

9.3.4.1 검정곡선의 작성

비소 표준용액(0.01 mg/mL) 0, 2~10 mL를 단계적으로 100 mL 부피플라스크에 취하고 이하 9.3.4.2 2)~5)와 동일하게 조작하여 비소의 양과 흡광도와의 관계선으로부터 검정곡선을 작성한다.

9.3.4.2 측정법

- 1) 시료 5 g을 정확히 달아 정제수에 녹여 100 mL로 하고 염산 15 mL를 넣어 교반을 한 후 30 % 요오드화칼륨용액 20 mL를 넣는다.
- 2) 위 용액에 정제수 넣어 100 mL 부피플라스크에 표선까지 맞춘 후 이를 시험원액으로 한다.
- 3) 시험원액을 유도결합플라즈마-원자발광분광기로 193.7 nm에서 흡광도를 측정한다.

9.3.5 계산

9.3.4.1에서 작성한 검정곡선으로부터 9.2.4.2의 3)에서 측정한 발광 강도비에 상당하는 비소의 양(μg)을 구하고 다음과 같이 시료중의 비소의 농도(mg/kg)를 산출한다.

$$\text{비소}(mg/kg) = \frac{\text{비소의 양}(\mu g)}{\text{시료의 질량}(g)}$$

10.0 납, 카드뮴, 망간

10.1 원자흡수분광광도법

10.1.1 개요

시료에 디에틸렌디티오카바민산나트륨을 가하여 킬레이트화하여 메틸이소부틸케톤으로 추출한

다. 이것을 원자흡광분석법으로 납은 283.3 nm, 카드뮴은 228.8 nm, 망간은 279.5 nm에서 흡광도를 측정하여 납, 카드뮴, 망간의 함유량을 각각 구한다. 납, 카드뮴의 유효측정농도는 각각 0.24 mg/kg, 0.012 mg/kg, 이상으로 한다.

10.1.2 시약 및 표준용액

10.1.2.1 질산 (1+1)

10.1.2.2 구연산수소이암모늄용액(50 %)

구연산수소이암모늄 50 g을 물에 녹여 100 mL로 한다.

10.1.2.3 황산암모늄용액(40 %)

황산암모늄 40 g을 물에 녹여 100 mL로 한다.

10.1.2.4 암모니아수(1+1)

10.1.2.5 DDTC 용액(5%)

N,N-디에틸디티오카르바민산나트륨3수화물 5 g을 물에 녹여 100 mL로 한다.

10.1.2.6 메틸이소부틸케톤(MIBK)

10.1.2.7 표준원액

1) 납 표준원액(0.1 mg Pb/mL)

납 (99.9% 이상) 0.1 g을 취하여 100 mL 비이커에 옮겨 넣고 질산(1+1) 20 mL를 가하여 녹여 가열하고 질소산화물을 추출한 후 방냉하고 1 L 부피플라스크에 넣고 물로 표선까지 가한다. 또는 시판용 표준용액을 사용한다.

2) 카드뮴 표준원액(0.1 mg Cd/mL)

카드뮴(99.9wt% 이상) 0.1 g을 취하여 100 mL 비이커에 옮겨 넣고 질산 (1+3) 40 mL를 가하

여 녹여 가열하고 질소산화물을 추출한 후 방냉하고 1 L 부피플라스크에 넣고 물로 표선까지 가한다. 또는 시판용 표준용액을 사용한다.

3) 망간 표준원액(0.1 mg Pb/mL)

망간 (99.9% 이상) 0.1 g을 취하여 100 mL 비이커에 옮겨 넣고 질산 (1+1) 20 mL를 가하여 녹여 가열하고 질소산화물을 추출한 후 방냉하고 1 L 부피플라스크에 넣고 물로 표선까지 가한다. 또는 시판용 표준용액을 사용한다.

10.1.2.8 혼합표준용액(0.001 mgCd/mL, 0.01 mg Pb/mL, 0.01 mg Mn/mL)

500 mL 부피플라스크에 질산 (1+12) 약 300 mL를 취하고 카드뮴 표준원액(0.1 mg Cd/mL) 5 mL, 납 표준원액(0.1 mg Pb/mL) 50 mL, 망간 표준원액(0.01 mg Mn/mL) 50 mL를 각각 부피플라스크에 넣고 질산(1+12)으로 표선까지 가하여 제조한다.

10.1.3 기구 및 장치

10.1.3.1 원자흡수분광광도계

10.1.3.2 램프

납중공음극램프, 카드뮴중공음극램프, 망간중공음극램프

10.1.3.3 pH 미터

10.1.3.4 분별깔때기깔때기

호칭 용량 200 mL로 70 mL에 표선이 있는 것

10.1.4 분석절차

10.1.4.1 검정곡선의 작성

혼합표준액(0.001 mg Cd/mL, 0.01 mg Pb/mL, 0.01 Mn/mL) 0, 1~10 mL를 단계적으로 취하여 물을 가하여 약 30 mL로 한다. 이하 9.1.4.3 2)~4)와 동일하게 조작하여 납, 카드뮴, 망간의

양과 흡광도와의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

10.1.4.2 측정법

- 1) 시료 약 5~10 g을 정확히 달아 300 mL 비이커에 넣고 물 약 30 mL, 질산 1 mL를 가하여 시계접시로 덮고 약 1분간 끓이고 방냉한다. 이 때 마이크로파를 이용한 유기물 분해를 이용할 수 있다.
- 2) 50% 구연산수소이암모늄용액 3 mL 및 40% 황산암모늄용액 15 mL를 가하여 암모니아수 (1+1) 혹은 염산 (1+3)으로 pH를 5.0~5.2로 하여 5% DDTC 용액 6 mL를 가하여 혼합한다.
- 3) 3분간 정치한 후, 분별깔때기에 옮겨 넣고 물을 넣어 70 mL로 만든다. 여기에 MIBK 30 mL를 가하여 2분간 흔들여 섞은 후, 약 10분간 정치하고 수층을 버려 MIBK 층을 시험용액으로 한다.
- 4) 이 시험용액에 대하여 납은 283.3 nm, 카드뮴은 228.8 nm에서 흡광도를 측정한다.

10.1.5 계산

10.1.4.1에서 작성한 검정곡선으로부터 10.1.4.2의 4)에서 측정한 흡광도에 해당하는 납, 카드뮴, 망간의 양(μg)을 구하여 다음 식에 따라 시료중의 납, 카드뮴, 망간의 농도(mg/kg)를 구한다.

$$\text{납}(\text{mg}/\text{kg}) = \frac{\text{납의 양}(\mu\text{g})}{\text{시료의 질량}(\text{g})}$$

$$\text{카드뮴}(\text{mg}/\text{kg}) = \frac{\text{카드뮴의 양}(\mu\text{g})}{\text{시료의 질량}(\text{g})}$$

$$\text{망간}(\text{mg}/\text{kg}) = \frac{\text{망간의 양}(\mu\text{g})}{\text{시료의 질량}(\text{g})}$$

10.2 유도결합플라스마-원자발광분광법

10.2.1 개요

시료를 회석한 산에 용해하고 유도결합플라즈마-원자발광분광법으로 납은 220.353 nm, 카드뮴은 226.502 nm, 망간은 257.610 nm에서 발광강도를 측정하고 내부표준법으로 납과 카드뮴, 망간의 함유량을 구한다. 납, 카드뮴, 망간의 유효측정농도는 0.80 mg/kg, 0.08 mg/kg, 0.04 mg/kg 이상으로 한다.

10.2.2 시약 및 표준용액

10.2.2.1 질산용액(1+1)

10.2.2.2 내부표준원액(1 mg Y/mL)

산화이트륨 0.31 g을 취하여 100 mL 비이커에 넣고 염산 3 mL와 소량의 물을 가하여 가열 용해하고 방냉 후, 250 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고 물을 가하여 250 mL로 만든다. 냉암소에 보관한다.

10.2.2.3 내부표준용액(50 µg Y/mL)

내부표준원액 50 mL를 취하여 1 L 부피플라스크에 넣고 물을 넣어 1 L로 만든다.

10.2.2.4 혼합표준용액(0.005 mg Pb/mL, 0.001 mg Cd/mL, 0.01 mg Mn/mL)

10.1.2.8의 납 표준원액(0.1 mg Pb/mL) 25 mL, 카드뮴 표준원액(0.1 mg Cd/mL) 5 mL, 망간 표준원액(0.1 mg Mn/mL) 50 mL를 각각 취하여 500 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고 물로 500 mL를 만든다. 사용할 때마다 조제한다.

10.2.3 기구 및 장치

10.2.3.1 유도결합플라즈마-원자발광분광기

10.2.3.2 아르곤 가스

액화 또는 압축아르곤으로서 99.99 v/v% 이상의 순도를 갖는 것이어야 한다.

10.2.4 분석절차

10.2.4.1 전처리

1) 이 품목 약 10 g를 정확히 달아 500 mL 비이커에 넣고 물 50~80 mL, 질산 4 mL, 내부표준액 1 mL를 넣고 시계접시로 덮어 20분간 끓이고 방냉한 후 200 mL 비이커에 옮겨 넣는다. 이 때 마이크로파를 이용한 유기물 분해를 이용할 수 있다.

2) 물을 넣어 200 mL로 만들고 균질한 시료가 되도록 혼합하여 이를 시험원액으로 한다.

10.2.4.2 검정곡선의 작성

혼합표준용액(5 µg Pb/mL, 1 µg Cd/mL, 10 µg Mn/mL) 0, 1~10 mL를 단계적으로 200 mL 부피플라스크에 취하여 각각에 질산 2 mL 및 내부표준액 10 mL를 가하여 물을 넣어 200 mL로 만든다. 이하 2)와 동일하게 조작하여 발광강도비를 구하여 납, 카드뮴, 망간의 양과 발광강도비와의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

10.2.4.3 측정법

시험원액을 납의파장 220.353 nm, 카드뮴은 226.502 nm, 망간은 257.610 nm, 이트륨 파장 371.029 nm 각각의 발광강도를 측정하여 이트륨에 대한 납의 발광 강도비를 구한다.

10.2.5 계산

10.2.4.2에서 작성한 검정곡선으로부터 10.2.4.3에서 측정한 발광 강도비에 해당하는 납, 카드뮴, 망간의 양(µg)을 구하고 다음과 같이 시료중의 납, 카드뮴, 망간의 농도(mg/kg)를 산출한다.

$$\text{납}(mg/kg) = \frac{\text{납의 양}(\mu g)}{\text{시료의 질량}(g)}$$

$$\text{카드뮴}(mg/kg) = \frac{\text{카드뮴의 양}(\mu g)}{\text{시료의 질량}(g)}$$

$$\text{망간}(mg/kg) = \frac{\text{망간의 양}(\mu g)}{\text{시료의 질량}(g)}$$

11.0 크롬

11.1 자외선/가시선 분광법

11.1.1 개요

황산으로 시료중의 크롬을 분해하고 디페닐카르바지드 용액으로 반응시켜 540 nm 부근의 흡광도를 측정하여 크롬의 함유량을 구한다. 유효측정농도는 0.2 mg/kg 이상으로 한다.

11.1.2 시약 및 표준용액

11.1.2.1 황산용액(1+15)

11.1.2.2 에탄올(95%)

11.1.2.3 과망간산칼륨용액(0.3%)

11.1.2.4 인산용액(1:5)

11.1.2.5 요소용액(20%)

11.1.2.6 디페닐카르바지드용액

디페닐카르바지드 0.1 g에 에탄올 50 mL를 넣고 녹이고 물을 넣어 100 mL로 한다. 1주일 이내에 사용한다.

11.1.2.7 크롬 표준원액(0.1 mg Cr/mL)

디크롬산칼륨(potassium dichromate, $K_2Cr_2O_7$)을 150 °C에서 약 1시간 가열하고 데시케이터 중에서 방냉한다. 이 중 0.283 g을 취하여 100 mL 비이커에 옮겨 넣고, 소량의 물로 녹이고 1 L 부피플라스크에 옮겨 넣고 질산(1+60)을 넣어 1 L를 만든다.

11.1.2.8 크롬 표준용액(0.01 mg Cr/mL)

크롬 표준원액(0.1 mg Cr/mL) 100 mL를 취하여 1 L 부피플라스크에 옮겨 넣고 질산 (1+1) 20 mL를 가하고 물을 넣어 1 L를 만든다.

11.1.3 분석절차

11.1.3.1 검정곡선의 작성

크롬 표준용액(0.01 mg Cr/mL) 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 mL를 취하여 물을 넣어 25 mL로 하고, 묽은황산(1:15) 5 mL 및 0.3% 과망간산칼륨용액 2~3 mL씩 넣어 시험용액과 같은 방법으로 시험한 다음 크롬의 양과 흡광도와의 관계를 구한다.

11.1.3.2 측정법

- 1) 이 품목 약 10 g을 정확히 달아 300 mL 비이커에 넣고 물 20 mL를 넣어 흐르는 물로 식히면서 묽은황산 (1:1) 15 mL를 서서히 넣는다.
- 2) 95% 에탄올 0.5 mL를 넣어 수욕상에서 약 1시간 가열하여 식힌 다음 질산 2.5 mL를 넣고 모래중탕 위에서 서서히 가열하여 황산의 흰 연기가 발생하여 거의 건고되면 가열을 멈춘다.
- 3) 물 10~20 mL를 조심스럽게 넣어 녹이고, 다시 모래중탕 위에서 가열하여 황산의 흰 연기가 발생하고 거의 건고하게 되면 가열을 멈춘다. 이 조작을 1회 더 반복한다.
- 4) 물 50 mL 및 묽은황산 (1:15) 20 mL를 넣고 끓인 다음 식혀서 100 mL 부피플라스크에 옮기고 물을 넣어 100 mL로 한다.
- 5) 이때 액이 혼탁하면 여과하고 이 액 25 mL를 정확히 취하여 0.3% 과망간산칼륨용액 2~3 mL를 넣고 5분간 가열하여도 색이 소실되지 않으면 여기에 20% 요소용액 10 mL를 넣어 흔들면서 10 % 아질산나트륨 용액을 분홍색이 없어질 때까지 한 방울씩 적가한다. (이때 아질산나트륨용액이 과잉이 되지 않도록 주의한다).
- 6) 묽은인산 (1:5) 0.5 mL를 넣어 끓여서 식힌 다음 50 mL 부피플라스크에 옮기고 디페닐카르바지드용액 1 mL를 넣은 물을 넣어 50 mL로 만든다.
- 7) 5분간 정치시킨 다음 이용액을 시험용액으로 하여 액층 1 cm, 파장 540 nm 부근의 흡광도를 측정하고, 따로 작성한 검정곡선으로부터 크롬의 양(mg)을 구한다.

8) 바탕시험은 물 25 mL, 묽은황산 (1:15) 5 mL 및 0.3% 과망간산칼륨용액 2~3 mL를 넣고 시험용액과 같은 방법으로 시험하여 보정한다.

11.1.4 계산

11.1.3.1에서 작성한 검정곡선으로부터 11.1.3.2의 7)에서 측정된 발광 강도에 해당하는 크롬의 양(μg)을 구하고 다음과 같이 크롬의 농도(mg/kg)를 산출한다.

$$\text{크롬}(\text{mg}/\text{kg}) = \frac{\text{크롬의양}(\mu\text{g})}{\text{시료량}(\text{g}) \times \frac{25}{100}}$$

11.2 유도결합플라스마-원자발광분광법

11.2.1 개요

시료를 희석한 산에 용해하고 크롬함량을 크롬의 파장 267.716 nm에서 발광강도를 측정하고 내부표준법으로 크롬의 함유량을 구한다. 유효측정농도는 0.14 mg/kg 이상으로 한다.

11.2.2 시약

11.2.2.1 질산용액(1+1)

11.2.2.2 내부 표준원액(1 mg Y/mL)

산화이트륨 0.31 g을 취하여 100 mL 비이커에 넣고 염산 3 mL와 소량의 물을 가하여 가열 용해하고 방냉 후, 250 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고 물을 가하여 250 mL로 만든다. 냉암소에 보관한다. 또는 시판용 표준용액을 사용한다.

11.2.2.3 내부 표준용액(50 μg Y/mL)

내부표준원액 50 mL를 취하여 1 L 부피플라스크에 넣고 정제수를 넣어 표선까지 가한다.

11.2.2.4 크롬 표준원액(0.1 mg Cr/mL)

용량분석 표준물질 2크롬산칼륨을 150 °C에서 약 1시간 가열하고 데시케이터 중에서 방냉한다. 이중 0.283 g을 취하여 100 mL 비이커에 옮겨 넣고, 소량의 물로 녹이고 1 L 부피플라스크에 옮겨 넣고 질산 (1+60)을 넣어 물로 표선까지 가한다.. 또는 시판용 표준용액을 사용한다.

11.2.2.5 크롬 표준용액(10 µg Cr/mL)

크롬 표준원액(0.1 mg Cr/mL) 10 mL를 취하여 100 mL 부피플라스크에 넣고 물을 넣어 100 mL를 만든다.

11.2.3 기구 및 장치

11.2.3.1 유도결합플라즈마-원자발광분광기

11.2.3.2 아르곤 가스

액화 또는 압축아르곤으로서 99.99 v/v% 이상의 순도를 갖는 것이어야 한다.

11.2.4 분석절차

11.2.4.1 전처리

1) 이 품목 약 10 g를 정확히 달아 500 mL 비이커에 넣고 물 100 mL, 질산 4 mL를 넣고 시계접시 덮개로 덮어 20분간 끓이고 방냉한 후 200 mL 비이커에 옮겨 넣는다. 이 때 마이크로파를 이용한 유기물 분해를 이용할 수 있다.

2) 내부표준액 1 mL와 물을 넣어 200 mL로 만들고 균질한 시료가 되도록 혼합하여 이를 시험원액으로 한다.

11.2.4.2 검정곡선의 작성

크롬 표준용액(10 µg Cr/mL) 0, 0.2~10 mL를 단계적으로 100 mL 부피플라스크에 취하여 각각에 질산 2 mL 및 내부표준액 10 mL를 가하여 물을 넣어 200 mL로 만든다. 이하 11.2.4.3과 동일하게 조작하여 발광강도비를 구하여 크롬의 양(µg)과 발광강도비와의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

11.2.4.3 측정법

시험원액을 크롬의 파장 267.716 nm 및 이트륨 파장 371.029 nm 각각의 발광강도를 측정하여 이트륨에 대한 크롬의 발광 강도비를 구한다.

11.2.5 계산

11.2.4.2에서 작성한 검정곡선으로부터 11.2.4.3서 측정한 발광강도비에 상당하는 크롬의 양(μg)을 구하고 다음과 같이 크롬의 농도(mg/kg)를 산출한다.

$$\text{크롬}(\text{mg}/\text{kg}) = \frac{\text{크롬의 양}(\mu\text{g})}{\text{시료의 질량}(\text{g})}$$

12.0 수은

12.1 개요

시료에 염화주석 2수화물을 가하여 수은화합물을 금속으로 환원하여 253.7 nm에서 흡광도를 측정하여 수은 함유량을 구한다. 유효측정농도는 0.0125 mg/kg 이상으로 한다.

12.2 시약 및 표준용액

12.2.2 디디존사염화탄소용액(0.01 W/V %)

12.2.2.1 디티존 0.111 g을 정제사염화탄소 400 mL에 잘 저어 주면서 녹이고 여과한다. 이 용액을 분별깔때기에 옮겨 암모니아수 (1+100) 400 mL를 넣어 흔들어 섞어 디티존 수층에 옮기고 정치하여 사염화탄소층을 분리한다.

12.2.2.2 수층에 정제사염화탄소 50 mL를 넣어 흔들어 씻어주고 정치한다. 사염화탄소층을 분리하고 사염화탄소층이 옅은 녹색이 될 때까지 수층을 반복하여 씻는다.

12.2.2.3 수층에 정제사염화탄소 500 mL와 염산 (1+10) 50 mL를 넣어 흔들어 섞고 디티존을 사염화탄소층에 옮기고 정치하여 사염화탄소층을 분리한다. 수층에는 정제사염화탄소 50 mL를

넣어 흔들어 섞고 나머지 디티존을 추출하고 정치하여 전체 사염화탄소층을 합하고 정제사염화탄소를 넣어 1 L로 하여 착색병에 넣어 아황산수(포화) 100 mL를 넣어 표면을 덮고 10 °C 이하의 냉암소에서 보존한다.

12.2.2 염산히드록실아민용액(20 W/V%)

염산히드록실아민 20 g을 물에 녹여 100 mL로 한 다음 분별깔때기에 옮기고 0.01 % 디티존사염화탄소용액 10 mL를 넣어 흔들어 준 다음 분리된 사염화탄소층을 버린다. 이 조작을 디티존용액의 색이 그 고유의 녹색을 유지할 때까지 반복한다.

12.2.3 염화제일주석용액

염화제일주석 2수화물 10 g에 묽은황산 (1:10) 60mL를 넣어 녹인 다음 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 용액은 사용할 때마다 조제한다.

12.2.4 수은 표준원액(0.1 mg Hg/mL)

염화수은(II) 0.135 g을 정확히 부피플라스크에 취하고 질산 (2+15) 100 mL에 녹여 물을 가하여 1 L로 하며 이 용액은 갈색병에 넣어 보존한다. 또는 시판용 표준용액을 사용한다.

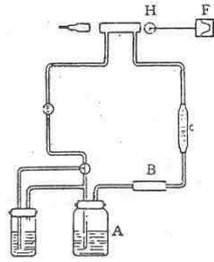
12.2.5 수은 표준용액(0.0001 mgHg/mL)

수은 표준원액(0.1 mgHg/mL) 1 mL를 취하여 1 L 부피플라스크에 옮겨 넣고 질산 1 mL 및 물을 가하여 1 L로 한다. 이 용액은 사용할 때마다 조제한다.

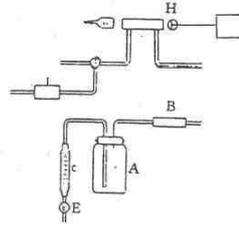
12.3 기구 및 기기

12.3.1 원자흡광광도계 및 수은 증공음극램프

12.3.2 수은 환원기화 장치



〈밀폐식 환원기화 장치〉



〈개방식 환원기화 장치〉

그림 1. 수은 환원기화장치

여기서, A : 환원용기(300~350 mL의 유리병)

B : 건조관(입상의 과염소산 마그네슘 또는 염화칼슘으로 충전한 것)

C : 유량계(0.5~5 L/min의 유량측정이 가능한 것)

D : 흡수셀(길이 10~30 cm 석영제)

E : 송기펌프(0.5~3 L/min의 송기 능력이 있는 것)

F : 기록계

H : 측광부

I : 세척병(또는 수은제거 장치)

G : 수은 중공음극램프

12.3.3 환류냉각기가 부착된 플라스크

12.4 분석절차

12.4.1 검정곡선의 작성

수은 표준용액(0.01 $\mu\text{g Hg/mL}$) 0, 1~20 mL를 단계적으로 취하여 환원용기에 넣고 각각에 물을 넣어 150 mL로 한다. 이하 12.4.2.3~12.4.2.5와 동일하게 조작하여 수은의 양과 흡광도와의 관계를 구한다.

12.4.2 측정법

12.4.2.1 이 품목 약 4 g을 정확히 달아 환류냉각기가 부착된 200 mL 분해플라스크에 넣고 물 100 mL, 질산 10 mL, 과망간산칼륨 1 g을 가하여 조용히 흔든 후 수욕 중에서 1시간 가열한다. 증류수를 넣어 100 mL로 한다.

12.4.2.2 만약 이 사이에 과망간산칼륨의 색이 없어진다면 액온을 약 40℃ 이하까지 내린 다음 과망간산칼륨 1 g을 넣고 다시 가열하여 과망간산칼륨의 색이 10분 이상 지속될 때까지 이 조작을 반복한다.

12.4.2.3 가열 처리 후 냉각하여 환원용기에 옮겨 넣고 물을 넣어 150 mL로 한다. 용액을 흔들어서 염화히드록실아민용액(200 g/L)을 가하고 과망간산칼륨의 색을 소멸시킨다.

12.4.2.4 묽은황산(1:3) 10 mL를 가하여 혼합하고 염화제일주석용액 10 mL를 가하고 곧바로 환원기화장치에 연결한다.(개방송기방식의 경우에는 분별깔때기의 통기관에 각각 콕크를 부착하여 황산(1+3) 10 mL 및 염화제일주석 10 mL를 가하여 밀봉하여 2분간 세게 흔들어 쉬고 분별깔때기내의 공기 중의 수은증기가 평행에 도달한 후, 송기장치에 연결한다.) 송기펌프를 작동하여 공기를 순환시켜 기기분석법에 따라 수은 증공음극램프를 이용하여 파장 253.7 nm의 흡광도를 측정한다.

12.4.2.5 바탕시험으로 환원용기에 물 150 mL를 취하여 12.4.2.1~12.4.2.4와 동일하게 조작하여 얻은 흡광도에 따라 시료의 흡광도를 보정한다.

12.5 계산

12.4.1에 의해 작성한 검정곡선으로부터 다음과 같이 이 품목 중의 수은 농도(mg/kg)를 산출한다.

$$\text{수은}(mg/kg) = \frac{\text{수은의 양}(\mu g)}{\text{시료량}(g)}$$

2. 황산알루미늄

2013

(Aluminum Sulfate : $[Al_2(SO_4)_3 \cdot H_2O]$)

<성분규격 기준>

| 구 분 | 고 형 | 액 체 |
|-------------------------|---|------------------------------|
| 성상 | 이 품목은 광택이 있는 편상 또는 결정성 파편으로 된 백색의 분말이다. | 이 품목은 무색 내지 옅은 황갈색의 투명한 액체이다 |
| 확인시험 | 확인시험법에 따라 시험할 때 적합하여야 한다. | |
| pH | 3.0 이상 | 3.0 이상 |
| 물불용물 | 0.3% 이하 | - |
| 산화알루미늄 (Al_2O_3) | 16.0%이상 | 8.0% 이상 |
| 암모니아성질소 (NH_3-N) | 0.03%이하 | 0.01% 이하 |
| 철(Fe) | 1.0%이하 | 0.3% 이하 |
| 비소(As) | 20 mg/kg 이하 | 10 mg/kg 이하 |
| 납(Pb) | 20 mg/kg 이하 | 10 mg/kg 이하 |
| 카드뮴(Cd) | 4 mg/kg 이하 | 2 mg/kg 이하 |
| 크롬(Cr) | 20 mg/kg 이하 | 10 mg/kg 이하 |
| 망간(Mn) | 50 mg/kg 이하 | 25 mg/kg 이하 |
| 수은(Hg) | 0.4 mg/kg 이하 | 0.2 mg/kg 이하 |

1.0 확인시험

이 품목의 수용액(1→20)은 제3장 확인시험법 중 1.1 알루미늄염 및 1.4 황산염의 반응을 나타낸다.

2.0 pH

고형 시료 1 %, 액체 시료 2% 수용액의 pH 값을 유리 전극법으로 측정한다.

3.0 물불용물

3.1 개요

시료를 물에 녹여 유리여과기로 여과하고 잔류물질을 건조하여 무게를 달아 불용분을 구한다.

3.2 기구 및 장치

3.2.1 도가니형 유리여과기(1G4)

3.2.2 데시케이터

3.3 분석절차

3.3.1 이 품목 약 10 g을 정확히 달아 물 약 100 mL에 녹인 후 미리 무게를 단 도가니형 유리여과기(1G4)로 여과한다.

3.3.2 여액이 황산이온의 반응을 나타내지 않을 때까지(염화바륨 용액과 반응하여 백색 침전이 생기지 않을 때 까지) 물로 씻는다.

3.3.3 잔류물을 유리여과기와 같이 100~105 °C에서 1시간 건조한 다음 데시케이터 안에서 식히고 칭량한다.

3.4 계산

$$\text{물 불용물(\%)} = \frac{\text{질량의 차}(g)}{\text{시료의 무게}(g)} \times 100$$

4.0 산화알루미늄

4.1 적정법

4.1.1 개요

시료를 질산 처리하고 중합알루미늄을 알루미늄이온으로 하여 과잉의 에틸렌디아민4초산2수소2나트륨용액을 가하여 킬레이트를 생성시킨 후 크실레놀오렌지용액을 가하여 아연용액으로 역적정하여 산화알루미늄의 함유량을 구한다.

4.1.2 시약 및 표준용액

4.1.2.1 EDTA용액(0.05 M)

에틸렌디아민4초산2수소2나트륨2수화물 18.61 g을 취하여 물 1,000 mL를 가하여 용해한 후 폴리에틸렌 기밀용기에 넣어 보관한다.

4.1.2.2 초산나트륨완충용액

초산나트륨 3수화물 272 g을 물에 녹여 1 L로 한다.

4.1.2.3 크실레놀오렌지용액(0.1%)

크실레놀오렌지 0.1 g을 물에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.2.4 알루미늄 표준원액(0.1 mg Al/mL)

알루미늄(순도 99.99% 이상) 1.000 g을 취하여 100 mL 비이커에 넣고 소량의 질산 (1+1)을 주의하여 가하고 가열 용해한다. 방냉후 용액을 1 L 부피플라스크에 넣고 질산(1+30)을 표선까지 가한다. 또는 시판용 표준용액을 사용한다.

4.1.2.5 아연용액(0.02 M)

아연(표준시약) 1.308 g을 정밀히 달아 100 mL 비이커에 넣고 소량의 물과 염산 6~7 mL를

넣어 가운 용해한다. 이것을 수욕상에서 거의 건고할 때까지 농축하고 식힌 다음 물을 넣어 1 L로 한다.

1) 아연용액(0.02 M) 표정

비이커 200 mL에 0.05M EDTA 용액 20 mL를 취하여 질산(1+12) 2 mL를 가하여 이하 4.1.3.3~4.1.3.5의 조작을 하여, 이때 0.02M 아연용액의 사용량 (mL)을 a_1 으로 한다. 다른 200 mL 비이커에 알루미늄 표준용액 (1 mg Al/mL) 20 mL 및 0.05M EDTA 용액 20 mL를 취하여 질산 (1+12) 2 mL를 가하여 시계 접시로 덮고 1분간 끓이고 방냉하고 이하 4.1.3.3~4.1.3.5의 조작을 하여 이때 0.02M 아연 용액의 사용량(mL)을 a_2 로 한다.

다음 식으로 0.02M 아연 용액 1 mL에 상당하는 알루미늄의 양(g)을 산출한다.

$$f_1 = \frac{0.001 \times 20}{a_1 - a_2}$$

여기서, f_1 : 0.02 M 1 mL에 상당하는 알루미늄 양(g)

4.1.3 분석절차

4.1.3.1 이 품목 고형은 5 g, 액체는 10 g을 정밀히 달아 200 mL 비이커에 넣고 물 약 100 mL를 가하여 녹인다. 필요하다면 여과하고 500 mL 비이커에 옮겨 넣어 물을 넣고 500 mL로 한다.

4.1.3.2 이 액 20 mL를 취하여 200 mL 삼각플라스크에 넣고 0.05 M EDTA 용액 20 mL를 정확히 넣은 후 1분간 끓이고 방냉한다.

4.1.3.3 초산나트륨완충액 약 10 mL 및 0.1 % 크실레놀오렌지용액 2~5방울을 넣는다.

4.1.3.4 0.02 M 아연용액으로 적정하여 용액의 색이 옅은 적색이 될 때 까지 적정한다.

4.1.3.5 따로 정제수를 20 mL 취하여 4.1.3.2~4.1.3.4와 같은 방법으로 바탕시험을 한다.

4.1.4 계산

$$\text{산화알루미늄(\%)} = \frac{0.00102 \times (a' - a)}{\text{시료량(g)} \times \frac{20}{500}} \times 100 - (b \times 0.9128)$$

여기서, a' : 바탕시험에서 소비한 0.02M 아연용액의 양(mL)

a : 시험용액에서 소비한 0.02M 아연용액의 양(mL)

b : 철의 양(%)

4.2 유도결합플라즈마-원자발광분광법

고형은 5 g, 액체는 10 g을 정밀히 달아 폴리염화알루미늄의 4.2에 따라서 시험한다. 유효측정농도는 고형은 20 mg/kg, 액체는 10 mg/kg 이상으로 한다.

5.0 암모니아성질소

고형은 약 5 g, 액체는 약 10 g을 정밀히 달아 물을 넣고 500 mL로 하여 폴리염화알루미늄의 6.0에 따라 시험한다. 유효측정농도는 고형은 0.8 mg/kg, 액체는 0.4 mg/kg 이상으로 한다.

6.0 철

6.1 자외선/가시선 분광법

이 품목을 고형은 5 g, 액체는 10 g을 정밀히 달아 100 mL 비이커에 넣고 물 30 mL를 가하여 녹인 후 500 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고 물을 넣어 500 mL로 한다. 이 용액 20 mL를 정확히 취하여 이하는 폴리염화알루미늄의 7.1.2.2에 따라서 시험한다. 유효측정농도는 고형 50 mg/kg, 액체는 50 mg/kg 이상으로 한다.

6.2 유도결합플라즈마-원자발광분광법

폴리염화알루미늄의 7.2에 따른다. 다만, 고형의 경우 시료량은 약 1 g으로 한다. 유효측정농도

는 고형 1.4 mg/kg, 액상은 0.14 mg/kg 이상으로 한다.

7.0 비소

7.1 자외선/가시선 분광법

폴리염화알루미늄의 9.1에 따른다. 다만, 고형의 경우 시료량은 약 1 g으로 한다. 유효측정농도는 고형은 0.16 mg/kg, 액체는 0.08 mg/kg 이상으로 한다.

7.2 원자흡수분광광도법

폴리염화알루미늄의 9.2에 따른다. 다만, 고형의 경우 시료량은 약 5 g으로 한다. 유효측정농도는 고형은 1 mg/kg, 액체는 2.5 mg/kg 이상으로 한다.

7.3 유도결합플라스마-원자발광분광법

폴리염화알루미늄의 9.3에 따른다. 다만, 고형의 경우 시료량은 약 1 g으로 한다. 유효측정농도는 고형은 1 mg/kg, 액체는 5 mg/kg 이상으로 한다.

8.0 납, 카드뮴, 망간

8.1 원자흡수분광광도법

폴리염화알루미늄의 10.1에 따른다. 납, 카드뮴, 망간의 유효측정농도는 고형은 0.24 mg/kg, 0.012 mg/kg, 0.03 mg/kg 이상이며 액상은 0.8 mg/kg, 0.08 mg/kg, 0.04 mg/kg 이상으로 한다.

8.2 유도결합플라스마-원자발광분광법

폴리염화알루미늄의 10.2에 따른다. 다만, 고형의 경우 시료량은 약 1 g으로 한다. 납, 카드뮴, 망간의 유효측정농도는 고형일 경우 8 mg/kg, 0.8 mg/kg, 0.4 mg/kg이며 액체일 경우 0.8

mg/kg, 0.08 mg/kg, 0.04 mg/kg 이상으로 한다.

9.0 크롬

9.1 자외선/가시선 분광법

폴리염화알루미늄의 11.1.에 따른다. 유효측정농도는 고형은 0.2 mg/kg, 액체는 0.2 mg/kg 이상으로 한다.

9.2 유도결합플라스마-원자발광분광법

폴리염화알루미늄의 10.2에 따른다. 다만, 고형의 경우 시료량은 약 1 g으로 한다. 유효측정농도는 고형은 0.14 mg/kg, 액체는 0.14 mg/kg 이상으로 한다.

10.0 수은

폴리염화알루미늄의 12.0 수은에 따른다. 다만, 고형의 경우 시료량은 약 2 g, 액체는 약 4 g으로 한다.

3. 알긴산나트륨

2013

(Sodium Alginate)

<성분규격 기준>

| 구 분 | 제 1 호 | 제 2 호 |
|---------|--------------------------|--------------|
| 성상 | 이 품목은 백·황색의 분말이다. | |
| 확인시험 | 확인시험에 따라 시험할 때 적합하여야 한다. | |
| 알긴산나트륨 | 90 % 이상 | 25 % 이상 |
| 산불용성회분 | 2 % 이하 | 5 % 이하 |
| 건조감량 | 15 % 이하 | 15 %이하 |
| 비소(As) | 5 mg/kg 이하 | 30 mg/kg 이하 |
| 납(Pb) | 20 mg/kg 이하 | 20 mg/kg 이하 |
| 카드뮴(Cd) | 10 mg/kg 이하 | 10 mg/kg 이하 |
| 수은(Hg) | 0.2 mg/kg 이하 | 0.2 mg/kg 이하 |

1.0 확인시험

이 품목 0.5 g에 물 50 mL를 소량씩 흔들며 주면서 넣은 다음 60~70 °C에서 가끔 흔들며 주면서 20분간 가온하여 균등한 액으로 한 것을 시험용액으로 하여 다음의 시험을 한다.

1.1.1 시험용액 5 mL에 염화칼슘용액(3:40) 1 mL를 넣으면 곧 젤리모양의 침전이 생긴다.

1.1.2 시험용액 10 mL에 묽은 황산(1:20) 1 mL를 넣으면 곧 젤리모양의 침전이 생긴다.

1.1.3 시험용액 1 mL에 황산암모늄포화용액 1 mL를 넣으면 침전이 생성되지 아니한다.

2.0 알긴산나트륨

2.1 개요

시료를 희석하고 메틸글리콜치토산 용액과 톨루이딘블루용액으로 발색시키고 폴리비닐황산칼륨용액으로 적정하여 알긴산나트륨의 양을 구한다.

2.2 시약

2.2.1 메틸글리콜치토산용액(0.005 N)

메틸글리콜치토산 3 g을 약 60 °C의 물 200 mL에 녹이고 불용성물질을 여지 3중으로 여과한 다음 물을 넣어 1 L로 한다.

2.2.2 염화바륨용액(10 %)

염화바륨 10 g을 물에 녹여 100 mL로 한다.

2.2.3 톨루이딘블루용액(0.1 %)

톨루이딘 블루 0.1 g을 물에 녹여 100 mL로 한다.

2.2.4 폴리비닐황산칼륨용액(0.0025 N)

미리 폴리비닐황산칼륨중의 유황의 함량(%)을 구한 다음 식에서 구한 A(g)를 정밀히 달아 물을 넣어 1 L로 한다. 이 용액 1 mL는 알긴산나트륨 0.4953 mg에 해당한다.

$$A(g) = \frac{162.2}{400} \times \frac{19.8}{S}$$

여기서, 162.2 : 폴리비닐황산칼륨의 분자량

19.8 : 100 % 폴리비닐황산칼륨중에 함유된 유황의 함량

S : 유황의 함량(%)

2.2.4.1 폴리비닐황산칼륨중의 유황의 함량

폴리비닐황산칼륨 약 0.5 g을 정밀히 달아 묽은염산(1:11) 25 mL를 넣고 환류냉각기를 부착시키고 약 2시간동안 가열분해시킨 다음 여지 3종으로 여과시킨다.

여액을 수욕상에서 따뜻하게 한 다음 따뜻한 10 % 염화바륨용액을 과잉으로 넣고 가끔씩 흔들어 준 다음 상층액이 징명하게 되면 생성된 침전을 여지 5종 C로 여과하고 열탕으로 씻어준다.

$$\text{유황}(S)(\%) = \frac{B}{\text{시료량}(g)} \times \frac{32.06}{233.39} \times 100$$

씻은 액이 염소이온의 반응을 나타내지 않으면 여지 위의 잔류물을 105~110 °C에서 1~2시간 건조한다. 잔류물은 여지와 함께 미리 무게를 단 도가니에 넣고 회화시킨 다음 항량이 될 때까지 강열하고 데시게이터 안에서 식히고 칭량하여 황산바륨의 양(B, g)을 구하고 다음 식에 따라 유황(S)의 함량(%)을 계산한다.

2.3 분석절차

2.3.1 이 품목 약 1 g을 정밀히 달아 물 100 mL를 넣어 잘 흔들어 녹인 다음 물을 넣어 200 mL로 하고, 이 액 50 mL를 정확히 취하여 물을 넣어 500 mL로 한 것을 시험용액으로 한다.

2.3.2 이 액 5 mL를 정확히 취하여 삼각플라스크에 넣고 0.005 N 메칠글리콜치토산 용액 5 mL를 넣어 잘 섞어 준다.

2.3.3 톨루이딘블루용액 1방울을 넣어 액의 색이 적자색을 나타낼 때까지 0.0025 N 폴리비닐황산칼륨용액으로 적정하여 소비량(mL)을 구한다.

2.3.4 바탕시험은 0.005 N 메칠글리콜치토산 용액 5 mL를 삼각플라스크에 취한 다음 시험용액의 pH와 같게 조절한 다음 시험용액과 같은 방법으로 적정하여 소비량(b, mL)을 구한다.

2.4 계산

$$\text{알긴산나트륨}(\%) = \frac{0.4953 \times 0.001}{\text{시료량}(g) \times \frac{50}{200} \times \frac{5}{500} \times \frac{100 - \text{건조감량}}{100}} \times 100$$

3.0 산불용성 회분

3.1 개요

시료를 회화 후 증발건조 시키고 염산으로 녹인 후 여과하여 잔류물의 무게로 회분량을 구한다.

3.2 시약

3.2.1 진한 염산

3.2.2 진한 질산

3.3 기구 및 장치

3.3.1 데시케이터

3.3.2 여지(5종 C)

3.4 분석절차

3.4.1 이 품목을 105~110 °C에서 4시간 건조한 다음 약 5 g을 정밀히 달아 조용히 가열하고 탄화시킨 다음 700 °C이하에서 회화시킨다.

3.4.2 식힌 다음 질산 2 mL 및 염산 3 mL를 넣어 증발건고 시키고 실온이 될 때까지 식힌 다음 다시 염산 5 mL를 넣어 증발건고 시키고 실온이 될 때까지 식힌다.

3.4.3 이 조작을 수회 반복하고 105~110 °C에서 1시간 건조시킨 다음 묽은염산 (1:2) 20 mL를 넣고 따뜻하게 하여 녹인다.

3.4.4 잔류물은 여지(5종 C)로 여과하고 온수를 사용하여 염소이온의 반응이 나타나지 않을 때까지 씻어준 다음 105~110 °C에서 1~2시간 건조한다.

3.4.5 잔류물은 여지와 함께 미리 무게를 단 도가니에 넣고 회화시킨 다음 향량이 될 때까지

강열하고 데시케이터 안에서 식혀 칭량한다.(a, g)

3.5 계산

$$\text{산불용성회분(\%)} = \frac{a(g)}{\text{시료}(g)} \times 100$$

4.0 건조감량

4.1 개요

건조 전, 후의 무게 변화로 건조감량을 구한다.

4.2 기구 및 장치

4.2.1 칭량병

4.2.2 건조기

4.3 분석절차

4.3.1 이 품목 약 1 g을 정밀히 달아 미리 무게를 단 칭량병에 넣는다.

4.3.2 105~110 °C에서 4시간 건조하고 데시케이터 안에서 식혀 칭량한다.

4.4 계산

$$\text{건조감량(\%)} = \frac{\text{시료}(g) - a(g)}{\text{시료}(g)} \times 100$$

5.0 비소

5.1 자외선/가시선 분광법

5.1.1 개요

질산으로 가열 분해하고 DDTC은 흡수법으로 파장 530 nm 부근에서 흡광도를 측정하여 비소 함유량을 구한다. 유효측정농도는 0.2 mg/kg 이상으로 한다.

5.1.2 시약

5.1.2.1 질산

5.1.2.2 황산

5.1.2.3 수산암모늄

5.1.2.4 암모니아수(28%)

5.1.2 분석절차

5.1.2.1 이 품목 약 2 g을 200 mL의 비이커에 정밀히 달아 질산 30 mL를 넣어 150 °C의 가열판위에서 기포가 생성될 때까지 가열하고 식힌다.

5.1.2.2 황산 5 mL를 넣고 소량의 물로 내벽을 씻은 다음 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다.

5.1.2.3 식힌 다음 수산암모늄 0.5 g 및 물 30 mL를 넣고 다시 흰 연기가 날 때까지 가열한다.

5.1.2.4 식힌 다음 암모니아수(28%)로 중화하고 물을 넣어 100 mL로 한 것을 시험원액으로 한다.

5.1.2.5 시험원액 25 mL를 정확히 취한 다음 이하는 폴리염화알루미늄의 시험방법 8.1에 따라서 시험한다. 다만, 염산 5 mL 대신에 10 mL를 쓴다.

5.2. 원자흡수분광광도법

폴리염화알루미늄의 8.2에 따라 시험하여 비소함유량을 구한다.

5.3. 유도결합플라스마-원자발광분광법

폴리염화알루미늄의 8.3에 따라 시험하여 비소함유량을 구한다.

6.0 납, 카드뮴

6.1 원자흡수분광광도법

질산, 황산으로 분해한 후 폴리염화알루미늄의 10.0에 따라 시험한 후 납, 카드뮴 함유량을 구한다. 납, 카드뮴의 유효측정농도는 1 mg/kg, 0.05 mg/kg 이상으로 한다.

6.1.1 시약 및 시험원액

6.1.2.3 구연산암모늄용액(50 %)

구연산암모늄 50 g을 물에 녹여 100 mL로 한다.

6.1.2.4 황산암모늄용액(40 %)

황산암모늄 40 g을 물에 녹여 100 mL로 한다.

6.1.2 시험원액 조제

6.1.2.1 시험원액 조제(1호품)

이 품목 약 2 g을 정밀히 달아 질산 30 mL를 넣어 섞어 준 다음 수욕상에서 심한 기포가 생성될 때까지 가열한다. 식힌 다음 황산 5 mL를 넣어 직화에서 가열농축하고 유기물이 분해되어 액이 거의 무색이 되고 점성이 없어지고 흰 연기가 발생하면 가열을 중단하고 식힌 다음 물을 넣어 50 mL로 한 것을 시험 원액으로 한다. 이 때 마이크로파를 이용한 유기물 분해장치를 이용할 수 있다.

6.1.2.2 시험원액 조제(2호품)

이 품목 약 2 g을 정밀히 달아 질산 30 mL 및 황산 5 mL로 처리하여 가열농축하고 흰 연기가 발생하면 가열을 멈춘다. 식힌 다음 질산 30 mL를 넣어 다시 흰 연기가 발생할 때까지 가열 농축한다. 이 조작을 4회 반복하고 식힌 다음 물을 넣어 50 mL로 한 것을 시험원액으로 한다. 이 때 마이크로파를 이용한 유기물 분해장치를 이용할 수 있다.

6.1.3 분석절차

6.1.3.1 시험원액 1호품, 2호품 시험원액 50 mL를 각각 취한다.

6.1.3.2 50 % 구연산암모늄용액 3 mL 및 40 % 황산암모늄용액 15 mL를 넣고 이하는 폴리염화알루미늄의 9.1.에 따라 시험한다.

6.2. 유도결합플라스마-원자발광분광법

폴리염화알루미늄의 9.2.에 따라 시험한다.

7.0 수은

7.1 개요

시료에 염화제일주석을 넣어 금속수은으로 환원시킨 다음 이 용액에 통기하여 발생하는 수은 증기를 원자흡수분광광도법에 따라 수은 함유량을 구한다. 유효측정농도는 0.075 mg/kg 이상으로 한다.

7.2 시약

7.2.1 염화제일주석용액

염화제일주석 2수화물 10 g에 물 60 mL를 넣고 황산 3 mL를 넣어 계속 흔들며 주면서 가열 용해한다. 식힌 다음 질소가스를 통과시켜 용액중의 수은을 제거한 다음 물을 넣어 100 mL로 한다. 사용할 때 제조한다.

7.2.2 수산화나트륨용액(40%)

7.2.3 황산구리용액(0.4%)

7.3 기구 및 장치

7.3.1 원자흡수분광광도계 및 수은증공음극램프

7.3.2 수은환원기화장치

7.4 분석절차

7.4.1 이 품목 5 g을 정밀히 달아 환류냉각기가 부착된 분해플라스크에 넣고 질산 40 mL를 넣고 유리구 몇 개를 넣어 기포가 생성될 때까지 약하게 약 15분간 가열한다.

7.4.2 다시 3시간이상 끓여주고 실온이 될 때까지 식힌 다음 물을 넣어 500 mL로 한 것을 시험원액으로 한다.

7.4.3 시험원액 100 mL를 정확하게 취하여 환원기화장치의 검수병에 옮겨주고 물을 넣어 150 mL로 한 것을 시험용액으로 한다.

7.4.4 이에 40 % 수산화나트륨용액 20 mL, 0.4 % 황산구리용액 2 mL 및 염화제일주석용액 3 mL를 넣고 즉시 원자흡수분광광도계에 연결한 다음 20~30분간 섞어주고 다이아프램펌프를 작동시켜 공기를 순환시켜 파장 253.7 nm에서 흡광도를 측정한다.

7.5 계산

따로 작성한 검정곡선으로부터 수은 함량(μg)을 계산한다.

$$\text{수은}(mg/kg) = \frac{\text{수은의 양}(\mu\text{g})}{\text{시료량}(g) \times \frac{100}{500}}$$

4. 폴리황산규산알루미늄

2013

(Poly Aluminum Sulfate Silicate)

<성분규격 기준>

| 항목 | 기준 |
|---------------------|---------------------------|
| 성상 | 이 품목은 투명한 액체이다. |
| 확인시험 | 확인시험법에 따라 시험할 때 적합하여야 한다. |
| 비중(20℃) | 1.25 이상 |
| pH | 2.0 이상 |
| 산화알루미늄(Al_2O_3) | 8.0% 이상 |
| 철(Fe) | 0.3% 이하 |
| 비소(As) | 5 mg/kg 이하 |
| 납(Pb) | 5 mg/kg 이하 |
| 카드뮴(Cd) | 1.0 mg/kg 이하 |
| 크롬(Cr) | 10 mg/kg 이하 |
| 수은(Hg) | 0.2 mg/kg 이하 |

1.0 확인시험

1.1.1 확인시험법 중 1.1 알루미늄염 및 1.4 황산염의 반응을 나타낸다.

1.1.2 이 품목 1방울 및 몰리브덴산암모늄시액 1방울을 여과지 위에 적가하고 다시 벤지딘시액 1방울을 적가한 다음 암모니아의 증기에 접촉시키면 청색을 나타낸다(규산염)

2.0 비중

이 품목을 20 ℃에서 비중계를 사용하여 측정한다.

3.0 pH

이 품목의 1% 수용액을 20 ℃에서 유리전극법으로 측정한다.

4.0 산화알루미늄

폴리염화알루미늄의 4.0 산화알루미늄에 따라서 시험한다.

5.0 비소

폴리염화알루미늄의 9.0 비소에 따라서 시험한다.

6.0 납, 카드뮴

폴리염화알루미늄의 10.0 납, 카드뮴에 따라서 시험한다.

7.0 크롬

폴리염화알루미늄의 11.0 크롬에 따라서 시험한다.

8.0 철

폴리염화알루미늄의 8.0 철에 따라서 시험한다.

9.0 수은

폴리염화알루미늄의 12.0 수은에 따라서 시험한다.

5. 폴리수산화염화규산알루미늄

2013

(Poly Aluminum Hydroxy Chloro Silicate)

<성분규격 기준>

| 항 목 | 1호 | 2호 |
|---------------------|----------------------------|---------------|
| 성상 | 이 품목은 무색 내지 미황색의 점조성 액체이다. | |
| 확인시험 | 확인시험법에 따라 시험할 때 적합하여야 한다. | |
| 비중(20℃) | 1.30 이상 | 1.20 이상 |
| pH | 3.0~5.0 | 3.0~5.0 |
| 산화알루미늄(Al_2O_3) | 16.0~18.0% | 10.0~16.0% 미만 |
| 이산화규소(SiO_2) | 0.2~0.4% | 0.1~0.2% 미만 |
| 염기도 | - | 60% 이상 |
| 철(Fe) | 0.01% 이하 | 0.01% 이하 |
| 비소(As) | 5 mg/kg 이하 | 5 mg/kg 이하 |
| 납(Pb) | 10 mg/kg 이하 | 10 mg/kg 이하 |
| 카드뮴(Cd) | 2 mg/kg 이하 | 2 mg/kg 이하 |
| 크롬(Cr) | 10 mg/kg 이하 | 10 mg/kg 이하 |
| 망간(Mn) | 25 mg/kg 이하 | 25 mg/kg 이하 |
| 수은(Hg) | 0.2 mg/kg 이하 | 0.2 mg/kg 이하 |

1.0 확인시험

1.1.1 이 품목은 확인시험법중 1.1 알루미늄염 및 1.4 염화물의 반응을 나타낸다.

1.1.2 이 품목 1방울 및 몰리브덴산암모늄용액 1방울을 여과지위에 적가하고 다시 벤지딘용액 1방울을 적가한 다음 암모니아의 증기에 접촉시키면 청색을 나타낸다.(규산염)

2.0 비중

이 품목을 20℃에서 비중계를 사용하여 측정한다.

3.0 pH

이 품목의 1% 수용액을 20℃에서 유리전극법으로 측정한다.

4.0 산화알루미늄

폴리염화알루미늄의 4.0 산화알루미늄에 따라서 시험한다.

5.0 이산화규소

5.1 자외선/가시선 분광법

5.1.1 개요

시료에 염산과 몰리브덴산암모늄을 반응시키고 아황산나트륨으로 발색시킨 다음 700 nm에서 흡광도를 측정하여 이산화규소 함량을 구한다.

5.1.2 시약 및 표준용액

5.1.2.1 몰리브덴산암모늄용액

몰리브덴산암모늄 4수화물 21.2 g에 물 150 mL를 넣어 가온하여 녹인 다음 10% 암모니아수를 넣어 pH가 7~8이 되게 한다. 식힌 후에 물을 넣어 전량이 200 mL로 한 후 여과하여 폴리에틸렌병에 보관한다.

5.1.2.2 벤지딘용액

벤지딘 0.1 g에 초산 25 mL 및 물을 넣어 100 mL로 한다.

5.1.2.3 아황산나트륨용액

아황산나트륨 170 g을 물에 녹인 후에 전량을 1 L로 한 후 밀봉하여 보관한다. 제조 후 2개월 이내에 사용한다.

5.1.2.4 이산화규소표준용액

시판되고 있는 규소표준용액(1 mg/mL)을 이산화규소로 환산하여 사용하거나 다음과 같이 만든다.

이산화규소 0.2 g과 탄산나트륨 3 g을 백금도가니에 넣고, 용융시킨 후 물에 녹이고 여과한 뒤, 여액에 물을 넣어 약 200 mL로 한 것을 원액으로 하여, 폴리에틸렌병에 보관한다. 원액 20 mL를 취하여 증량법을 이용하여 정량하여 이 원액 1 mL중의 이산화규소의 함량 S(%)를 구한다. 계속하여 원액 1000/S mL를 취하여 물을 가하여 전량 1 L가 되게 한 후 폴리에틸렌병에 보관한다.

$$\text{표준용액 1 mL} = 0.1 \text{ mg 이산화규소}$$

5.1.3 기구 및 장치

5.1.3.1 자외선/가시선 분광계

5.1.3.2 백금도가니

5.1.4 분석절차

5.1.4.1 이 품목 1 g을 정밀히 달아 물을 넣어 200 mL로 한 다음 이 용액 10 mL를 비색관에 넣는다.

5.1.4.2 4 % 염산 5 mL와 몰리브덴산암모늄용액 5 mL를 넣어 잘 흔들어 섞는다. 5분간 정치한 다음 아황산나트륨용액 10 mL를 넣어 흔들어 섞어 발색시킨다.

5.1.4.3 물을 넣어 50 mL로 하여 10분간 정치시킨 후 액층 1 cm, 파장 700 nm 부근에서 흡광도를 측정한다. 따로 작성한 검정곡선으로부터 이 용액중의 이산화규소의 양(a)을 구한 다음 5.1.5에 따라 시료중의 이산화규소 함량(%)을 구한다.

5.1.4.4 검정곡선은 이산화규소(SiO₂) 표준용액 1, 2, 3, 4 mL를 취하여 물을 넣어 10 mL로 한 다음 이하 시료와 같은 방법으로 시험하여 검정곡선을 작성한다.

5.1.5 계산

$$\text{이산화규소(\%)} = \frac{a(\text{mg}) \times 20}{\text{시료채취량}(\text{mg})} \times 100$$

5.2 중량법

5.2.1 개요

5.2.2 분석절차

5.2.2.1 원액 20 mL를 백금접시에 취하고 염산을 넣어 산성으로 한 다음 수욕상에서 증발 건조하고 계속하여 120℃에서 약 1시간 건조한다.

5.2.2.2 원액 20 mL를 백금접시에 취하고 염산을 넣어 산성으로 한 다음 수욕상에서 증발 건조하고 계속하여 120℃에서 약 1시간 건조한다.

5.2.2.3 식힌 후 염산으로 충분히 적시어 다시 수욕상에서 증발 건조하고 잔류물에 염산을 넣어 가운하고, 물로 씻은 시계접시로 뚜껑을 덮은 뒤 잠시 끓인다. 상층액을 기울여서 여지위에 붓고, 계속하여 침전물을 뜨거운 물을 이용하여 여지위에 분는다.

5.2.2.4 침전물을 세척한 여액이 염소이온(Cl⁻)의 반응이 없을 때까지 뜨거운 물로 잘 세척한다.

5.2.4.5 만일 시료 중에 황산과 칼슘이 다량 함유되어 있을 경우에는 규산과 함께 황산칼륨이 석출되는 경우가 있으므로, 이 경우에는 백금접시내의 불용성 물질을 즉시 여지위에 분지 않고, 상층액을 기울여서 여지위에 붓고 난 뒤, 백금접시에 염산을 함유한 뜨거운 물을 넣는다.

5.2.4.6 수욕상에서 가온하면서 유리봉으로 저어주고 정지한 뒤 따뜻한 상태에서 상층액을 앞의 여지위에 분는다.

5.2.4.7 위의 조작을 반복하여 황산칼슘을 완전히 제거한 후 침전물을 뜨거운 물을 이용하여 앞의 여지위에 모으고, 침전물을 앞과 동일한 방법으로 뜨거운 물로 잘 씻는다.

5.2.4.8 침전물을 여지와 함께 105 °C에서 건조한 후, 백금 도가니에 넣고 처음에는 저온에서 여지를 회화한 후, 계속하여 1200 °C로 강열하고 데시케이터 안에서 식힌 후 칭량하여 잔류물의 양 a를 구한다.

5.2.4.9 잔류물에 황산 2방울과 불화수소 10 mL를 넣은 뒤 증발 건조하고 다시 1200 °C로 강열하고 데시케이터 안에서 식힌 후 칭량하여 그 잔류물의 양 b를 구한다.

5.2.4.10 앞에서 사용한 황산과 불화수소를 같은 양 백금도가니에 취하여 증발건조하고 다시 1200 °C로 강열하고, 데시케이터 안에서 식힌 후 칭량하여 그 잔류물의 양 c를 구한다.

5.2.3 계산

$$\text{이산화규소(\%)} = \frac{(a - b + c)}{20 \text{ mg}} \times 100$$

6.0 염기도

폴리염화알루미늄의 5.0 염기도에 따라서 시험한다.

7.0 철

폴리염화알루미늄의 8.0 철에 따라서 시험한다.

8.0 비소

폴리염화알루미늄의 9.0 비소에 따라서 시험한다.

9.0 납, 카드뮴, 망간

폴리염화알루미늄의 10.0 납, 카드뮴, 망간에 따라서 시험한다.

10.0 크롬

폴리염화알루미늄의 11.0 크롬에 따라서 시험한다.

11.0 수은

폴리염화알루미늄의 12.0 수은에 따라서 시험한다.

6. 황산제이철 (Ferric Sulfate : $Fe_2(SO_4)_3 \cdot xH_2O$)

2013

<성분규격 기준>

| 항목 | 기준 |
|---------|----------------------------|
| 성상 | 이 품목은 회색내지 백색의 분말 또는 결정이다. |
| 확인시험 | 확인시험법에 따라 시험할 때 적합하여야 한다. |
| 3가철 | 18 % 이상 |
| 2가철 | 3 % 이하 |
| 유리산 | 4.5 % 이하 |
| 물불용성물질 | 6.5 % 이하 |
| 비소(As) | 50 mg/kg이하 |
| 납(Pb) | 50 mg/kg 이하 |
| 카드뮴(Cd) | 10 mg/kg 이하 |
| 크롬(Cr) | 50 mg/kg 이하 |
| 수은(Hg) | 2 mg/kg 이하 |
| 셀레늄(Se) | 10 mg/kg 이하 |

1.0 확인시험

제3장 확인시험법 중 1.8 철염 및 1.4 황산염의 반응을 나타낸다.

2.0 3가철

2.1 개요

요오드화칼륨을 가하여 요소를 유리하고 전분용액을 지시약으로 하여 티오황산나트륨용액으로 적정하여 3가철 함유량을 구한다.

21.2 시약

2.2.1 진한염산

2.2.2 요오드화칼륨

2.2.3 티오황산나트륨용액(0.1 N)

티오황산나트륨 5수화물 26 g과 탄산나트륨 (무수) 0.2 g을 탄산이 없는 물에 녹여 1 L로 하고 이소아밀알콜 약 10 mL를 넣어 잘 흔들어 섞고 2일간 방치한다.

2.3 분석절차

2.3.1 이 품목을 분말로 하여 약 10 g을 정밀히 달아 250 mL 비이커에 넣고 끓는 물 100 mL를 넣어 30분간 교반하여 녹인다.

2.3.2 이 액을 여과(Whatman 42 또는 이와 동등한 것)하고 잔사를 끓는 물 20 mL씩 4회 씻어준다.

2.3.3 여액을 모두 합한 다음 물을 넣어 500 mL로 하여 시험용액으로 한다.

2.3.4 이 액 50 mL를 요오드플라스크에 넣고 염산 12 mL와 요오드화칼륨 2 g을 넣어 마개를 하고 어두운 곳에서 5분간 둔 다음 전분용액을 지시약으로 0.1 N 티오황산나트륨용액으로 적정한다(a).

2.3.5 따로 같은 방법으로 바탕시험을 한다(b).

2.3.6 이때 수분 함량은 다음과 같이 구한다.

평량병을 110 °C에서 1시간 건조하고 데시케이터에서 식힌 다음 무게를 단다(a). 이어서 이 품목을 분말로 한 후 약 5 g을 평량병에 취하고 다시 무게를 단다(b). 110 °C에서 5시간 건조한 다음 데시케이터에서 식히고 무게를 단다(c). 다음 식에 따라서 수분의 함량을 구한다.

$$\text{수분(\%)} = \frac{b-c}{b-a} \times 100$$

2.4 계산

$$3\text{가철}(\%) = \frac{(a-b) \times f \times 5.585 \times 10}{\text{시료량}(mg) \times [(100 - \text{수분}(\%))/100]} \times 100$$

3.0 2가철

3.1 개요

o-페난트로린용액을 지시약으로 하고 황산제이세륨용액으로 적정하여 2가철의 함량을 구한다.

3.2 시약

3.2.1 황산제이세륨용액(0.01 N)

진한황산 30 mL를 물 500 mL에 저어주면서 녹인다. 이어서 황산제2세륨 42 g을 넣어 녹이고 물로 1 L를 만든다.

3.2.1.1 황산제이세륨용액(0.01 N) 표정

깨끗하고 마른 철(선상) 0.17~0.2 g을 정밀히 달아 300 mL 플라스크에 넣고 묽은황산 50 mL를 넣어 분젠밸브를 달고 수욕상에서 가열하여 철을 녹인다. 식힌 다음 새로 끓여서 식힌 물 30 mL 및 지시약으로 o - 페난트로린용액 2방울을 넣고 0.1 N 황산제이세륨용액으로 액의 적색이 옅은 청색으로 변할 때까지 적정한다.

$$\text{규정도계수} = \frac{\text{철의 채취량}(g) \times 1,000 \times 10}{0.1N \text{ 황산제이세륨용액의 소비량}(m\ell) \times 55.85}$$

3.2.2 o-페난트로린용액

o-페난트로린 0.5 g을 에탄올 50 mL에 녹이고 물을 넣어 100 mL로 한다.

3.3 분석절차

3.3.1 2.3.3의 시험용액 10 mL에 물 80 mL와 염산 5 mL를 넣고 0.01 N 황산제이세륨용액으로 적정한다(a) 이때 지시약으로 o-페난트로린용액을 사용한다.

3.3.2 따로 같은 방법으로 바탕시험을 한다(b).

3.3.3 수분 함량은 2.3.6과 동일하게 한다.

3.4 계산

$$\text{2가철(\%)} = \frac{(a-b) \times f \times 5.585 \times 50}{\text{시료량(mg)} \times [(100 - \text{수분(\%)}) / 100]} \times 100$$

여기서, f : 0.01 N 황산제이세륨용액의 규정도계수

4.0 유리산

4.1 개요

수산화나트륨으로 적정하여 유리산의 농도를 구한다.

4.2 시약

4.2.1 수산화나트륨용액(0.5 N)

수산화나트륨 약 22 g을 물 약 950 mL에 녹이고 이에 새로 만든 수산화바륨 포화용액을 침전 이 더 생기지 않을 때까지 넣어 액을 잘 흔들어 섞은 다음 마개를 하여 하룻밤 방치한다. 상층 액을 취하거나 액을 여과한다.

4.2.2 수산화나트륨용액(0.05 N)

0.5 N 수산화나트륨용액을 취하여 새로 끓여서 식힌 물로 10배 희석한다.

4.2.3 o-페난트로린용액

o-페난트로린 0.5 g을 에탄올 50 mL에 녹이고 물을 넣어 100 mL로 한다.

4.2.4 페놀프탈레인용액

페놀프탈레인 0.5 g을 에탄올(95v/v%) 90 mL에 녹이고 물을 넣어 100 mL로 한 후 이 용액이
홍색을 나타낼 때까지 수산화나트륨용액(0.1w/v%)을 넣는다.

4.3 분석절차

4.3.1 2.3.3의 시험용액 20 mL를 150 mL의 비이커에 넣고 불화칼륨용액 60 mL를 넣고 저어
주면서 0.05 N 수산화나트륨용액으로 적정한다(a) 이때 페놀프탈레인용액을 지시약으로 한다.

4.3.2 따로 같은 방법으로 바탕시험을 한다(b).

4.3.3 수분함량은 2.3.6과 동일하게 한다.

4.4 계산

$$\text{유리산(\%)} = \frac{(a-b) \times f \times 2.452 \times 25}{\text{시료량(mg)} \times [(100 - \text{수분(\%)})] / 100} \times 100$$

여기서, f : 0.05 N 수산화나트륨용액의 규정도계수

5.0 물불용성 물질

5.1 개요

시료를 끓는 물에 녹여 여과하고 잔류물질을 회화한 후 무게를 달아 물불용성 물질을 구한다.

5.2 기구

5.2.1 자제 도가니

5.2.2 회화로

5.2.3 데시케이터

5.3 분석절차

5.3.1 이 품목을 분말로 하여 약 10 g을 정밀히 달아 250 mL 비이커에 넣고 끓는물 100 mL를 넣어 30분간 교반한다.

5.3.2 이 액을 여과(whatman 여지 42호 또는 동등이상의 것)하고 잔사를 끓는 물 20 mL씩 4회 씻어준 다음 잔사와 여지를 미리 무게를 단 자제도가니(B)에 넣고 탄화하여 회화시킨다.

5.3.3 데시케이터에서 식힌 다음 무게를 단다.(A)

5.3.4 수분함량은 2.3.6과 동일하게 한다.

5.4 계산

$$\text{물불용성물질(\%)} = \frac{(A-B)(g)}{\text{시료의 양}(g) \times \frac{(100-\text{수분}(\%))}{100}} \times 100$$

6.0 비소

6.1 개요

폴리염화알루미늄 9.1.1과 같으며 유효측정농도는 1 mg/kg 이상으로 한다.

6.2 분석절차

6.2.1 이 품목을 분말로 하고 2 g을 정밀히 달아 1 L 비이커에 넣고 물 400 mL를 넣어 녹인다.

6.2.2 1 N 수산화나트륨용액으로 pH 6.0으로 조정하여 1시간동안 실온에 둔 다음 유리여과기(C type)를 써서 진공 여과한다.

6.2.3 이 여액을 비이커에 넣고 질산으로 pH 2.0이하로 조정하고 물을 넣어 500 mL로 하여 시험용액으로 한다.

6.2.4 시험용액 25 mL를 취하여 비소시험장치의 발생병에 넣고 이하는 폴리염화알루미늄의 시험방법 9.1.3.2에 따라서 시험한다.

6.2.5 다만, 검정곡선은 비소표준용액(0.001 mg As/mL) 1.0~10.0 mL를 취한다.

6.3 계산

폴리염화알루미늄의 9.1.4에 따라서 계산한다.

7.0 납, 카드뮴

7.1 원자흡수분광광도법

6.2.3의 시험용액 200 mL를 300 mL 비이커에 넣은 다음 가열하여 약 30 mL로 농축하고 식힌다. 여기에 50 % 구연산암모늄용액 3 mL를 넣고 이하는 폴리염화알루미늄의 시험방법 10.0에 따라서 시험한다.

7.2 유도결합플라스마-원자발광분광법

폴리염화알루미늄의 10.2. 유도결합플라스마-원자발광분광법에 따른다.

8.0 크롬

6.2.3의 시험용액 100 mL를 300 mL 비이커에 넣고 이하는 폴리염화알루미늄의 시험방법 11.0

크롬에 따라서 시험한다. 유효측정농도는 0.075 mg/kg 이상으로 한다.

9.0 수은

6.2.3 시험용액 50 mL를 환류 냉각기가 부착된 분해플라스크에 넣고 이하는 폴리염화알루미늄의 시험방법 12.0 수은에 따라서 시험한다. 유효측정농도는 0.125 mg/kg 이상으로 한다.

10.0 셀레늄

10.1 개요

시험용액과 염산으로 발생된 수소화셀레늄과 흡광도의 관계를 구하며 유효측정농도는 1.25 mg/kg 이상으로 한다.

10.2 시약 및 표준용액

10.2.1 진한염산

10.2.2 아연분말정제

10.2.3 셀레늄 표준원액(0.1 mgSe/mL)

이산화셀레늄(selenium oxide, SeO_2) 0.1405 g을 정제수에 녹여 1 L로 하여 제조한다. 또는 시판용 표준용액을 사용할 수 있다.

10.2.4 셀레늄 표준용액(0.0001 mgSe/mL)

이산화셀레늄(selenium oxide, SeO_2) 1 mL를 취하고 정제수로 하여 1 L로 한다.

10.3 분석절차

10.3.1 6.2.3의 시험용액 10 mL를 수소화셀레늄의 반응용기에 넣고 물을 넣어 20 mL로 한다.

10.3.2 이어서 염산 10 mL를 넣고 약 15분간 방치한다.

10.3.3 이 반응용기를 원자흡수분광도계에 연결하고, 4방향 코크를 조작하여 아연분말정제 1개를 신속히 반응용기에 넣고 마그네틱바로 저어주어 수소화셀레늄을 발생시킨다.

10.3.4 발생한 수소화셀레늄을 아르곤(또는 질소)-수소불꽃에 도입하여 파장 196.0 nm에서 흡광도를 측정하며, 따로 작성한 검정곡선으로부터 셀레늄의 양을 구하고 시료중의 셀레늄 함량(mg/kg)을 계산한다.

10.3.5 바탕시험은 시료 대신 물을 사용하여 시험용액과 같은 방법으로 시험하여 보정한다.

10.3.6 검정곡선은 셀레늄표준용액(0.0001 mg Se/mL) 1~10 mL를 단계적으로 수소화셀레늄의 반응용기에 넣고 각각에 물을 넣어 20 mL로 하고 시험용액과 같은 방법으로 시험하여 셀레늄의 양과 흡광도와의 관계를 구한다.

10.4 계산

10.3.6에서 작성한 검정곡선으로부터 10.3.5에서 측정한 흡광도에 상당하는 셀레늄의 양(μg)을 구하고 다음 식에 따라 셀레늄의 농도(mg/kg)를 산출한다.

$$\text{셀레늄}(mg/kg) = \frac{\text{셀레늄의 양}(\mu g)}{\text{시료의 양}(g)}$$

7. 염화제이철(액체) (Liquid Ferric Chloride : FeCl₃)

2013

<성분규격 기준>

| 항목 | 기준 |
|---------|---------------------------|
| 성상 | 이 품목은 황갈색 내지 오렌지색 액체이다. |
| 확인시험 | 확인시험법에 따라 시험할 때 적합하여야 한다. |
| 3가철 | 9.6~16.2 % |
| 2가철 | 2.5 % 이하 |
| 유리산 | 1.0 % 이하 |
| 비소(As) | 80 mg/kg 이하 |
| 납(Pb) | 80 mg/kg 이하 |
| 카드뮴(Cd) | 20 mg/kg 이하 |
| 크롬(Cr) | 80 mg/kg 이하 |
| 수은(Hg) | 3 mg/kg 이하 |
| 셀레늄(Se) | 20 mg/kg 이하 |

1.0 확인시험

제3장 확인시험법 중 1.2 염화물 및 1.8 철염의 반응을 나타낸다.

2.0 3가철

2.1 개요

요오드화칼륨을 가하여 요소를 유리하고 전분 용액을 지시약으로 하여 티오황산나트륨 용액으로 적정하여 3가철 함유량을 구한다.

2.2 시약

2.2.1 요오드화칼륨

2.2.2 티오황산나트륨용액(0.1 N)

티오황산나트륨5수화물 26 g과 탄산나트륨(무수) 0.2 g을 탄산이 없는 물에 녹여 1 L로 하고 이소아밀알콜 약 10 mL를 넣어 잘 흔들어 섞고 2일간 방치한다.

2.3 분석절차

2.3.1 이 품목을 균질하게 섞은 다음 약 10 mL를 취하여 미리 무게를 단 평량병에 넣고 무게를 달아 시료의 채취량을 구한다.

2.3.2 이 시료를 물 약 200 mL에 녹이고 250 mL 부피플라스크에 넣고 물을 넣어 표선까지 채워 시험용액으로 한다.

2.3.3 시험용액 50 mL를 요오드플라스크에 넣고 염산 12 mL와 요오드칼륨 2 g을 넣어 마개를 하고 어두운 곳에서 5분간 둔 다음 0.1 N 티오황산나트륨용액으로 적정한다(a).

2.3.4 따로 같은 방법으로 바탕시험을 한다(b).(지시약 : 전분용액)

2.4 계산

$$\text{3가철(\%)} = \frac{(a-b) \times f \times 5.585 \times 5}{\text{시료량}(mg)} \times 100$$

3.0 2가철

3.1 개요

디페닐아민설펜산바륨용액을 지시약으로 하고 중크롬산칼륨용액으로 적정하여 2가철의 함량을 구한다.

3.2 시약

3.2.1 중크롬산칼륨용액(0.1 N)

중크롬산칼륨 4.902 g을 정밀히 달아 물에 녹여 1 L로 한다.

3.2.2 디페닐아민설폰산바륨용액

디페닐아민설폰산바륨 0.32 g을 물에 녹여 100 mL로 한다.

3.3 분석절차

3.3.1 2.3.2의 시험용액 100 mL를 취하여 500 mL 마개달린 삼각플라스크에 넣고 황산 15 mL와 물을 넣어 200 mL로 한다.

3.3.2 실온으로 식힌 다음 황산·인산혼합용액 15 mL를 넣고 0.1 N 중크롬산칼륨용액으로 적정한다(a).

3.3.3 이때, 지시약으로 디페닐아민설폰산바륨용액 0.3 mL를 사용한다.

3.3.4 따로 같은 방법으로 바탕시험을 한다(b).

3.4 계산

$$2\text{가철}(\%) = \frac{(a-b) \times f \times 5.585}{\text{시료의 양}(\text{mg}) \times 100/250} \times 100$$

$$2\text{가철}(\%) = \frac{2\text{가철}(\%)}{3\text{가철}(\%)} \times 100$$

여기서, f : 0.1 N 중크롬산칼륨용액의 규정도계수

4.0 유리산

4.1 개요

수산화나트륨으로 적정하여 유리산의 농도를 구한다.

4.2 시약

4.2.1 수산화나트륨용액(0.5 N)

수산화나트륨 약 22 g을 물 약 950 mL에 녹이고 이에 새로 만든 수산화바륨 포화용액을 침전 이 더 생기지 않을 때까지 넣어 액을 잘 흔들어 섞은 다음 마개를 하여 하룻밤 방치한다. 상층 액을 취하거나 액을 여과한다.

4.2.2 수산화나트륨용액(0.05 N)

0.5 N 수산화나트륨용액을 취하여 새로 끓여서 식힌 물로 10배 희석한다.

4.2.3 o-페난트로린용액

o-페난트로린 0.5 g을 에탄올 50 mL에 녹이고 물을 넣어 100 mL로 한다.

4.2.4 페놀프탈레인 용액

페놀프탈레인 0.5 g을 에탄올(95 v/v%) 90 mL에 녹이고 물을 넣어 100 mL로 한 후 이 용액 이 홍색을 나타낼 때까지 수산화나트륨용액(0.1 w/v%)을 넣는다.

4.3 분석절차

4.3.1 이 품목 약 2 g을 정밀히 달아 끓은 물 50 mL를 써서 250 mL의 비이커에 잘 씻어 넣는다.

4.3.2 불화칼륨용액 25 mL를 넣어 섞고 페놀프탈레인용액을 지시약으로 하여 0.05 N 수산화나트륨용액으로 적정한다 (a).

4.3.3 따로 같은 방법으로 바탕시험을 한다 (b).

4.4 계산

$$\text{유리산(\%)} = \frac{(a-b) \times f \times 1.825}{\text{시료의 양(mg)}} \times 100$$

여기서, f : 0.05 N 수산화나트륨용액의 규정도계수

5.0 비소

5.1 개요

폴리염화알루미늄 9.1.1과 같으며 유효측정농도는 1 mg/kg 이상으로 한다.

5.2 분석절차

5.2.1 이 품목을 110 °C에서 건조하여 2 g을 정밀히 달아 1 L 비이커에 넣고 물 400 mL를 넣어 녹인다.

5.2.2 1 N 수산화나트륨용액으로 pH 6.0으로 조정하여 1시간동안 실온에 둔 다음 유리여과기 (C type)를 써서 진공 여과한다.

5.2.3 이 여액을 비이커에 넣고 질산으로 pH 2.0 이하로 조정하고 물을 넣어 500 mL로 하여 시험용액으로 한다.

5.2.4 시험용액 20 mL를 취하여 비소시험장치의 발생병에 넣고 이하는 폴리염화알루미늄의 시험방법 8.1에 따라서 시험한다.

5.2.5 다만, 검정곡선은 비소표준용액(0.001 mg As/mL) 1.0~10.0 mL를 취한다.

6.0 납, 카드뮴

6.1 원자흡수분광광도법

폴리염화알루미늄 10.1과 같으며 납, 카드뮴의 유효측정농도는 0.6 mg/kg, 0.03 mg/kg 이상으로 한다.

6.1.1 분석절차

6.1.1.1 5.2.3의 시험용액 200 mL를 300 mL 비이커에 넣고 다음 가열하여 약 30 mL로 농축하고 식힌다.

6.1.1.2 여기에 50% 구연산암모늄용액 3 mL를 넣고 이하는 폴리염화알루미늄의 시험방법 10.1.4.2의 2)~4)에 따라서 시험한다.

6.2 유도결합플라스마-원자발광분광법

폴리염화알루미늄의 10.2에 따른다.

7.0 크롬

7.1 자외선/가시선 분광법

5.2.3의 시험용액 100 mL를 300 mL 비이커에 넣고 이하는 폴리염화알루미늄 10.1에 따라 시험한다. 유효측정농도는 0.075 mg/kg 이상으로 한다.

7.2 유도결합플라스마-원자분광광도법

폴리염화알루미늄 11.2에 따라 시험한다.

8.0 수은

5.2.3의 시험용액 50 mL를 환류 냉각기가 부착된 분해플라스크에 넣고 이하는 폴리염화알루미늄 12.0에 따른다. 유효측정농도는 0.125 mg/kg 이상으로 한다.

9.0 셀레늄

9.1 개요

5.2.3 시험용액 10 mL를 수소화셀레늄의 반응용기에 넣고 물을 넣어 20 mL로 하여 염산 10 mL를 넣고 약 15분간 방치한 후 황산제이철 10.0 셀레늄의 10.3.3~10.3.6에 따른다. 유효측정 농도는 1.25 mg/kg 이상으로 한다.

8. 폴리아민

2013

(에피클로로히드린-디메틸아민 폴리아민, EPI-DMA, Polyamines, Epichlorohydrin-dimethylamine Polyamines)

<성분규격 기준>

| 항목 | 기준 |
|----------|---|
| 성상 | 이 품목은 무색 내지 옅은 황갈색의 액체이다. |
| 폴리아민 함량 | 10~65% |
| 에피클로로히드린 | 20 mg/L 이하 |
| 총클로로프로판올 | 2,000 mg/L 이하 (개별 클로로프로판올은 각각 1,000 mg/L 이하) |
| 비소 | 5 mg/L 이하 |
| 납 | 10 mg/kg 이하 |
| 카드뮴 | 2 mg/kg 이하 |
| 수은 | 0.2 mg/kg 이하 |

<사용 기준>

폴리아민은 10 mg/L 이하로 사용하여야 한다. 또한 폴리아민을 사용하는 정수장은 매월 1회 이상 정수 중의 에피클로로히드린의 함량을 측정하여야 한다.

1.0 폴리아민

1.1 개요

폴리아민 함량은 총고형물에서 염화나트륨 함량을 뺀 값을 계산하여 산출한다.

1.2 시약

1.2.1 크롬산칼륨

1.2.2 질산은용액(0.1 N)

질산은 8.49 g을 물에 녹여 500 mL로 한다.

1.3 기구 및 장치

1.3.1 건조기

± 2 °C 까지 조절이 가능한 것이어야 한다.

1.3.2 데시케이터

1.3.3 저울

1.3.4 알루미늄 접시

1.3.5 백색 사기접시

1.3.6 원자흡수분광광도계

1.4 분석절차

1.4.1 총고형물

1.4.1.1 자제도가니 또는 알루미늄 접시를 105 °C에서 1시간동안 가열하고 데시케이터에서 식힌 후 무게를 정밀히 칭량한다(a).

1.4.1.2 1 품목 1 g을 자제도가니 또는 알루미늄 접시(a)에 넣은 후 무게를 정밀히 칭량한다(b). 건조과정에서 덩어리가 만들어지지 않도록 물 5 mL를 넣고 조심스럽게 저어주거나 표면에 시료를 고루 펼친다.

1.4.1.3 칭량한 시료를 105~110 °C의 건조기에서 3시간 동안 건조하고 데시케이터에서 식힌 다음 다시 무게를 칭량한다(c).

1.4.1.4 다음 식과 같이 계산하여 총고형물 함량을 산출한다.

$$\text{총고형물 (\%)} = \frac{c(\text{mg}) - a(\text{mg})}{b(\text{mg}) - a(\text{mg})} \times 100$$

1.4.1.5 시료는 2회 반복하여 시험하고 시험 결과의 차이가 $\pm 0.5\%$ 이내이어야 한다.

1.4.2 염화나트륨

1.4.2.1 개요

염화나트륨 함량은 적정법 혹은 원자흡수분광광도법으로 시험하여 결정한다.

1.4.2.2 시료 1 g을 백색사기접시 또는 삼각플라스크(백색판 위에서 적정)에 넣고, 물 100 mL와 크롬산칼륨용액 0.5 mL를 넣은 후, 액의 색이 담황색이 될 때까지 0.1 N 질산은용액으로 적정한다(a). 또한, 같은 방법으로 바탕시험을 한다.

$$\text{염화나트륨 (\%)} = \frac{(a - b) \times f \times 5.844}{\text{시료량 (mg)}} \times 100 (\%)$$

여기서, b : 공시험할 때에 소비된 0.1 N 질산은용액의 양(mL)

f : 0.1 N 질산은용액의 규정도계수

1.5 계산

1.4.1과 1.4.2에서 시험한 총고형물 함량에서 염화나트륨 함량을 뺀 값을 폴리아민 함량으로 계산한다.

$$\text{폴리아민 (\%)} = \text{총고형물 (\%)} - \text{염화나트륨 (\%)}$$

2.0 에피클로로히드린 및 총클로로프로판올

2.1 개요

이소프로판올/디클로로메탄 용액으로 폴리머로부터 추출하여 에피클로로히드린, 1,3-디클로로-2-프로판올, 2,3-디클로로-1-프로판올 및 3-클로로-1,2-프로판디올의량을 불꽃이온화검출기(FID)를 장착한 가스크로마토그래프로 분석한다.

2.2 시약 및 표준용액

2.2.1 에피클로로히드린

2.2.2 1, 3-디클로로-2-프로판올

2.2.3 2, 3-디클로로-1-프로판올

2.2.4 3-클로로-1,2-프로판디올

2.2.5 싸이클로헥사논

2.2.6 이소프로판올

2.2.7 디클로로메탄(또는 클로로포름)

2.2.8 추출용매

이소프로판올과 디클로로메탄(또는 클로로포름)을 동량 혼합한다.

2.2.9 표준원액

에피클로로히드린, 1,3-디클로로-2-프로판올, 2,3-디클로로-1-프로판올 및 3-클로로-1,2-프로판디올을 각각 100 mg씩 정확히 취하여 각각 100 mL 부피플라스크에 넣고 추출용매를 넣어 100 mL로 한다. 이 용액을 추출용매로 50배 희석한다.

2.2.10 표준용액

각각의 표준원액 1~5 mL를 단계적으로 부피실린더에 넣고 각각에 내부표준용액 5 mL와 추출용매를 넣어 15 mL로 한다. 사용시에 조제한다.

2.2.11 내부표준용액

싸이클로헥사논 25 mg을 정확히 취하여 100 mL 부피플라스크에 넣고 추출용매를 넣어 100 mL로 한다. 이 용액을 추출용매로 50배 희석한다.

2.3 기구 및 장치

2.3.1 시료 용기

용량 50 mL로서 나선형 마개가 있는 유리용기

2.3.2 가스크로마토그래피

2.4 분석절차

2.4.1 이 품목 1 g을 시료용기에 취하고 내부표준용액 5 mL와 추출용매 10 mL를 넣는다.

2.4.2 강하게 흔들어 녹인 후 두층이 분리될 때까지 1시간 이상 가만히 둔 다음 추출용매층을 시험용액으로 한다.

2.4.3 클로로포름판울의 농도가 높아 표준용액의 측정범위를 벗어날 경우에는 시험용액 5 mL를 취하여 추출용매로 적당량 희석하여 클로로포름판울 측정용 시험용액으로 한다.

2.4.4 표준용액과 시험용액을 각각 1 μ L씩 취하여 가스크로마토그래피에 주입하여 얻은 가스크로마토그램으로부터 표준물질, 내부표준물질 및 시험용액중의 목적물질의 피크 높이 또는 면적을 구한다.

2.4.5 모눈종이에 횡축에는 표준물질의 농도를 종축에는 표준물질(St)과 내부표준물질(Is)의 피크 높이 또는 면적비(St/Is)를 플롯트하여 표준검정곡선을 작성한다. 표준검정곡선에 시험용액중의 목적물질(Sa)과 내부표준물질(Is)의 피크 높이 또는 면적비(Sa/Is)를 대입하여 시험용액(1 mL)중의 각 성분의 양을 구한다.

2.5 계산

각 성분의 함량(%)는 다음 식에 의하여 계산한다. 이때에 총클로로판올은 1,3-디클로로-2-프로판올, 2,3-디클로로-1-프로판올 및 3-클로로-1,2-프로판디올 함량의 합계이다. 추출계수는 3-클로로-1,2-프로판디올은 1.8, 다른 물질은 1.0을 적용한다.

$$\text{함량(mg/L)} = \frac{\text{각 성분의 양}(\mu\text{g/mL}) \times \text{추출계수} \times 15}{\text{시료채취량(g)} \times \text{폴리아민함량(\%)} / 100}$$

2.6 부록

표 1. 기체크로마토그래프의 실험조건(예)

| 항목 | 조건 |
|--------|---|
| 컬럼 | 모세관의 길이가 25 m이상인 것으로서 DB-Wa×컬럼 또는 이와 유사한 것 |
| 운반기체 | 헬륨 또는 질소 가스(유량은 10 mL/min) |
| 주입구 온도 | 200 °C |
| 검출기 온도 | 225 °C |
| 컬럼온도 | 초기온도 65 °C(1분간 유지) 200 °C까지 20 °C/분씩 승온 (200 °C에서 3분간 유지) |
| 검출기 | 불꽃이온화 검출기 (FID) |
| 감도 | 에피클로로히드린과 클로로프로판올 표준용액의 피크가 최적조건이 되도록 감도를 분리하여 설정 |

3.0 비소

3.1 자외선/가시선 분광법

3.1.1 개요

시료를 산분해하고 파장 530 nm 부근에서 흡광도를 측정하여 비소의 함유량을 구한다. 유효측정농도는 0.08 mg/kg 이상으로 한다.

3.1.2 기구 및 장치

환류냉각기

3.1.3 분석절차

3.1.3.1 이 품목 10 g을 환류냉각기가 부착된 분해플라스크에 넣고 질산 40 mL 및 유리구슬을 넣고 기포가 생기지 않도록 처음에는 약하게 가열하고 이어서 3시간 가열한다.

3.1.3.2 이것을 식히고 200 mL 부피플라스크에 넣고 물을 넣어 200 mL로 하여 시험용액으로 한다.

3.1.3.3 시험용액 40 mL를 취하여 비소시험장치 발생병에 넣고 염산 5 mL를 넣어 이하는 폴리염화알루미늄의 9.1에 따라 시험한다.

3.2 원자흡수분광광도법

폴리염화알루미늄의 9.2에 따른다.

3.3 유도결합플라즈마-원자발광분광법

폴리염화알루미늄의 9.3에 따른다.

4.0 납, 카드뮴

4.1 원자흡수분광광도법

폴리염화알루미늄의 10.1.에 따른다.

4.2 유도결합플라즈마-원자발광분광법

폴리염화알루미늄의 10.2에 따른다.

5.0 수은

폴리염화알루미늄의 12.0에 따른다.

9. 폴리수산화염화황산알루미늄

2013

(Poly Aluminum Hydroxy Chloro Sulfate, $Al_{13}(OH)_{28}Cl_9SO_4$)

<성분규격 기준>

| 항목 | 기준 |
|----------------------|---------------------------|
| 성상 | 무색내지는 옅은 황갈색이 투명한 액체이다. |
| 확인시험 | 확인시험법에 따라 시험할 때 적합하여야 한다. |
| 비중 (20℃) | 1.20 이상 |
| pH | 3.5~5.5 |
| 산화알루미늄(Al_2O_3) | 10.0~13.0 % |
| 염기도 | 70 % 이상 |
| 황산이온(SO_4^{2-}) | 1.3~3.0 % |
| 염화물(Chloride) | 9.0~14.0 % |
| 암모니아성질소 (NH_3-N) | 0.01 % 이하 |
| 철(Fe) | 0.01 % 이하 |
| 비소(As) | 5 mg/kg 이하 |
| 납(Pb) | 10 mg/kg 이하 |
| 카드뮴(Cd) | 2 mg/kg 이하 |
| 크롬(Cr) | 10 mg/kg 이하 |
| 망간(Mn) | 25 mg/kg 이하 |
| 수은(Hg) | 0.2 mg/kg 이하 |

1.0 확인시험

제3장 확인시험방법 중 1.1 알루미늄염, 1.4 황산염 및 1.2 염화물의 반응을 나타낸다.

2.0 비중

이 품목을 20 ℃에서 비중계를 사용하여 측정한다.

3.0 pH

이 품목의 1% 수용액을 20 °C에서 유리전극법으로 측정 한다.

4.0 산화알루미늄

폴리염화알루미늄의 4.0 산화알루미늄에 따라서 시험 한다.

5.0 염기도

폴리염화알루미늄의 5.0 염기도에 따라서 시험한다.

6.0 황산이온

폴리염화알루미늄의 6.0 황산이온에 따라서 시험한다.

7.0 염화물(Chloride)

7.1 적정법

7.1.1 개요

크롬산칼륨용액을 지시약으로 하여 질산은 용액으로 적정하고 염화물의 함유량을 구한다.

7.1.2 시약

7.1.2.1 $Al(OH)_3$ 현탁액

7.1.2.2 크롬산칼륨용액(50 g/L)

크롬산칼륨 5 g을 물 20 mL에 녹이고 적갈색의 침전이 생길 때까지 0.1 N 질산은용액을 가한

후 여과하여 그 여액에 물을 넣어 100 mL로 한다.

7.1.2.3 수산화나트륨용액(1 N)

수산화나트륨 42 g을 물 950 mL를 넣어 녹이고 새로 만든 수산화바륨용액(포화)를 침전이 생기지 않을 때까지 한 방울씩 떨어뜨려 잘 섞고 마개를 하여 24시간 방치한 다음 여과하여 사용한다.

7.1.2.4 질산은용액(0.1 N)

질산은 17 g을 물에 녹여 1 L로 한다.

1) 질산은용액(0.1 N) 표정

미리 500~650 °C로 40~50분간 건조시키고 테시케이터에서 식힌 염화나트륨(표준시약) 0.10 g을 정밀히 달아 백색 사기접시에 넣고 크롬산칼륨용액 0.2 mL를 넣고 0.1 N 질산은 용액으로 적정한다.

7.1.3 분석절차

7.1.3.1 이 품목 약 2.0~3.0 g을 정밀히 달아 물을 넣어 250 mL로 한 다음 이 액 20 mL를 정확히 취하여 물을 넣어 100 mL로 한다.

7.1.3.2 시료가 진한 색깔을 나타내면 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 현탁액 3 mL를 넣어 혼합한 다음 정치시킨 후 여과한다.

7.1.3.3 1 N NaOH 용액 약 0.4 mL를 넣어 pH를 7~10으로 조정한 다음 K_2CrO_4 지시용액 1 mL를 가하고 0.1 N 질산은용액으로 적정한다.

7.1.3.4 종말점은 액의 색이 옅은 주홍색으로 변하는 점으로 한다. 따로 같은 방법으로 공시험을 한다. 시료중의 염화물(%)은 다음 식에 따라 계산한다.

7.1.4 계산

$$\text{염화물}(\%) = \frac{(a - a') \times N \times 35.45}{S \times 1,000 \times \frac{20}{250}} \times 100$$

여기서, S : 시료량(g)

a : 시료용액에서 소비한 0.1 N 질산은 용액의 양(mL)

a' : 바탕시험에서 소비된 0.1 N 질산은 용액의 양(mL)

N : 0.1 N 질산은 용액의 규정농도

7.2 이온크로마토그래피

7.2.1 개요

시료를 이온크로마토그래프에 주입하여 염화물이온을 분리시켜 전기전도도검출기로 측정하여 염화물의 양을 구한다. 유효측정농도는 1,000 mg/kg 이상으로 한다.

7.2.2 기구 및 장치

7.2.2.1 이온크로마토그래프

일반적으로 이온크로마토그래프의 기본구성은 그림 1과 같이 용리액 저장조, 시료주입기, 펌프, 분리관, 검출기 및 기록계로 되어 있으며 장치의 제조회사에 따라 분리관의 보호 및 감도를 높이기 위하여 분리관 전후에 보호관 및 억제기(suppressor)를 부착시킨다.

1) 펌프

분리컬럼은 매우 작은 입자로 충전되어 있어 용리액 및 시료를 고압 하에서 전개시키지 않으면 필요로 하는 유속을 얻기가 어렵다. 따라서 펌프는 150 kg/cm² ~ 350 kg/cm² 압력에서 사용할 수 있어야 하며 시간차에 따른 압력차가 크게 발생하여서는 안 된다.

2) 시료 주입부

일반적으로 미량의 시료를 사용하기 때문에 루프-밸브에 의한 주입방식이 많이 이용되며 시료 주입량은 보통 20 μL ~ 1,000 μL이다.

3) 분리컬럼

분리컬럼은 길이가 5 cm 이상인 것으로 유리 또는 에폭시 수지로 만든 관에 약 10 μm 의 암모늄 기능기 등을 갖는 음이온교환수지를 충전시킨 것을 사용한다.

4) 보호컬럼(guard column)

분리관과 같은 충전제로 충전시킨 것을 사용한다.

5) 억제기(suppressor)

억제기(suppressor)로 고용량의 양이온 교환수지를 충전시킨 컬럼형과 양이온 교환막으로 된 격막형이 있다.

6) 검출기

분석목적 및 성분에 따라 전기전도도 검출기, 전기화학적 검출기 및 광학적 검출기 등이 있으나 일반적으로 음이온 분석에는 전기전도도 검출기를 사용한다.

7.2.3 시약 및 표준용액

7.2.3.1 정제수

증류 또는 필터과정에 의해 각 이온을 제거하고 0.2 μm 의 막을 통과시킨 물로서 0.2 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 이하의 전도도 값을 갖는 물로 한다.

7.2.3.2 억제기(suppressor)용 재생액(0.0125 M H_2SO_4)

진한 황산(sulfuric acid, H_2SO_4 , 분자량 : 98.08) 2.8 mL를 정제수를 사용하여 4 L로 묽힌다.

7.2.3.3 용리액(0.008 M Na_2CO_3)

탄산나트륨(sodium carbonate, Na_2CO_3 , 분자량 : 105.99) 3.392 g을 물에 녹여 4 L로 한다. 용리액 준비에 사용하는 모든 정제수는 기체를 제거하여 사용하고 작동 중에는 헬륨을 불어넣어 공기의 유입을 막는 것이 좋다. 박테리아나 조류(algae) 성장을 최소화하려면 용리액을 어두운

곳에 보관하고 3일 간격으로 새로 만들어 사용한다.

72.3.4 용리액(1.7 mM NaHCO₃ + 1.8 mM Na₂CO₃)

탄산수소나트륨(sodium bicarbonate, NaHCO₃, 분자량 : 84.01) 0.2856 g과 탄산나트륨(sodium carbonate, Na₂CO₃, 분자량 : 105.99) 0.3816 g을 정제수에 녹여 2 L로 한다. 용리액 준비에 사용하는 모든 정제수는 기체를 제거하여 사용하고 작동 중에는 헬륨을 불어넣어 공기의 유입을 막는 것이 좋다.

72.3.5 염화물이온 표준액 (1 mg Cl/mL)

염화칼륨을 105~110 °C에서 4시간 건조하고, 데시케이터 안에서 식힌 다음 염화칼륨 0.2103 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한 것을 표준액으로 하거나 시판용 표준용액을 사물에 녹이고 물로 1 L를 만든다.

7.2.4 분석절차

7.2.4.1 이 품목 일정량을 취하여 시험액으로 한다. 단, 채취한 여액의 염화물이온량이 검정곡선 상한을 초과한 경우에는 일정 비율로 물로 희석하여 시험액으로 한다. 이 경우 7.2.5 계산에서 구한 염화물 농도에 희석 배수를 곱한다.

7.2.4.2 시험액으로 세정한 실린지를 이용하여 이온크로마토그래프에 주입하고 크로마토그램을 기록한다.

7.2.4.3 크로마토그램상의 염소이온에 해당하는 봉우리에 있어서 봉우리 높이 혹은 봉우리 면적을 구한다.

7.2.4.4 검정곡선 작성

염소이온표준용액(1 mg Cl/ mL) 0, 0.5~5 mL를 단계적으로 100 mL 플라스크에 취하고 물을 넣어 100 mL를 만든다. 이하 7.2.4.3과 동일하게 조작하여 염화물이온의 양 (mg)과 봉우리 높이 혹은 봉우리 면적과의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

7.2.5 계산

7.2.4.4 검정곡선으로부터 7.2.4.3에서 측정한 붕우리 높이 혹은 붕우리 면적에 상당하는 염소이온 농도(mg/L)를 구하며, 다음 식에 따라 시료중의 염소이온의 농도 (%)를 계산한다.

$$\text{염화물 (\%)} = \frac{A \times B}{10,000}$$

여기서, A: 염화물 이온의 농도 (mg/L)

B: 회석배수

8.0 암모니아성 질소

폴리염화알루미늄의 7.0 암모니아성 질소에 따라서 시험한다.

9.0 철

폴리염화알루미늄의 8.0 철에 따라서 시험한다.

10.0 비소

폴리염화알루미늄의 9.0 비소에 따라서 시험한다.

11.0 납, 카드뮴, 망간

폴리염화알루미늄의 10.0 납, 카드뮴, 망간에 따라서 시험한다.

12.0 크롬

폴리염화알루미늄의 11.0 크롬에 따라서 시험한다.

13.0 수은

폴리염화알루미늄의 12.0 수은에 따라서 시험한다.

제2장 품목별 기준 및 규격

II. 살균·소독제

1. 고도표백분

(High Test Hypochlorite)

2013

<성분규격 기준>

| 구 분 | 1 호 | 2 호 |
|------|-----------------------------|--------|
| 성상 | 이 품목은 백-유백색의 분말, 과립 및 정제이다. | |
| 확인시험 | 확인시험법에 따라 시험할 때 적합하여야 한다. | |
| 유효염소 | 70% 이상 | 60% 이상 |

1.0 확인시험

1.1.1 이 품목 0.5 g에 물 5 mL를 넣어 흔들어 섞고, 이에 적색 리트머스지를 담그면 리트머스지는 청색으로 변하고, 다음에 퇴색한다.

1.1.2 이 품목 0.1 g에 초산 2 mL를 넣으면 가스를 발생하면서 녹는다. 이에 물 5 mL를 넣어 여과한 액은 확인시험법 중 칼슘염의 반응을 나타낸다.

2.0 유효염소

2.1 개요

산성화된 시료에 요오드화칼륨을 가하여 요오드를 유리하고 전분 용액으로 지시약으로 하여 티오황산나트륨 용액으로 적정하여 유효염소 함유량을 구한다.

2.2 시약

2.2.1 티오황산나트륨용액(0.1 N)

티오황산나트륨5수화물 26 g 및 탄산나트륨 (무수) 0.2 g을 취하여 용량플라스크 1000 mL에 가하여 무탄산수를 표선까지 가한다. 잘 혼합한 후 2일간 방치한다. 이의 표정은 다음과 같이 행한다.

2.2.1.1 티오황산나트륨용액(0.1 N) 표정

16.67 mM 요오드산칼륨 용액 25 mL를 분취하여 마개달린 삼각플라스크 300 mL에 넣고 요오드화칼륨 2 g 및 황산용액(1+5) 5 mL를 가하여 바로 마개를 닫고 서서히 혼합하여 암소에 5분간 정치한 후, 물 약 100 mL를 가하여 유리된 요소를 0.1 N 티오황산나트륨 용액을 이용하여 적정한다. 액의 색이 갈색에서 담황색으로 변하면, 전분 용액 1 mL를 가하여 다시 적정을 계속하고 액의 청색이 사라질 때를 종점으로 한다.

별도로 마개달린 삼각플라스크 300 mL에 물 25 mL를 취하여 요오드화칼륨 2 g 및 황산(1+5) 5 mL를 가하여 이하 동일하게 조작하여 바탕시험을 실시한다.

다음 식으로 규정도 계수를 계산한다.

$$f_i = \frac{25}{a-b}$$

여기서, f_i : 0.1 N 티오황산나트륨 용액의 규정도계수

a : 0.1 N 티오황산나트륨 용액의 사용량(mL)

b : 바탕시험에 있어서 0.1 N 티오황산나트륨 용액의 사용량(mL)

2.2.2 전분용액

전분 1 g을 물 100 mL와 함께 혼합하고 이것을 열수 200 mL중에 서서히 가하여 액이 반투명해 질 때까지 끓인 후 용액을 정치하여 그 상층액을 이용한다. 이 용액은 사용할 때 마다 조제한다. 필요 이상 오래 가열하면 용액의 예민도가 감소한다.

2.2.3 무수탄산용액

물을 약 5분간 끓여 이산화탄소, 기타 휘발물을 제거한 후 공기 중으로부터 이산화탄소를 흡수하지 않도록 상온에서 방냉하여 보존한다.

2.2.4 요오드산칼륨용액(16.67 mM)

미리 130 °C에서 2시간 건조하여 데시케이터 중에 방냉한 요오드산칼륨(용량분석용 표준물질) 3.567 g을 1 L 플라스크에 취하고 물을 넣어 1 L를 만든다.

2.3 분석절차

2.3.1 이 품목 1 g을 정밀히 달아 물 약 50 mL와 함께 유발 중에서 잘 갈아 섞은 다음 물로 유발을 씻어 500 mL의 플라스크에 넣고 물로 500 mL를 만들어 잘 혼합한다.

2.3.2 그 용액 50 mL를 취하여 250 mL 삼각플라스크에 옮겨 넣고 요오드화칼륨 약 2 g과 초산(1:1) 약 10 mL를 가하여 산성으로 만들고 암소에서 15분간 방치한다.

2.3.3 유리된 요오드를 0.1 N 티오황산나트륨 용액으로 요오드의 황색이 거의 완전히 사라질 때까지 적정한다. 전분용액 1 mL를 넣고 암청색이 소멸되는 점을 종점으로 하여 적정을 계속한다.

2.4 계산

$$\text{유효염소(\%)} = \frac{C \times f_1 \times 0.03545}{S \times \frac{50}{500}} \times 100$$

여기서, C : 0.1N 티오황산나트륨 용액의 사용량(mL)

f₁ : 0.1N 티오황산나트륨 용액의 규정도계수

S : 시료의 질량(g)

2. 액화염소

2013

(Liquid Chlorine: Cl₂)

3. 차아염소산나트륨

2013

(Sodium Hypochlorite : NaClO)

<성분규격 기준>

| 항목 | 기준 | | | |
|---------|---------------------------|----------------|--------------------|----------------|
| | 1종 | | 2종 | |
| 성상 | 이 품목은 담황색의 투명한 액체이다. | | | |
| 확인시험 | 확인시험법에 따라 시험할 때 적합하여야 한다. | | | |
| 유효염소 | 12 % 이상 | 12 % 미만 | 12 % 이상 | 12 % 미만 |
| 유리알칼리 | 2 % 이하 | 2 % 이하 | 2 % 이하 | 2 % 이하 |
| 비소(As) | 1 mg/kg 이하 | 1 mg/kg 이하 | 1 mg/kg 이하 | 1 mg/kg 이하 |
| 납(Pb) | 1 mg/kg 이하 | 1 mg/kg 이하 | 1 mg/kg 이하 | 1 mg/kg 이하 |
| 카드뮴(Cd) | 1 mg/kg 이하 | 1 mg/kg 이하 | 1 mg/kg 이하 | 1 mg/kg 이하 |
| 크롬(Cr) | 2 mg/kg 이하 | 2 mg/kg 이하 | 2 mg/kg 이하 | 2 mg/kg 이하 |
| 수은(Hg) | 0.2 mg/kg 이하 | 0.2 mg/kg 이하 | 0.2 mg/kg 이하 | 0.2 mg/kg 이하 |
| 브로메이트 | 12 mg/kg 이하 | 유효염소 비례치 적용 | 100 mg/kg 이하 | 유효염소 비례치 적용 |
| 클로레이트 | 2,000 mg/kg 이하 | 유효염소 비례치 적용 | 10,000 mg/kg 이하 | 유효염소 비례치 적용 |

<사용기준>

이 품목은 제조 후 시간이 지나면서 유효염소는 감소하고 클로레이트는 증가할 수 있으므로 서늘한 곳에 보관하고 가급적 제조 후 3개월 이내에 사용한다.

1.0 확인시험

1.1.1 제3장 확인시험법 중 염색반응시험을 할 때 황색을 나타낸다.

1.1.2 이 품목에 묽은 염산(1:3)을 넣으면 가스가 발생한다.

1.1.3 이 품목에 적색 리트머스지를 넣으면 리트머스지는 청색으로 변하고 다음에는 퇴색한다.

2.0 유효염소

2.1 개요

산성화된 시료에 요오드화칼륨을 가하여 요소를 유리하고 전분 용액으로 지시약으로 하여 티오황산나트륨 용액으로 적정하여 유효염소 함유량을 구한다.

2.2 시약

2.2.1 티오황산나트륨용액(0.1 N)

티오황산나트륨5수화물 26 g 및 탄산나트륨(무수) 0.2 g을 취하여 용량플라스크 1000 mL에 가하여 무탄산수를 표선까지 가한다. 잘 혼합한 후 2일간 방치한다. 이의 표정은 다음과 같이 행한다.

2.2.1.1 티오황산나트륨 용액(0.1 N) 표정

16.67 mM 요오드산칼륨 용액 25 mL를 분취하여 마개달린 삼각플라스크 300 mL에 넣고 요오드화칼륨 2 g 및 황산(1+5) 5 mL를 가하여 바로 마개를 닫고 서서히 혼합하여 암소에 5분간 정치한 후, 물 약 100 mL를 가하여 유리된 요소를 0.1 N 티오황산나트륨 용액을 이용하여 적정한다. 액의 색이 갈색에서 담황색으로 변하면, 전분 용액 1 mL를 가하여 다시 적정을 계속하고 액의 청색이 사라질 때를 종점으로 한다.

별도로 마개달린 삼각플라스크 300 mL에 물 25 mL를 취하여 요오드화칼륨 2 g 및 황산(1+5) 5 mL를 가하여 이하 동일하게 조작하여 공시험을 실시한다.

다음 식으로 규정도 계수를 계산한다.

$$f_1 = \frac{25}{a-b}$$

여기서, f_1 : 0.1N 티오황산나트륨 용액의 규정도계수
 a : 0.1N 티오황산나트륨 용액의 사용량(mL)
 b : 공시험에 있어서 0.1N 티오황산나트륨 용액의 사용량(mL)

2.2.2 전분용액

전분 1 g을 물 100 mL와 함께 혼합하고 이것을 열수 200 mL중에 서서히 가하여 액이 반투명해 질 때까지 끓인 후 용액을 정치하여 그 상층액을 이용한다. 이 용액은 사용할 때 마다 조제한다. 필요 이상 오래 가열하면 용액의 예민도가 감소한다.

2.2.3 무수탄산용액

물을 약 5분간 끓여 이산화탄소, 기타 휘발물을 제거한 후 공기 중으로부터 이산화탄소를 흡수하지 않도록 상온에서 방냉하여 보존한다.

2.3 분석절차

2.3.1 시료 약 5 g을 정밀히 달아 용량플라스크 250 mL에 옮겨 넣고 물을 표선까지 가한다.

2.3.2 그 용액 25 mL를 취하여 300 mL 삼각플라스크에 옮겨 넣고 요오드화칼륨 약 1 g을 가하여 초산 약 4 mL를 가하여 산성으로 한다.

2.3.3 유리된 요오드를 0.1 N 티오황산나트륨 용액으로 적정하여 액의 청색이 소멸될 때를 종점으로 한다.

2.4 계산

다음 식에 따라 시료중의 유효염소 농도(%)를 산출한다.

$$\text{유효염소(\%)} = \frac{C \times f_1 \times 0.003545}{S} \times \frac{250}{25} \times 100$$

여기서, C : 0.1 N 티오황산나트륨 용액의 사용량(mL)
 f_1 : 0.1 N 티오황산나트륨 용액의 규정도계수

0.003545 : 0.1 N 티오황산나트륨 용액 1 mL에 상당하는 유효염소의 질량(g)

S : 시료의 질량(g)

3.0 유리알칼리

3.1 개요

과산화수소수로 처리한 시료 용액을 메틸오렌지를 지시약으로 하여 염산용액으로 적정하고 유리알칼리 함유량을 구한다.

3.2 시약

3.2.1 메틸오렌지용액

메틸오렌지 0.1 g을 열수 100 mL에 녹인다. 냉각 후 사용한다.

3.2.2 과산화수소용액(3 %)

과산화수소 3 g을 취하여 물을 넣어 100 mL로 한다.

3.2.3 메틸레드-브롬크레졸그린혼합용액

메틸레드 0.02 g 및 브롬크레졸그린 0.1 g을 에탄올(95 v/v %) 100 mL에 녹인다(이하 'MR 용액'이라 한다).

3.2.4 무수탄산용액

물을 약 5분간 끓여 이산화탄소, 기타 휘발물을 제거한 후 공기 중으로부터 이산화탄소를 흡수하지 않도록 상온에서 방냉하여 보존한다.

3.2.5 염산용액(0.1N)

염산 9 mL를 물로 1 L를 만든다. 이 표정은 다음과 같이 한다.

3.2.5.1 염산용액(0.1N) 표정

탄산나트륨을 백금도가니에 넣고 600 °C에서 약 60분간 건조한 후, 데시케이터 중에서 방냉하고 이중 0.13~0.16 g을 정밀히 달아 200 mL 비이커에 옮겨 넣는다. 무탄산수 20 mL를 가하여 녹이고 MR 혼합용액 2~3방울을 가한 후 용액의 색이 청색에서 보라색을 나타내고 홍색으로 변하기 직전 까지 염산으로 적정한다. 계속하여 끓여서 이산화탄소를 배출하고 냉각후 염산으로 적정하여 용액이 보라색에서 홍색으로 변환될 때를 종점으로 한다.

$$f_2 = \frac{d}{0.005299 \times g} \times \frac{e}{100}$$

여기서, f_2 : 0.1 N 염산 규정도 계수

d : 탄산나트륨 채취량(g)

e : 탄산나트륨 순도(%)

0.005299 : 0.1N 염산 1 mL에 상당하는 탄산나트륨 양(g)

g : 0.1N 염산 사용량(mL)

3.3 분석절차

3.3.1 이 품목 약 10 g을 정밀히 달아 100 mL 비이커에 취하고 3 % 과산화수소수를 반응이 없어질 때 까지 가한 후 2분간 끓인다.

3.3.2 방냉 후, 메틸오렌지용액을 지시약으로 하여 0.1 N 염산으로 적정한다. 종말점은 액의 색이 옅은 홍색으로 변하는 점이다.

3.3.3 따로 증류수를 취하여 시료에 가한 과산화수소수 3 %의 동량을 100 mL 비이커에 취하여 2분간 끓이고 이하 3.3.2와 동일하게 조작하여 바탕시험을 한다.

3.4 계산

다음 식으로 시료중의 유리알칼리의 농도(%)를 계산한다.

$$\text{유리알칼리(\%)} = \frac{(g-h) \times f_2 \times 0.004}{S} \times 100$$

여기서, ℓ : 0.1 N 염산의 규정도 계수

g : 시료 용액에 소비된 0.1 N 염산의 사용량(mL)

h : 시료에 가한 동일한 양의 과산화수소에 소비된 0.1 N 염산의 사용량(mL)

0.004 : 0.1N 염산 1 mL에 상당하는 수산화나트륨의 양(g)

S : 시료의 질량(g)

4.0 비소

4.1 자외선/가시선 분광법

이 품목 5 g을 정밀히 달아 100 mL의 비이커에 넣고 물 40 mL, 염산 6 mL를 넣고 가열 농축하여 약 30 mL로 한 후 방냉하여 비소시험장치의 발생병에 넣고 물을 넣어 약 40 mL로 하고 폴리염화알루미늄 9.1에 따른다.

4.2 원자흡수분광광도법

4.2.1 개요

희석한 시료를 193.7 nm에서 흡광도를 측정하여 비소의 함유량을 구한다. 유효측정농도는 0.1250 mg/kg 이상으로 한다.

4.2.2 시약

폴리염화알루미늄의 9.2.2 시약과 같다.

4.2.3 기구 및 장치

폴리염화알루미늄의 9.2.3 기구 및 장치와 같다.

4.2.4 분석절차

4.2.4.1 이 품목 2 g을 정밀히 달아 100 mL 비이커에 넣고 물을 가하여 약 30 mL로 하고 염산 1+1) 30 mL를 가하여 수욕 중에서 약 30분간 가열한다. 이때 염산을 첨가할 때 염소가스가 발생하여 분석에 영향을 줄 수 있으므로 충분히 가열하여 염소가스를 제거할 필요가 있다.

4.2.4.2 방냉 후 요오드화칼륨용액(300 g/L) 20 mL를 가하고 수욕 중에서 약 30분간 가열한다. 방냉 후 50 mL 플라스크에 옮겨 넣고 물을 넣어 50 mL를 만들고 이를 시험원액으로 한다.

4.2.4.3 시험원액을 염산(1+1) 및 수소화붕소나트륨용액(8 g/L)과 함께 비화수소발생장치에 넣어 반응시키고 생성된 비화수소를 운반가스에 의해 연속적으로 가열 흡수셀로 도입하여 파장 193.7 nm에서 흡광도를 측정한다.

4.2.4.4 검정곡선의 작성

비소 표준액(0.05 µg As/mL) 0, 1, 2 ~10 mL를 단계적으로 50 mL 플라스크에 취하고 염산(1+1) 30 mL 및 요오드화칼륨(300 g/L) 20 mL를 가하고 물을 넣어 50 mL로 만든다. 이하 4.2.4.3과 동일하게 조작하여 비소의 양(mg)과 흡광도와의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

5.0 납, 카드뮴

5.1 개요

시료에 DDTC 용액을 가하여 납 및 카드뮴을 킬레이트화하여 MIBK로 추출한다. 이것을 원자 흡수분광광도법으로 납은 파장 283.3 nm, 카드뮴은 228.8 nm에서 흡광도를 측정하고 납, 카드뮴의 함유량을 구한다. 납, 카드뮴의 유효측정농도는 0.12 mg/kg, 0.006 mg/kg 이상으로 한다.

5.2 시약

폴리염화알루미늄 10.1.2 시약 및 표준용액과 같다. 단, 혼합표준액은 1 µg Pb/mL 1 µg Cd/mL 농도로 조제한다.

5.3 기구 및 장치

폴리염화알루미늄 10.1.3 기구 및 장치와 같다.

5.4 분석절차

5.4.1 이 품목 10 g을 정밀히 달아 100 mL 비이커에 넣고 물 약 40 mL 및 질산 5 mL를 가

하여 시계접시로 덮고 20분간 끓인다. 이 때 마이크로파를 이용한 유기물 분해장치를 이용 할 수 있다.

5.4.2 방냉 후 구연산수소이암모늄용액(500 g/L) 3 mL 및 황산암모늄용액(400 g/L) 15 mL를 가하고 암모니아수(1+5) 혹은 염산(1+3)으로 pH를 5.0~5.2로 하고 DDTC 용액 3 mL를 가하여 혼화한다.

5.4.3 3분간 정치한 후 분별깔때기에 옮겨 넣고 물을 가하여 70 mL로 한다. 이것을 MIBK 30 mL를 가하여 2분간 진탕하고 약 10분간 정치한 후, 수층을 버리고 MIBK층을 시험용액으로 한다.

5.4.4 이 시험용액을 납 증공음극램프를 이용하여 파장 283.3 nm의 흡광도를 측정하고 카드뮴 증공음극램프를 이용하여 파장 228.8 nm의 흡광도를 측정한다.

5.4.5 검정곡선의 작성

혼합표준액(1 µg Pb/mL, 1 µg Cd/mL) 0, 1~10 mL를 단계적으로 100 mL 비이커에 취하고 물을 가하여 약 30 mL로 한다. 이하 5.4.2~5.4.4와 동일하게 조작하여 납, 카드뮴의 양과 흡광도의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

5.5 계산

5.4.5에서 작성한 검정곡선으로부터 5.4.4의 흡광도에 상당하는 납, 카드뮴의 양(µg)으로부터 다음 식에 의해 시료 중의 납, 카드뮴의 농도(mg/kg)를 구한다.

$$\text{납}(mg/kg) = \frac{\text{납의 양}(\mu g)}{\text{시료의 질량}(g)}$$

$$\text{카드뮴}(mg/kg) = \frac{\text{카드뮴의 양}(\mu g)}{\text{시료의 질량}(g)}$$

6.0 크롬

6.1 자외선/가시선 분광법

폴리염화알루미늄의 11.1 자외선/가시선 분광법에 따라 시험한다. 유효측정농도는 0.2 mg/kg 이상으로 한다.

6.2 유도결합플라스마-원자발광분광법

6.2.1 개요

폴리염화알루미늄의 11.2.1 개요와 같다.

6.2.2 시약

폴리염화알루미늄의 11.2.2 시약과 같다.

6.2.3 분석절차

6.2.3.1 이 품목 약 10 g을 정밀히 달아 200 mL의 비이커에 넣고 물 20 mL를 넣어주고 흐르는 물로 식히면서 묽은황산(1:1) 15 mL를 조용히 넣어주고 잘 교반시킨다.

6.2.3.2 수욕상에서 약 1시간 가열하여 식힌 다음 질산 2.5 mL를 넣어 가열판 위에서 조용히 가열하여 흰 연기가 발생하여 거의 건고가 되면 가열을 멈춘다. 이 때 마이크로파를 이용한 유기물 분해장치를 이용 할 수 있다.

6.2.3.3 식힌 다음 물 10~20 mL를 조심스럽게 넣어 녹이고 다시 가열하여 황산의 흰 연기가 발생하여 거의 건고되면 가열을 멈춘다.

6.2.3.4 이 조작을 한번 더 반복한 다음 이하는 폴리염화알루미늄의 시험방법 11.2 크롬의 11.2.4에 따라 시험한다.

6.2.4 계산

작성한 검정곡선으로부터 측정된 발광강도에 해당하는 크롬의 양(μg)을 구하고 다음과 같이 크롬의 농도(mg/kg)을 산출한다.

$$\text{크롬}(mg/kg) = \frac{\text{크롬의 양}(\mu\text{g})}{\text{시료의 질량}(g)}$$

7.0 수은

폴리염화알루미늄의 시험방법 12.0 수은에 따라 시험한다.

8.0 브로메이트

8.1 개요

시료는 0.2 μm 막 여과지를 통과시켜 고체미립자를 제거한 후 전기전도도 검출기로 측정하거나 PCR(post column reactor)을 이용하여 Triiodide로 유도체화 한 후 자외선 검출기(352 nm)로 측정하는 방법이다.

8.2 시약 및 표준용액

8.2.1 정제수

증류 또는 필터과정에 의해 각 이온을 제거하고 0.2 μm 의 막을 통과시킨 물로서 0.2 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 이하의 전도도 값을 갖는 물로 한다.

8.2.2 억제기(suppressor)용 재생액(100 mM H_2SO_4)

진한 황산(sulfuric acid, H_2SO_4 , 분자량 : 98.08) 5.6 mL를 정제수를 사용하여 1 L로 만든다. 재생용액은 서프्रेस러 형태에 좌우되므로 컬럼에 따라 재생용액을 구성한다.

8.2.3 Catalyst 용액(0.002 mM $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)

암모늄 폴리베이트(Ammonium molybdate, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, 분자량 : 1235.86) 0.25 g을 탈기한 정제수에 넣어 100 mL로 만든 후 갈색병에 보관하고 1개월 내에 사용한다.

8.2.3.4 용리액

8.2.3.4.1 용리액(3.2 mM Na_2CO_3 + 1 mM NaHCO_3)

탄산나트륨(Sodium carbonate, Na_2CO_3 , 분자량 : 105.99) 0.339 g과 탄산수소나트륨(Sodium bicarbonate, NaHCO_3 , 분자량 : 84.01) 0.084 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다. 용리액 준비에 사용하는 모든 정제수는 기체를 제거하여 사용한다. 박테리아나 조류(algae) 성장을 최소화하려면 용리액을 어두운 곳에 보관하고 3일 간격으로 새로 만들어 사용한다. 용리액의 선택은 칼럼과 검출기 선택에 따라 조건을 달리 할 수 있다.

8.2.3.4.2 용리액(100 mM H_2SO_4 + 0.0193 mM $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)

1 M 환산 100 mL와 Catalyst 용액 9.65 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 가하여 제조한다. 용리액 준비에 사용하는 모든 정제수는 기체를 제거하여 사용한다. 용리액은 칼럼과 검출기 선택에 따라 조건을 달리 할 수 있다.

8.2.3.4.3 용리액(4 N KOH)

수산화칼륨(Potassium hydroxide, KOH, 분자량 : 56.11) 224.44 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다. 용리액 준비에 사용하는 모든 정제수는 기체를 제거하여 사용한다. 용리액은 칼럼과 검출기 선택에 따라 조건을 달리 할 수 있다.

8.2.3.5 PCR (Post column reagent, 0.27 M KI)

요오드화칼륨(potassium iodide, KI, 분자량 : 166.00) 45 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다. 사용하는 모든 정제수는 기체를 제거하고, 사용 당일 제조하여 사용한다.

8.2.3.6 브롬산염 표준원액(1,000 mg/L)

브롬산나트륨(Sodium bromate, NaBrO_3 , 분자량 : 150.89) 0.1180 g을 정제수에 녹여 100 mL로 만든 것을 표준원액으로 하거나 시판용 표준용액을 사용한다. 제조 후 폴리에틸렌병에 넣어 보관한다.

8.2.3.7 브롬산염 표준용액(10.0 mg/L)

브롬산염 표준원액(1,000 mg/L) 5.0 mL를 500 mL 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 가하여 제조한다.

8.3 기구 및 장치

8.3.1 이온크로마토그래프

일반적으로 이온크로마토그래프의 기본구성은 그림 1과 같이 용리액 저장조, 시료주입기, 펌프, 분리관, 검출기 및 기록계로 되어 있으며 장치의 제조회사에 따라 분리관의 보호 및 감도를 높이기 위하여 분리관 전후에 보호관 및 억제기(suppressor)를 부착시킨다.

8.3.2 펌프

매우 작은 입자로 충전된 분리컬럼에 용리액 및 시료를 전개시키기 위해서는 고압하에서 적량의 유속으로 전개시키는 것이 필요하다. 따라서 펌프는 $150 \text{ kg/cm}^2 \sim 350 \text{ kg/cm}^2$ 압력에서 사용할 수 있어야 하며 시간차에 따른 압력차가 크게 발생하여서는 안 된다.

8.3.3 시료 주입부

일반적으로 미량의 시료를 사용하기 때문에 루프-밸브에 의한 주입방식이 많이 이용되며 시료 주입량은 보통 $20 \mu\text{L} \sim 1,000 \mu\text{L}$ 이다.

8.3.4 분리컬럼

분리컬럼은 길이가 5 cm 이상인 것으로 유리 또는 에폭시 수지로 만든 관에 약 $10 \mu\text{m}$ 의 암모늄 기능기 등을 갖는 음이온교환수지를 충전시킨 것을 사용한다.

8.3.5 보호컬럼(guard column)

분리관과 같은 충전제로 충전시킨 것을 사용한다.

8.3.6 억제기(suppressor)

억제기(suppressor)로 고용량의 양이온 교환수지를 충전시킨 컬럼형과 양이온 교환막으로 된 격막형이 있다.

8.3.7 검출기

분석목적 및 성분에 따라 전기전도도 검출기, 전기화학적 검출기 및 광학적 검출기 등이 있으나 일반적으로 브롬산염 분석에는 전기전도도 검출기 또는 자외선검출기를 사용한다.

8.4 분석절차

8.4.1 전처리

8.4.1 이 품목을 일정 비율로 물로 희석하여 시험액으로 한다.

8.4.2 시료 중에 존재하는 입자상물질을 0.2 μm 막 여과지를 사용하여 제거한다. 필요하다면 이온 교환 카트리지로 염화물, 황산염, 탄산, 탄산수소를 제거한다.

8.4.2 검정곡선의 작성

8.4.2.1 정제수 50 mL를 취하여 100 mL 부피플라스크에 넣은 후 브롬산염 표준용액 (1.0 mg/L) 0, 50, 100, 200, 500, 1000 μL 를 단계적으로 취하여 넣고 정제수로 눈금까지 채운다. 제조한 검정곡선용 표준용액의 농도는 0, 0.0005, 0.001, 0.002, 0.005, 0.01 mg/L에 해당되며 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다.

8.4.2.2 검정곡선용 표준용액을 7.3의 절차에 따라 이온크로마토그래프에 주입하여 크로마토그램을 작성하고 브로메이트의 머무름 시간을 확인한다.

8.4.2.3 브로메이트에 해당하는 피크의 면적 또는 높이를 계산하여 각각 표준용액 농도와의 검정곡선을 작성한다.

8.4.3 측정법

8.4.3.1 이온크로마토그래프의 전체 시스템을 작동시켜 유속을 0.2 mL/min ~ 0.7 mL/min으로 고정시킨 다음 용리액 또는 용리액 및 PCR용액을 흘려보내면서 펌프의 압력 및 검출기의 전도도가 일정하게 유지될 때까지 기다린다.

8.4.3.2 펌프의 압력이 일정하게 유지되고 용리액의 전도도 및 기록계의 바탕선이 안정화되면 시료를 주입하여 크로마토그램을 작성하고 브롬산염의 머무름 시간을 확인한다.

8.4.3.3 브로메이트에 해당하는 피크의 면적 또는 높이를 계산한다.

8.4.3.4 전기전도도검출기로 브로메이트를 분석하였을 시 2 µg/L 보다 높은 브롬산염의 농도는 자외선검출기(352 nm)로 확인한다.

8.4.3.5 시료의 피크 면적 또는 높이가 검정곡선의 상한 값을 초과할 경우에는 시료 일정량을 취하여 적당한 농도로 정확히 희석한 다음 이 용액을 가지고 실험한다.

8.4.4 계산

각 시료에 따른 크로마토그램으로부터 브로메이트에 해당되는 피크의 면적 또는 높이를 측정하여 피크의 면적으로부터 다음의 식을 사용하여 농도를 계산한다.

$$\text{브로메이트(mg/kg)} = \frac{\text{브로메이트의 양}(\mu\text{g}) \times \text{희석배수}}{\text{시료량(g)}}$$

8.4.5 부록

표 1. 브롬산염의 이온크로마토그래피 실험조건 예(전기전도도검출기)

| 항 목 | 조 건 |
|---------|--|
| 컬럼 | AS19 Analytical column (4×250 mm), AG19 Guard column(4×50 mm) |
| 용리액(유속) | 10~45 mM KOH(gradient eluent, 1.0 mL/min) |
| 주입양 | 1000 µL |
| 검출기 | 전기전도도 검출기 |

표 2. 브롬산염의 이온크로마토그래피 실험조건 예(자외선검출기)

| 항 목 | 조 건 |
|---------|--|
| 컬럼 | Metrosep A Supp16 (10 cm 길이 × 4.0 mm 안지름) |
| 용리액(유속) | 100 mM H ₂ SO ₄ + 0.0193 mM (NH ₄) ₆ Mo ₇ O ₂₄ ·4H ₂ O(0.7 mL/min) |
| PCR(유속) | 0.27 M KI (0.2 mL/min) |
| 주입 양 | 1.0 mL |
| 검출기 | UV/VIS 검출기(352 nm) |

9.0 클로레이트

9.1 개요

이 시험방법은 클로레이트를 전도도검출기(conductivity detector)가 장착된 이온크로마토그래프를 이용하여 분석하는 방법이다.

9.2 분석기기 및 기구

9.2.1 이온크로마토그래프

9.2.1.1 이온크로마토그래프 컬럼은 alkanol quaternary ammonium 작용기를 포함한 다공성 비드로 채워진 것으로 직경이 2 mm ~ 4 mm, 길이가 250 mm인 음이온 교환 컬럼 또는 동등한 분리성능을 가진 컬럼으로 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 사용한다.

9.2.1.2 이온크로마토그래프 컬럼에서 용리된 각 성분이 검출기에 들어가기 전에 용리액 자체의 전도도를 감소시키고 목적성분의 전도도를 증가시켜 높은 감도로 음이온을 분석하기 위해 제거장치(서프래서)를 사용한다. 고용량의 양이온 교환수지를 충전시킨 컬럼형과 양이온 교환막으로 구성된 격막형의 서프래서를 사용할 수 있다.

9.2.1.3 음이온 분석에 주로 사용되는 전기전도도검출기, UV검출기, 전기화학적검출기(amperometry, AD) 또는 질량분석기를 사용할 수 있다.

9.2.1.4 용리액은 수산화칼륨 수용액을 적절한 농도(10 mM ~ 50 mM)로 사용하며 유량은 컬럼의 내경에 따라 0.2 mL/min ~ 1 mL/min로 조작하여 사용한다.

9.3 시약 및 표준용액

9.3.1 시약

9.3.1.1 정제수

시약용 정제수를 사용하거나, 증류 또는 필터과정에 의해 각 이온을 제거하고 0.2 μm의 막을 통과시킨 물로서 18 MΩ 또는 그 이상의 물을 사용한다. 단, 바탕시험 할 때 분석화합물의 피

크 부근에 불순물 피크가 없는 것을 사용한다.

9.3.1.2 용리액(9.0 mM Na₂CO₃)

기기모델 및 부속품에 따라 카보네이트 용리액을 사용해야 할 경우, EPA method 300.1 및 EPA method 317.0 (ver. 2.0)에서 탄산나트륨을 사용하였으며, 조제방법은 다음과 같다.

탄산나트륨(sodium carbonate, Na₂CO₃, 분자량 : 105.99) 1.91 g을 물에 녹여 2 L로 한다. 용리액 준비에 사용하는 모든 정제수는 가스를 제거하여 사용하고 작동 중에는 헬륨을 불어넣어 공기의 유입을 막는 것이 좋다.

9.3.1.3 용리액(50 mM KOH)

진한 수산화칼륨(potassium hydroxide, KOH, 분자량 : 56.10)용액을 정제수로 희석하여 50 mM 수산화칼륨 용리액을 조제한다. 수산화칼륨으로 조제할 경우 탄산이온이 용존되어 방해작용을 일으키므로 가급적 진한 수산화칼륨용액을 사용하는 것이 바람직하다. 50 mM 수산화칼륨 용리액은 50 % 수산화칼륨용액 11.5 g을 정제수에 녹여 2 L로 하여 제조한다. 경우에 따라 적절한 농도로 희석하여 사용한다.

9.3.2 표준용액

9.3.2.1 클로레이트 표준원액(1,000 mg/L)

데시케이터 안에서 건조된 염소산나트륨(sodium chlorate, NaClO₃, 분자량 : 106.44) 127.5 mg을 정확히 달아 정제수에 녹여 100 mL로 하거나 시판용 표준용액을 사용한다. 이 용액 1 mL에는 클로레이트 1.0 mg을 함유한다. 제조 후 유리병에 넣어 2 °C ~ 6 °C로 저장하면 한 달 동안 안정하다.

9.3.2.2 클로레이트 표준용액(100 mg/L)

클로레이트 표준원액(1,000 mg/L) 50 mL를 500 mL 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 가하여 제조한다. 이 용액 1 mL는 클로레이트 0.1 mg을 함유한다.

9.4 검정곡선의 작성 및 검증

9.4.1 정량범위 내 5개의 농도에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수(R^2)가 0.98 이상 또는 감응계수의 상대표준편차가 25 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 재작성한다.

9.4.2 검정곡선의 직선성을 검증하기 위하여 검정곡선을 작성할 때에는 정량범위를 0.03 mg/L ~ 0.7 mg/L로 한다. 그러나 측정값이 이 농도범위를 벗어날 경우에는 시료를 묽혀서 다시 분석한다.

9.4.3 검정곡선의 감응계수를 검증하기 위하여 검정곡선의 중간 농도에서 한 농도를 선택하여 감응계수를 구하여 그 값의 변화가 25 % 이내에서 일치하여야 한다. 만약 이 범위를 넘는 경우, 검정곡선을 재작성한다.

9.5 분석절차

9.5.1 전처리

9.5.1.1 이 품목을 일정 비율로 물로 희석하여 시험액으로 한다.

9.5.1.2 시료의 전기전도도를 측정하여 간섭이온(염소이온, 황산이온, 탄산이온)의 영향을 확인한다.

9.5.1.3 시료 중에 존재하는 입자상물질을 0.2 μm 막 여과지를 사용하여 제거한다. 예비 농축이 필요한 경우 사전에 일정 비로 농축하여 여과한다.

9.5.1.4 전기전도도를 측정하여 간섭이온의 농도가 높을 경우 $-\text{Ba} \rightarrow -\text{Ag} \rightarrow -\text{H}$ 순으로 카트리지를 사용하여 간섭이온(황산이온, 염소이온, 탄산 및 금속이온)을 제거한다. 카트리지로 여과할 때에는 미리 정제수 약 10 mL로 카트리지를 여과 후 시료를 여과한다. 이때 처음의 약 6 mL는 버린 후 여과액을 시료로 사용한다.

9.6 검정곡선의 작성

9.6.2.1 정제수 50 mL를 취하여 100 mL 부피플라스크에 넣은 후 클로레이트 표준용액(100 mg/L) 0.03 mL ~ 0.7 mL를 단계적으로 취하여 넣고 정제수로 눈금까지 채운다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다. 표준시료 1 mL를 각 농도에 따라 이온

크로마토그래프에 주입한다.

9.6.2.2 클로레이트의 농도(C_x)를 취하여 가로축(x 축)에, 클로레이트의 피크 면적(A_x)을 세로축(y 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

[주 1] 피크의 면적 대신 피크의 높이를 사용할 수 있으나 피크 면적을 사용하는 것이 바람직하다.

9.7 측정법

9.7.1 이온크로마토그래프의 전체 시스템을 작동시킨 다음 용리액을 흘려보내면서 펌프의 압력 및 검출기의 전도도가 일정하게 유지될 때까지 기다린다.

9.7.2 펌프의 압력이 일정하게 유지되고 용리액의 전도도 및 기록계의 바탕선이 안정화되면 시료를 주입하여 크로마토그램을 작성하고 각 음이온들의 머무름 시간을 확인한다.

9.7.3 각 음이온에 해당하는 피크의 면적 또는 높이를 계산한다.

9.7.4 시료의 피크 면적 또는 높이가 검정곡선의 상한 값을 초과할 경우에는 시료 일정량을 취하여 적당한 농도로 정확히 희석한 다음 이 용액을 가지고 실험한다.

9.8 계산

각 시료에 따른 크로마토그램으로부터 클로레이트에 해당되는 피크의 면적 또는 높이를 측정하여 피크의 면적으로부터 다음의 식을 사용하여 농도를 계산한다.

$$\text{클로레이트(mg/kg)} = \frac{\text{클로레이트의 양}(\mu\text{g}) \times \text{희석배수}}{\text{시료량(g)}}$$

9.9 부록

표 1. 클로레이트의 이온크로마토그래프 실험조건(예)

| 항 목 | 조 건 |
|-----------------------|---|
| Sample loop | 1000 μ L |
| Eluent | 10 mM ~ 50 mM KOH |
| Flow rate | 1.0 mL/min |
| Column | IonPac AG19 4 mm x 50 mm AS19, 4 mm x 250 mm |
| Suppressor | ASRS ULTRAI, 4 mm (외부정체수 주입모드) |
| Detector | Suppressed conductivity detector |
| Total analytical time | 30 min |

4. 이산화염소

2013

(Chlorine Dioxide : ClO₂)

<사용기준>

이 품목은 이산화염소 발생기에서 제조된 가스상의 이산화염소로서 이산화염소와 그 부산물의 총량이 1.0 mg/L를 넘지 않도록 사용하여야 한다.

5. 오존
(Ozone : O₃)

2013

6. 현장제조염소 (On-site oxidant generation)

2013

<성분규격 기준>

| 항목 | 기준 | | | |
|---------|---------------------------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1종 | | 2종 | |
| 성상 | 이 품목은 담황색의 투명한 액체이다. | | | |
| 확인시험 | 확인시험법에 따라 시험할 때 적합하여야 한다. | | | |
| 유효염소 | 12% 이상 | 12% 미만 | 12% 이상 | 12% 미만 |
| 유리알칼리 | 2% 이하 | 2% 이하 | 2% 이하 | 2% 이하 |
| 비소(As) | 1 mg/kg 이하 | 1 mg/kg 이하 | 1 mg/kg 이하 | 1 mg/kg 이하 |
| 납(Pb) | 1 mg/kg 이하 | 1 mg/kg 이하 | 1 mg/kg 이하 | 1 mg/kg 이하 |
| 카드뮴(Cd) | 1 mg/kg 이하 | 1 mg/kg 이하 | 1 mg/kg 이하 | 1 mg/kg 이하 |
| 크롬(Cr) | 2 mg/kg 이하 | 2 mg/kg 이하 | 2 mg/kg 이하 | 2 mg/kg 이하 |
| 수은(Hg) | 0.2 mg/kg 이하 | 0.2 mg/kg 이하 | 0.2 mg/kg 이하 | 0.2 mg/kg 이하 |
| 브로메이트 | 12 mg/kg 이하 | 유효염소 비례치 적용 | 100 mg/kg 이하 | 유효염소 비례치 적용 |
| 클로레이트 | 2,000 mg/kg 이하 | 유효염소 비례치 적용 | 10,000 mg/kg 이하 | 유효염소 비례치 적용 |

<제조기준>

이 품목은 현장제조염소 발생기로 소금을 전기분해하여 생성된 차아염소산, 차아염소산나트륨 또는 이들의 혼합물로 구성된 액체로서, 원료가 되는 소금은 「식품의 기준 및 규격」(식품의약품안전처 고시)(12-6 식염의 식품유형 중 재제소금(재제조소금), 정제소금, 기타소금)에 적합한 것을 사용하여야 한다.

<사용기준>

이 품목은 제조 후 시간이 지나면서 유효염소는 감소하고 클로레이트는 증가할 수 있으므로 서늘한

곳에 보관하고 가급적 제조후 1개월 이내에 사용한다.

<품질검사>

수도사업자는 소금이 신규 입고될 때의 제조된 현장염소 검사를 포함하여 월 1회 이상 성분규격에 대한 자가품질검사를 실시한다

1.0 확인시험

차아염산나트륨의 1.0 확인시험에 따른다.

2.0 유효염소

차아염산나트륨의 2.0 유효염소에 따른다.

3.0 유리알칼리

차아염산나트륨의 3.0 유리알칼리에 따른다.

4.0 비소

차아염산나트륨의 4.0 비소에 따른다.

5.0 납, 카드뮴

차아염산나트륨의 5.0 납, 카드뮴에 따른다.

6.0 크롬

차아염산나트륨의 6.0 크롬에 따른다.

7.0 수은

차아염산나트륨의 7.0 수은에 따른다.

8.0 브로메이트

차아염산나트륨의 8.0 브로메이트에 따른다.

9.0 클로레이트

차아염산나트륨의 9.0 클로레이트에 따른다.

7. 과산화수소

2013

(Hydrogen peroxide, H₂O₂)

<성분규격 기준>

| 항목 | 기준 |
|-----------------------|----------------------------|
| 성상 | 이 품목은 무색투명한 액체로 약간 냄새가 있다. |
| 확인시험 | 확인시험법에 따라 시험할 때 적합하여야 한다. |
| 과산화수소 | 20.0~70.0 % |
| 유리산 | 0.05 % 이하 |
| 증발잔류물 | 300 mg/kg 이하 |
| 인산염(PO ₄) | 60 mg/kg 이하 |
| 안정도 | 97 % 이상 |
| 비소(As) | 1 mg/kg 이하 |
| 납(Pb) | 1 mg/kg 이하 |
| 카드뮴(Cd) | 1 mg/kg 이하 |
| 크롬(Cr) | 1 mg/kg 이하 |
| 수은(Hg) | 1 mg/kg 이하 |
| 셀레늄(Se) | 1 mg/kg 이하 |

주1) 납, 비소, 카드뮴, 크롬, 수은, 셀레늄은 과산화수소 100 % 환산기준임

<사용기준>

과산화수소는 최종 정수처리 후에 분해 또는 제거하여야 하며 후속공정으로 입상활성탄과 염소처리 공정이 따라야 한다.

1.0 확인시험

1.1.1 이 품목의 1 % 수용액을 pH 시험할 때 산성을 나타낸다.

1.1.2 이 품목의 수용액(1→10) 1mL에 묽은 황산 5 mL 및 0.1 N 과망간산칼륨 용액 1 mL를 넣으면 거품이 일고 색이 없어진다.

2.0 과산화수소

2.1 개요

2.2 시약

2.2.1 묽은 황산(1:15)

2.2.2 과망간산칼륨용액(0.1 N)

과망간산칼륨 약 3.2 g을 약 1,100 mL의 물에 녹여 1~2시간 조용히 끓인 다음 하루 동안 암소에서 방치하고 유리여과기에 여과하여 깨끗한 갈색병에 암소에 보관한다.

2.2.2.1 과망간산칼륨용액(0.1 N) 표정

150~200 °C에서 1시간 건조하여 황산테시케이터에서 식힌 수산나트륨(표준시약) 약 0.3 g을 정밀히 달아 500 mL 삼각플라스크에 넣고 물 200 mL를 넣어 녹인 다음 황산(1+1) 10 mL를 넣고 열판상에서 60~80 °C로 액을 유지하면서 조제한 과망간산칼륨 용액으로 적정한다. 처음에 약 40mL는 신속하게 넣어 반응시키고 다음에는 서서히 적정하여 과망간산칼륨의 옅은 홍색이 약 30초간 지속되면 종말점으로 한다. 따로 물 200 mL를 취하여 같은 방법으로 시험하고 보정한다.

$$0.1 \text{ N 과망간산칼륨용액 } 1 \text{ mL} = 6.700 \text{ mg Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$$

2.3 분석절차

2.3.1 무게다는 병¹⁾에 물 약 5 mL를 넣어 정밀히 무게를 달고(a), 여기에 이 품목 약 1 mL를 넣어 정밀히 무게를 단다(b).

2.3.2 이것을 250 mL 부피플라스크¹⁾에 물로 완전히 씻어 넣고 물로 눈금까지 채운다. 그 중 20 mL를 500 mL 삼각플라스크에 정확히 취하여 묽은 황산(1:15) 20 mL를 넣고 0.1 N 과망간산칼륨 용액으로 적정한다. 30초 동안 미홍색이 유지될 때까지 적정한다.

2.4 계산

$$\text{과산화수소(\%)} = \frac{V(\text{mL}) \times f \times 0.0017}{(b-a) \times \frac{20}{250}} \times 100$$

여기서, 0.0017 : 0.1 N 과망간산칼륨 용액 1mL에 상당하는 과산화수소 양(g)

V : 0.1 N 과망간산칼륨 용액 적정량(mL)

f : 0.1 N 과망간산칼륨 용액의 규정도 계수

주¹⁾ 과산화수소와 반응성이 없는 경질유리병을 물로 충분히 씻고 수산화나트륨용액(약 10 %)을 가득 채우고 1시간 이상 방치한 다음 다시 물로 씻어 질산(1:7)을 채우고 3시간 방치한 후 물로 충분히 씻어 건조한 후 사용한다.

3.0 유리산(as H₂SO₄)

3.1 개요

3.2 시약

3.2.1 수산화나트륨용액

제4장 2.용량분석용 표준용액에서 0.5 N 수산화나트륨 용액을 취하여 새로 끓여서 식힌 정제수로 5배 희석한다.

3.2.2 메틸레드용액(0.2%)

메틸레드 0.2 g을 에틸알코올(95 %) 90 mL에 녹이고, 물을 넣어 100 mL로 한다.

3.3 분석절차

3.3.1 이 품목 약 30 g을 무게다는 병¹⁾에 정밀히 달아 500 mL 삼각플라스크에 넣고 무탄산수 약 150mL를 넣는다.

3.3.2 3.3.1에 지시약으로 메틸레드 용액(0.2%) 2~3방울 넣고, 0.1 N 수산화나트륨 용액으로 적정하여 액의 색이 노란색으로 변하는 점을 종말점으로 한다.

3.4 계산

다음 식에 따라 유리산(H₂SO₄로서)(%)을 구한다.

$$\text{유리산(\%)} = \frac{V(\text{mL}) \times f \times 0.0049}{\text{시료량(g)}} \times 100$$

4.0 증발잔류물

4.1 개요

4.2 시약

4.3 분석절차

4.3.1 이 품목 약 30 g을 정밀히 달아 미리 105~110 °C에서 건조하고 데시케이터에서 식힌 후 무게(a)를 단 백금 증발접시 또는 자기 증발접시²⁾에 넣는다.

4.3.2 4.3.1에 물 10 mL를 넣고, 수욕상에서 조용히 가열하여 증발 건조시킨다. 다음 잔류물을 105~110 °C에서 2시간 건조시키고, 데시케이터에서 식힌 다음 무게(b)를 달아 증발접시의 전후 무게 차(c, mg)를 구하여 시료중의 증발잔류물의 농도(mg/kg)를 산출한다.

4.4 계산

$$\text{증발잔류물(mg/kg)} = \frac{c \text{ (mg)}}{\text{시료량(g)}} \times 1000$$

주²⁾ 자기증발접시를 사용할 경우 백금박 또는 백금선을 넣어 주어야 한다.

5.0 인산염

5.1 개요

5.2 시약 및 표준용액

5.2.1 진한염산

5.2.2 묽은 황산(1→6)

5.2.3 몰리브덴산암모늄용액(1→20)

5.2.4 1-아미노-2-나프톨-4-설폰산용액

1-아미노-2-나프톨-4-설폰산 0.2 g에 아황산수소나트륨 용액(3→20) 195mL 및 아황산나트륨 (무수) 용액(1→5) 5 mL를 넣어 녹이고 필요하면 여과한다. 마개를 하여 차고 어두운 곳에 보존한다. 만든 다음 10일 이내에 사용한다.

5.2.5 인산염표준용액(0.1 mg PO₄/mL)

인산일칼륨(KH₂PO₄) 143.3 mg을 물에 녹여 100 mL로 하고 그 중 10 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 액 1 mL는 PO₄ 0.1 mg을 함유한다.

5.3 분석절차

5.3.1 이 품목 10 g을 정밀히 달아 50 mL 플라스크에 넣고 염산 3 mL를 넣어 수욕상에서 조용히 가열하여 증발건고하고, 잔류물에 따뜻한 물 약 30 mL를 넣어 녹이고 50 mL 부피플라스크에 넣고 식히어 시험용액으로 한다.

5.3.2 시험용액 5mL를 네슬러관에 취하여 여기에 묽은 황산(1→6) 4mL 및 몰리브덴산암모늄 용액(1→20) 1mL를 넣어 잘 흔들어 섞고 3분간 방치한 다음 1-아미노-2-나프톨-4-설폰산 용액 1mL를 넣어 흔들어 섞고 60℃ 수욕 중에 30분간 가온한 다음 흐르는 물로 식힌 후 이 액을

흡수셀(10 mm)에 넣어 파장 660 nm 부근에서 흡광도를 측정한다. 따로 바탕시험을 한다.

5.3.3 검정곡선은 인산염 표준용액 1~10 mL를 각각 50 mL 부피플라스크에 단계적으로 취한 다음 물로 표선을 맞춘다. 이하 5.3.2와 같은 방법으로 검정곡선을 작성한다.

5.3.4 검정곡선과 시료용액의 흡광도로 시험용액중의 인산염의 농도(mg/kg)을 구하기 위해 다음 식에 따라 계산한다.

5.4 계산

$$\text{인산염 (PO}_4\text{, mg/kg)} = \frac{\text{인산염의 양(ug)}}{\text{시료량(g)}}$$

6.0 안정도

6.1 개요

6.2 분석절차

6.2.1 이 품목을 경질 50mL 부피플라스크³⁾에 눈금까지 넣고 끓는 물중탕 속에서 눈금이 물중탕의 수면까지 잠기도록 하여 5시간 가열한다.

6.2.2 냉각 후 물을 눈금까지 넣고 즉시, 2.0 과산화수소에 따라 과산화수소를 정량한다.

주³⁾ 물로 충분히 씻고 수산화나트륨용액(약 10 %)을 가득 채우고 1시간 이상 방치한 다음 다시 물로 씻어 질산(1:7)을 채우고 3시간 방치한 후 물로 충분히 씻고, 마지막에 시료로 씻는다.

6.3 계산

다음 식에 따라 안정도(%)를 계산한다.

$$H(\%) = \frac{J'}{J} \times 100$$

여기에서 H : 안정도(%)

J' : 5시간 가열후의 과산화수소(%)

J : 2.0 과산화수소에 따른 과산화수소(%)

7.0 비소

7.1 자외선/가시선 분광법

7.1.1 시약 및 표준용액

폴리염화알루미늄 9.1.1 시약 및 표준용액 과 같다.

7.1.2 분석절차

7.1.2.1 이 품목 10 g을 정밀히 달아 100 mL 비커에 넣고 수 mL의 물을 넣어 증발시킨 후¹⁾ 냉각시키어 50 mL 부피플라스크에 넣고 표선까지 물로 채워 시험용액으로 한다.

7.1.2.2 시험용액 20 mL를 취하여 비소시험장치의 발생병에 넣고 염산 5 mL 및 물을 넣어 약 40 mL로 한다. 이하는 폴리염화알루미늄의 시험방법 9.1 비소의 자외선/가시선 분광법에 따라 시험한다.

주¹⁾ 비소가 손실되지 않도록 완전히 건조시키지 않는다.

7.1.3 계산

다음 식에 따라 시료중의 비소의 농도(mg/kg)를 계산한다.

$$\text{비소(mg/kg)} = \frac{\text{비소의 양}(\mu\text{g})}{\text{시료량(g)} \times \frac{20}{50}} \times \frac{100}{C}$$

여기서, C : 2.0 과산화수소에 따른 과산화수소의 함량(%)

7.2 원자흡수분광광도법

7.1.2.1의 시험용액으로 폴리염화알루미늄의 9.2에 따른다.

7.2 유도결합플라스마-원자발광분광법

7.1.2.1의 시험용액으로 폴리염화알루미늄의 9.3에 따른다.

8.0 납, 카드뮴, 크롬

8.1 원자흡수분광광도법

8.1.1 시약 및 표준용액

폴리염화알루미늄 10.1.2 및 11.1.2에 따른다.

8.1.2 시약 및 표준용액

8.1.2.1 납 표준원액(0.1 mg Pb/mL)

질산납 0.160 g을 정밀히 취하여 100 mL 비커에 옮겨 넣고 묽은 질산(1→10) 100 mL에 녹이고 1 L 부피플라스크에 넣고 물로 1 L를 만든다. 또는 시판용 표준용액을 사용한다.

8.1.2.2 카드뮴 표준원액(0.1 mg Cd/mL)

금속 카드뮴(99.9 wt% 이상) 0.1 g을 정밀히 취하여 100 mL 비커에 옮겨 넣고 묽은 질산(1→10) 100 mL에 가열하여 녹여 식힌 다음 1 L 부피플라스크에 넣고 물로 1 L를 만든다. 또는 시판용 표준용액을 사용한다.

8.1.2.3 크롬 표준원액(0.1 mg Cr/mL)

중크롬산칼륨 0.283 g을 정밀히 취하여 100 mL 비커에 옮겨 넣고 묽은 질산(1→10) 100 mL에 녹이고 1 L 부피플라스크에 넣고 물로 1 L를 만든다. 또는 시판용 표준용액을 사용한다.

8.1.2.4 혼합표준용액(0.01 mg Pb/mL, 0.01 mg Cd/mL, 0.01 mg Cr/mL)

납 표준원액(0.1 mg Pb/mL), 카드뮴 표준원액(0.1 mg Cd/mL) 및 크롬 표준원액(0.1 mg Cr/mL)을 각각 10 mL 취하여 질산(1+12)으로 100 mL를 만든다.

8.1.3 분석절차

8.1.3.1 품목 약 50 g을 정밀히 달아 200 mL 비커에 넣고 수 mL의 물을 넣어 증발 건조한다. 식힌 후 질산 1 mL를 넣어 녹이고 수 mL의 물을 넣어 50 mL 부피플라스크에 옮기고 물로 표선까지 채워 이를 시험용액으로 한다.

8.1.3.2 검정곡선은 혼합표준용액(0.01 mg/mL) 0, 1.0~20.0 mL를 단계적으로 취하여 50 mL 부피플라스크에 넣고 물로 표선까지 채운다.

8.1.3.3 시험용액은 원자흡수분광광도계로 납은 파장 283.3 nm, 카드뮴은 파장 228.8 nm, 크롬은 357.9 nm에서 각각의 흡광도를 측정하고 따로 작성한 검정곡선으로부터 납, 카드뮴 및 크롬의 양(μg)을 구하고 8.4에 따라 시료 중의 납, 카드뮴 및 크롬의 농도(mg/kg)를 산출한다. 바탕시험은 50 mL 부피플라스크에 적당량의 물과 질산 1 mL를 넣은 후 물로 표선을 맞추어 보정한다.

8.1.4 계산

$$\text{납, 카드뮴, 크롬(mg/kg)} = \frac{\text{납, 카드뮴, 크롬의 양}(\mu\text{g})}{\text{시료량 (g)}} \times \frac{100}{C}$$

여기서, C : 2.0 과산화수소에 따른 과산화수소의 함량(%)

8.2 유도결합플라즈마-원자발광분광법

8.1.3.1 시험용액으로 폴리염화알루미늄 10.2 및 11.2에 따른다.

9.0 수은

폴리염화알루미늄의 시험방법 12.0 수은에 따라 시험하며 과산화수소 함량을 환산하여 계산한

다. 다만, 검정곡선에서 수은 표준용액(0.001mg Hg/mL)을 사용한다.

10.0 셀레늄

10.1 개요

7.0 비소의 시험용액에서 20 mL를 정확히 취하여 염산 10 mL를 넣고 약 15분간 방치한 후 발생한 수소화셀레늄과 흡광도의 관계를 구하며 유효측정농도는 1.25 mg/kg 이상으로 한다.

10.1.2 표준용액

10.1.2.1 셀레늄 표준원액(0.1mg/mL)

이산화셀레늄(SeO_2) 0.1405g을 물에 녹여 1 L로 하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

10.1.2.2 셀레늄 표준용액(0.001mg/mL)

셀레늄 표준원액(0.1 mg/mL)을 10 mL 취하여 1 L로 한다.

10.1.3 분석절차

10.1.3.1 7.0 비소의 시험용액에서 20 mL를 정확히 취하여 수소화셀레늄의 반응용기에 넣고 염산 10 mL를 넣고 약 15분간 방치한다.

10.1.3.2 이 반응용기를 원자흡수분광광도계에 연결하고, 4방향 코크를 조작하여 아연분말정제 1개를 신속히 반응용기에 넣고 자석교반기로 저어주어 수소화셀레늄을 발생시킨다.

10.1.3.3 발생한 수소화셀레늄을 아르곤(또는 질소)-수소불꽃에 도입하여 파장 196.0 nm에서 흡광도를 측정하며 따로 작성한 검정곡선으로부터 셀레늄의 양을 구한다.

10.1.3.4 바탕시험은 시료대신 물을 사용하여 시험용액과 같은 방법으로 시험하여 보정한다. 검정곡선은 셀레늄 표준용액(0.001mg Se/mL) 1~10mL를 단계적으로 수소화셀레늄의 반응용기에 넣고 각각에 물을 넣어 20 mL로 하여 시험용액과 같은 방법으로 시험하여 셀레늄의 양과 흡광도와의 관계를 구한다.

10.1.4 계산

다음 식에 따라 시료중의 셀레늄 농도(mg/kg)를 계산한다.

$$\text{셀레늄(mg/kg)} = \frac{\text{셀레늄의 양}(\mu\text{g})}{\text{시료량(g)} \times \frac{20}{50}} \times \frac{100}{C}$$

여기서, C : 2.0 과산화수소에 따른 과산화수소의 함량(%)

제2장 품목별 기준 및 규격

III. 부식억제제

부식억제제 (Corrosion inhibitor)

2013

1.0 분류

| 종류 | | 유효성분 및 성상 |
|----|----|---|
| 1종 | 1호 | 유효주성분이 인산염으로서 상온에서 무색-백색 또는 청색의 유리모양의 덩어리, 조각 또는 백색 분말인 것 |
| | 2호 | 유효주성분이 인산염으로서 상온에서 무색-백색의 액체인 것 |
| 2종 | 1호 | 유효주성분이 규산염으로서 상온에서 무색-백색 또는 청색의 유리모양의 덩어리, 조각 또는 백색 분말인 것 |
| | 2호 | 유효주성분이 규산염으로서 상온에서 무색-백색의 액체인 것 |
| 3종 | 1호 | 유효주성분이 인산염과 규산염을 혼합한 것으로서 상온에서 무색-백색 또는 청색의 유리모양의 덩어리, 조각 또는 백색 분말인 것 |
| | 2호 | 유효주성분이 인산염과 규산염을 혼합한 것으로서 상온에서 무색-백색의 액체인 것 |

2.0 규격기준

2.1 함량

| 종 류 | | 함 량 |
|-----|----|---|
| 1종 | 1호 | 인산염(P_2O_5 로서) 53% 이상, 표시량(± 1) 이내이어야 한다. |
| | 2호 | 인산염(P_2O_5 로서) 11% 이상, 표시량(± 1) 이내이어야 한다. |
| 2종 | 1호 | 규산염(SiO_2 로서) 64% 이상, 표시량(± 1) 이내이어야 한다. |
| | 2호 | 규산염(SiO_2 로서) 13% 이상, 표시량(± 1) 이내이어야 한다. |
| 3종 | 1호 | 인산염(P_2O_5 로서), 규산염(SiO_2 로서) 양성분을 합하여 58% 이상, 표시량(± 1) 이내이어야 한다. |
| | 2호 | 인산염(P_2O_5 로서), 규산염(SiO_2 로서) 양성분을 합하여 12% 이상, 표시량(± 1) 이내이어야 한다. |

2.2 순도시험

| 종 류 | 정인산염 | 비소(As) | 납(Pb) | 카드뮴(Cd) | 수은(Hg) | pH | |
|-----|------|--------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------|
| 1종 | 1호 | 진한 황색을 나타내서는 아니된다 | 2 mg/kg 이하 | 15 mg/kg 이하 | 2 mg/kg 이하 | 0.2 mg/kg 이하 | 5.8~9.4 |
| | 2호 | 황색의 침전물을 생성하지 않을 것 | 고상으로 환산하여 1종1호에 비례한 값 | 5.8~9.4 |
| 2종 | 1호 | - | 2 mg/kg 이하 | 15 mg/kg 이하 | 2 mg/kg이하 | 0.2 mg/kg이하 | 10.5~12.0 |
| | 2호 | - | 고상으로 환산하여 2종1호에 비례한 값 | 10.5~12.0 |
| 3종 | 1호 | 진한 황색을 나타내서는 아니된다 | 2 mg/kg이하 | 15 mg/kg이하 | 2 mg/kg이하 | 0.2 mg/kg이하 | 5.8~12.0 |
| | 2호 | 황색의 침전물을 생성하지 않을 것 | 고상으로 환산하여 3종1호에 비례한 값 | 5.8~12.0 |

2.0 정량법

2.1 인산염

2.1.1 개요

시료를 산처리하고 물로 희석한 후 바나딘산몰리브덴산 용액으로 발색시켜 400 nm에서 흡광도를 측정하여 인산염의 함유량을 구한다.

2.1.2 시약 및 표준용액

2.1.2.1 바나딘산몰리브덴산용액

바나딘산암모늄 1.12 g을 온탕 약 300 mL에 녹이고 질산 250 mL를 넣고 이에 몰리브덴산암모늄 분말 27 g을 온탕 약 400 mL에 녹인 액을 섞고 식힌 다음 물을 넣어 1 L로 한다. 착색

한 병에 넣어 보존하고 3~4일 경과한 후에 사용한다.

2.1.2.2 무수인산 표준용액

제1인산칼륨을 데시케이터(황산)안에서 24 시간이상 건조한 다음 1.917 g을 취하여 소량의 물에 녹인 다음 6 N 질산 3 mL 및 물을 넣어 1 L로 한다. 이 액 100 mL에 물을 넣어 1 L로 한다. 이 액 1 mL는 무수인산(P_2O_5) 0.1 mg을 함유한다.

2.1.3 분석절차

2.1.3.1 이 품목 약 1 g을 정밀히 달아 물 50 mL 및 질산 10 mL를 넣고 시계접시를 덮고 증발하는 물을 보충하며, 약 30분간 끓이고 식힌 다음 물을 넣어 100 mL로 한다.

2.1.3.2 이 액 10 mL를 취하여 물을 넣어 500 mL로 한 다음 다시 이 액 10 mL를 취하여 바나딘산 폴리브덴산용액 20 mL 및 물을 넣어 100 mL로 하여 잘 흔들어 섞고 30분간 방치한 다음 이 액을 시험용액으로 하여 액층 1 cm, 파장 400 nm 부근에서 흡광도를 측정한다.

2.1.3.3 따로 바탕시험은 물 10 mL를 시험용액과 같은 방법으로 시험하여 보정한다.

2.1.3.4 검정곡선은 오산화인 표준용액(0.1 mg P_2O_5 /mL) 5.0, 6.0, 7.0~15.0 mL를 각각 취한 다음 바나딘산폴리브덴산용액 20 mL 및 물을 넣어 100 mL로 하고 30분간 방치한 다음 오산화인의 양과 흡광도와의 관계를 구한다.

2.1.4 계산

검정곡선과 시험용액의 흡광도로 시험용액중의 오산화인의 함량(a, mg)을 구하고, 다음 식에 따라 인산 함유량(%)을 계산한다.

$$\text{무수인산}(P_2O_5, \%) = \frac{a}{\text{시료량}(mg) \times \frac{10}{100} \times \frac{10}{500}} \times 100$$

2.2 규산염

2.2.1 개요

불화수소산과 황산에 의해 소실된 규산량으로 규산염의 함유량을 측정한다.

2.2.2 시약

2.2.2.1 염산

2.2.2.2 과염소산

2.2.2.3 불화수소산

2.2.2.4 황산

2.2.3 기구 및 장치

2.2.3.1 건조 오븐

2.2.3.2 백금 도가니

2.2.4 분석절차

2.2.4.1 이 품목을 105 °C에서 2시간 건조한 다음 약 500 mg을 정밀히 달아 250 mL 비이커에 넣는다.

2.2.4.2 비이커의 내벽을 소량의 물로 씻은 다음 72 % 과염소산 30 mL 및 염산 15 mL를 넣어 진한 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다.

2.2.4.3 식힌 다음 다시 염산 15 mL을 넣고 가열하여 물 70 mL를 넣고 왓트만 No. 40 또는 동종의 여지로 여과한다.

2.2.4.4 과염소산이 없어질 때까지 뜨거운 물로 여지와 잔류물을 씻고 그 여지와 잔류물을 미

리 무게를 단 백금도가니에 옮긴다.

2.2.4.5 백금도가니에 있는 여지와 잔류물을 탄화시킨 다음 900 °C에서 항량이 될 때까지 강열하고 식혀 칭량한다.(a)

2.2.4.6 잔류물을 소량의 물로 적시고 불화수소산 15 mL와 황산 8방울을 넣어 가열판에서 아황산의 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다.

2.2.4.7 방냉 후 물 5 mL, 불화수소산 10 mL 및 황산 3방울을 넣어 가열판에서 증발건조하고 아황산연기가 그칠 때까지 주의하여 가열하고 900 °C에서 항량이 될 때까지 강열하고 식혀 칭량한다.(b) 이때의 감량을 이 품목의 산화규소량으로 한다.

2.2.5 계산

$$\text{규산염(\%)} = (a - b) \times 100$$

3.0 순도시험

3.1 정인산염

3.1.1 분말

이 품목 1 g에 질산은용액(1→50) 2~3방울을 넣고, 반응색을 본다.

3.1.2 액체

이 품목의 10% 용액 5 mL에 질산은용액(1→50) 5~6방울을 넣고, 침전물의 색을 본다.

3.2 비소

3.2.1 자외선/가시선 분광법

3.2.1.1 개요

시료를 염산으로 분해하고 DDTC은 흡수법으로 파장 530 nm 부근에서 흡광도를 측정하여 비소의 함유량을 구한다. 유효측정농도는 0.08 mg/kg 이상으로 한다.

3.1.1.2 시약 및 표준용액

1) 요오드화칼륨용액

요오드화칼륨 15 g을 물에 녹여 100 mL로 하며 사용할 때 만든다.

2) 염화제일주석용액

염화제일주석2수화물 40 g을 염산 100 mL에 녹이며, 사용할 때에 만든다.

3) 사상아연

아연으로 표준체의 체 눈 1,410 μm 에 통과되고 1,000 μm 에는 통과하지 않는 것을 사용한다.

4) 디에틸디티오카르바민산은피리딘용액

디에틸디티오카르바민산은 1 g을 피리딘 200 mL에 녹인다(이하 'DDTC은 피리딘 용액' 이라 함). 차광해서 냉암소에 보전한다. 만든 후 3개월 이내에 사용한다.

5) 초산납용액

초산납 3수화물 10 g에 묽은초산 (1:2) 1방울을 넣고 물에 녹여 100 mL로 하고 밀전하여 보존한다.

6) 비소 표준원액(0.1 mg As/mL)

3산화2비소(표준시약)를 미세한 분말로 하여 105~110°C에서 3~4시간 가열한 다음 테시케이타(황산) 안에서 식힌 다음 0.132 g을 20% 수산화나트륨용액 5 mL를 넣어 녹이고 물을 넣어 약 400 mL로 한 다음 묽은황산 (1:19)으로 중화하고 물을 넣어 1 L로 하여 원액으로 한다. 또는 시판용 표준용액을 사용한다.

7) 비소 표준용액(1 μg As/mL)

비소표준원액(0.1 mg As/mL) 10 mL를 취하여 100 mL 플라스크에 넣고 물을 넣어 100 mL로 만든다.

3.1.1.3 기구 및 장치

- 1) 비화수소 발생장치
- 2) 자외선/가시선 분광계

3.1.1.4 분석절차

- 1) 이 품목 약 5 g을 정밀히 달아 비소시험장치의 발생병에 넣고 염산 5 mL 및 물을 넣어 약 40 mL로 한다.
- 2) 요오드화칼륨용액 2 mL를 넣어 2~3분간 정치시킨 다음 염화제일주석용액 1 mL를 넣어주고 섞은 다음 약 15분간 상온에서 정치시킨다. 흡수수기에는 DDTC은 피리딘용액 5 mL를 정확히 넣어 준 다음 발생병에 사상아연 3 g을 넣는다.
- 3) 즉시 장치를 연결하여 유도관의 끝이 수기의 밑부분에 오게 하여 작은 기포가 연속적으로 나오도록 조절하고 상온에서 약 1시간 방치한 다음 장치를 풀고 유도관의 내벽에 부착한 액을 수기내의 액과 잘 섞는다.
- 4) 이 액을 시험용액으로 하여 액층 1 cm, 파장 540 nm 부근에서 DDTC은 피리딘용액을 대조액으로 흡광도를 측정하고, 따로 작성한 검정곡선으로부터 비소의 양(μg)을 구한다.
- 5) 바탕시험은 염산 5 mL 및 물을 넣어 약 40 mL로 하고, 시험용액과 같은 방법으로 시험하여 보정한다.
- 6) 검정곡선의 작성

비소표준용액(1 μg As/mL) 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 mL를 취하여 염산 5 mL 및 물을 넣어 약 40 mL로 하고 시험용액과 같은 방법으로 시험하여 비소의 양과 흡광도와의 관계를 구한다.

3.1.1.5 계산

3.1.1.4의 6)에 따라 작성한 검정곡선으로부터 3.1.1.4의 5)에서 측정된 흡광도에 상당하는 비소의 양(μg)을 구하여 다음 식에 따라 시료중의 비소 농도(mg/kg)를 계산한다.

$$\text{비소}(\text{mg}/\text{kg}) = \frac{\text{비소의 양}(\mu\text{g})}{\text{시료량}(\text{g})}$$

3.2.2 원자흡수분광광도법

3.2.2.1 개요

시료에 환원제를 가하여 비소와 발생기의 수소를 반응시켜 생성된 기체상의 수소화비소를 가열 흡수셀에 도입하여 비소를 원자화시키고 파장 193.7 nm에서 흡광도를 측정하여 비소의 함유량을 구한다. 유효측정농도는 0.5 mg/kg이상으로 한다.

3.2.2.2 시약 및 표준용액

1) 염산 (1+1)

2) 요오드화칼륨용액(300 g/L)

요오드화칼륨 30 g을 물에 녹여 100 mL로 한다. 사용할 때 마다 조제한다.

3) 수소화붕소나트륨용액(8 g/L)

수산화나트륨 1 g과 수소화붕소나트륨 8 g을 물에 녹여 1 L로 한다. 사용할 때 마다 조제한다.

4) 비소표준용액(0.1 mg As/mL)

산화2비소(표준시약)를 미세한 분말로 하여 105~110℃에서 3~4시간 가열한 다음 데시케이터(황산) 안에서 식힌 다음 0.132 g을 20 % 수산화나트륨용액 5 mL를 넣어 녹이고 물을 넣어 약 400 mL로 한 다음 묽은황산 (1:19)으로 중화하고 물을 넣어 1 L로 하여 원액으로 한다.

5) 비소표준액(0.05 μg As/mL)

비소표준원액(0.1 mg As/mL) 10 mL 를 취하여 100 mL 플라스크에 넣고 물을 넣어 100 mL 로 만든다. 이 용액 5 mL 를 취하여 1 L 라스크에 넣고 물을 넣어 1 L 만든다.

3.2.2.3 기구 및 장치

1) 원자흡수분광광도계

2) 램프

비소중공음극램프

3) 가스

운반가스(아르곤), 연소가스(아르곤-수소)

3.2.2.4 분석절차

1) 이 품목 약 10 g을 정밀히 달아 100 mL 플라스크에 넣고 물을 넣어 100 mL로 만든다.

2) 이중 5 mL를 취하여 100 mL 비이커에 옮겨 넣고 물을 가하여 약 50 mL로 한 다음 염산 (1+1) 30 mL, 요오드화칼륨용액(300 g/L) 20 mL를 가하여 약 30분간 끓지 않을 정도로 가열 농축한다. 방냉 후 50 mL플라스크에 옮겨 넣고 물을 넣어 50 mL를 만들고 이를 시험원액으로 한다.

3) 시험원액을 염산 (1+1) 및 수소화붕소나트륨용액(8 g/L)와 함께 비화수소발생장치에 넣어 반응시키고 생성된 비화수소를 운반가스에 의해 연속적으로 가열 흡수셀로 도입하여 파장 193.7 nm의 흡광도를 읽는다.

4) 검정곡선 작성

비소 표준용액(0.05 µg As/mL) 0, 1, 2~10 mL를 단계적으로 100 mL플라스크에 취하고 물을 넣어 50 mL로 만든다. 이하 2), 3)과 동일하게 조작하여 비소의 양과 흡광도와의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

3.2.2.5 계산

3.2.2.4의 4)에서 작성한 검정곡선으로부터 3.2.2.4의 3)에서 측정된 흡광도에 해당하는 비소의 양(μg)을 구하고 다음과 같이 시료중의 비소농도(mg/kg)를 산출한다.

$$\text{비소의 농도}(\text{mg}/\text{kg}) = \frac{\text{비소의 양}(\mu\text{g})}{\text{시료의 질량}(\text{g})}$$

3.3 납, 카드뮴

3.3.1 개요

폴리염화알루미늄의 10.1.1과 같다.

3.3.2 시약

폴리염화알루미늄의 10.1.2와 같다. 여기에서 10.1.2.8의 3) 망간 표준 원액과 10.1.2.9 혼합표준 액에서 망간은 제외한다.

3.3.3 기구 및 장치

3.3.3.1 원자흡수분광광도계

3.3.3.2 램프

납 중공음극램프, 카드뮴 중공음극램프

3.3.3.3 가스

가연성가스(아세틸렌), 조연성가스(공기 또는 일산화이질소)

3.3.4 분석절차

폴리염화알루미늄의 10.1.4 시험과 같다. 단, 여기에서 10.1.4.2 2)의 pH 조정은 묽은암모니아수 (1:5)를 이용한다.

3.3.5 계산

폴리염화알루미늄의 10.1.5 계산과 같다.

3.4 수은

3.4.1 개요

시료에 염화주석 2수화물을 가하여 수은화합물을 금속으로 환원하여 253.7 nm에서 흡광도를 측정하여 수은 함유량을 구한다. 유효측정농도는 0.01875 mg/kg 이상으로 한다.

3.4.2 시약 및 표준용액

3.4.1 과망간산칼륨용액(50 g/L)

과망간산칼륨 50 g을 물에 녹여 1 L로 하여 유리섬유필터로 여과한다.

3.4.2 염산히드록실아민용액(20 W/V%)

염산히드록실아민 20 g을 물에 녹여 100 mL로 한 다음 분별깔때기에 옮기고 0.01% 디티존사염화탄소용액 10 mL를 넣어 흔들어 준 다음 분리된 사염화탄소층을 버린다. 이 조작을 디티존용액의 색이 그 고유의 녹색을 유지할 때까지 반복한다.

3.4.3 염화제일주석용액

염화제일주석 2수화물 10 g에 묽은황산 (1:10) 60 mL를 넣어 녹인 다음 물을 넣어 100 mL로 한다. 이 용액은 사용할 때마다 조제한다.

3.4.4 수은 표준원액(0.1 mg Hg/mL)

염화수은(II) 0.135 g을 용량 플라스크에 취하고 질산(2+15) 100 mL에 녹여 물을 가하여 1 L로 하며 이 용액은 갈색병에 넣어 보존한다. 또는 시판용 표준용액을 사용한다.

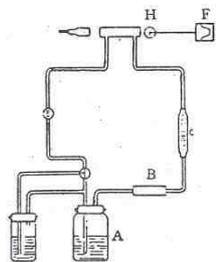
3.4.5 수은 표준용액(0.00001 mg Hg/mL)

수은 표준원액(0.1 mg Hg/mL) 10 mL를 분취하여 1 L 플라스크에 옮겨 넣고 물을 표선까지 가한다. 이 용액 10 mL를 분취하여 취하고 1 L 플라스크에 옮겨 넣고 질산 1 mL 및 물을 가하여 1 L로 한다. 이 용액은 사용할 때마다 조제한다.

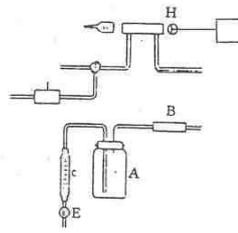
3.4.3 기구 및 기기

3.4.3.1 원자흡수분광광도계 및 수은 증공음극램프

3.4.3.2 수은 환원기화 장치



〈밀폐식 환원기화 장치〉



〈개방식 환원기화 장치〉

3.4.3.3 환류냉각기가 부착된 플라스크

3.4.4 분석절차

3.4.4.2 분석절차

- 1) 이 품목 약 5 g을 정밀히 달아 환류냉각기가 부착된 분해플라스크에 넣고 증류수 또는 무이온수를 넣어 100 mL로 한다.
- 2) 질산 10 mL 및 과망간산칼륨 1 g을 넣어 조용히 흔들어 준 다음 유리구 몇 개를 넣고 서서히 가열(약 95℃)하여 1시간동안 끓인다. 만약 이 사이에 과망간산칼륨의 색이 없어지면 액온을 약 40℃까지 내린 다음 과망간산칼륨 1 g을 넣고 다시 끓여서 과망간산칼륨의 색이 10분 이상 지속될 때까지 이 조작을 반복한다.
- 3) 1시간이 지나면 액온을 약 40℃까지 식혀서 분해플라스크를 떼어내고 용액을 흔들며 염산히드록실아민(20 W/V %)을 한 방울씩 넣으며 과잉의 과망간산칼륨을 분해한다.

4) 플라스크를 씻은 액 및 물을 넣어 150 mL로 하여 시험용액으로 한다.

5) 묽은황산(1:3) 10 mL를 넣어 잘 섞어 준 다음 염화제일주석용액 10 mL를 넣고 즉시 원자 흡수분광광도계에 연결한 다음 다이아프램펌프를 작동시켜 공기를 순환시켜 파장 253.7 nm에서 흡광도를 측정한다.

6) 시료대신 물을 사용한 바탕시험용액 A에 대하여 시험용액과 같은 방법으로 시험하여 시험용액을 보정한다.

7) 검정곡선의 작성

수은 표준용액(0.001 mg Hg/mL) 0, 1 ~ 10 mL를 단계적으로 취하여 각각에 물을 넣어 150 mL로 한다. 이하 3.4.4.2의 5), 6)과 동일하게 조작하여 수은의 양과 흡광도와의 관계를 구한다. 따로 수은 표준용액 대신 물을 사용한 바탕시험용액에 대해서도 같은 방법으로 시험하여 수은 표준용액을 보정한다.

3.4.5 계산

작성한 검정곡선으로부터 수은의 양(μg)을 구하고 다음 식에 따라 시료 중의 수은함량(mg/kg)을 구한다.

$$\text{수은}(\text{mg}/\text{kg}) = \frac{\text{수은의 양}(\mu\text{g})}{\text{시료 량}(\text{g})}$$

3.5 pH

이 품목의 1 % 수용액을 20 °C에서 유리전극법으로 측정한다.

4.0 사용기준

4.1 개요

먹는물에 투입하는 부식억제제의 농도는 인산염(P_2O_5)은 5 mg/L, 규산염(SiO_2)은 10 mg/L, 인산염과 규산염이 혼합되어 있는 경우는 그 성분의 합이 10 mg/L이고, 그 중 인산염은 5 mg/L를 초과하지 않도록 하여야 한다.

4.2 인산염

4.2.1 개요

시료를 질산으로 분해하여 인산염형태의 화합물을 정인산염 형태로 변화시킨 다음, 몰리브덴산 암모늄 용액과 아스코르빈산, 주석산 안티몬칼륨용액의 혼합액으로 발색시켜 생성된 흡광도를 측정하여 인산염의 농도를 정량한 후 오산화인으로 환산한다.

4.2.2 시약 및 표준용액

4.2.2.1 몰리브덴산암모늄용액

몰리브덴산암모늄4수화물 9.6 g을 물에 녹여 1 L로 한다.

4.2.2.2 아스코르빈산용액

L-아스코르빈산 10 g을 물에 녹여 100 mL로 하며, 사용할 때 만든다.

4.2.2.3 주석산안티몬칼륨용액

주석산안티몬칼륨 0.667 g을 물에 녹여 250 mL로 한다.

4.2.2.4 혼합용액

아스코르빈산용액과 주석산안티몬칼륨용액을 사용직전에 1:1로 혼합한다.

4.2.2.5 인 표준용액

110 °C에서 건조한 제1인산칼륨 439 mg을 물에 녹여 100 mL로 한다. 이 용액 5 mL를 취하여 100배 희석한다. 이 용액 1 mL는 인 10 µg을 함유한다.

4.2.3 분석절차

4.2.3.1 시료 50 mL를 삼각플라스크에 넣고, 질산 1 mL를 넣는다. 증발하는 물을 보충하면서 30분간 가열하고 식힌다. 물을 넣어 50 mL로 하여 시험용액으로 한다.

4.2.3.2 시험용액 20 mL를 50 mL 부피플라스크에 넣고 페놀프탈레인용액 2~3방울을 넣은 다음 4 N 수산화나트륨용액으로 중화한다. 이어서 4 N 황산 5 mL 및 몰리브덴산암모늄용액 5 mL를 넣어 섞는다.

4.2.3.3 이 액에 혼합용액 4 mL를 넣고 물을 넣어 50 mL로 한 다음 잘 섞은 후 10분간 실온에서 방치한다. 이 용액을 시료와 같은 방법으로 시험한 바탕시험용액을 대조로 하여 액층 1 cm 880 nm에서 흡광도를 측정한다(SA).

4.2.3.4 인 표준용액 5 mL 및 물 15 mL를 취하여 시험용액과 같은 방법으로 시험한 바탕시험용액을 대조로 하여 흡광도를 측정한다(ST).

4.2.4 계산

$$\text{함량}(mg/L) = 50(\mu g) \times \frac{SA}{ST} \times \frac{2.2914}{20(mL)}$$

4.3 규산염

4.3.1 개요

용해된 규산이 pH 1.2 부근에서 몰리브덴산암모늄과 작용하여 생성된 몰리브덴황을 아황산나트륨으로 환원하여 여기에서 생성된 몰리브덴청의 청색을 파장 710 nm 부근에서 흡광도를 측정하여 규산농도를 구하는 방법이다. 유효측정농도는 100,000 mg/L 이상으로 한다.

4.3.2 시약 및 표준용액

4.3.2.1 염산용액(1+10)

4.3.2.2 몰리브덴산암모늄용액

몰리브덴산암모늄4수화물($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 20 g에 물 150 mL를 넣고 수욕상에서 가온하고 몰리브덴산암모늄 덩어리가 만들어지면 즉시 암모니아수(2+3)을 넣어 pH 7~8로 조절한다. 식힌 후 물을 가하여 200 mL로 만들고 여과한다.

4.3.2.3 질산용액(1+1)

4.3.2.4 아황산나트륨용액

4.3.2.5 규산염 표준용액(0.1 mg SiO_2/mL)

불화규산나트륨(Na_2SiF_6) 0.313 g을 1 L 부피플라스크에 취하고 물에 녹여 1 L로 한다. 또는 시판용 표준용액을 사용한다.

4.3.3 기구 및 장치

자외선/가시선 분광계

4.3.4 분석절차

4.3.4.1 시료 10 mL(또는 SiO_2 로써 0.1~1 mg을 함유하는 양을 취하고 물을 넣어 10mL로 한다.)를 마개달린 비색관 50 mL에 취하고 염산(1+10) 5 mL 및 몰리브덴산암모늄 용액 5 mL를 넣어 신속하게 혼합한다.

4.3.4.2 20~25 °C에서 5분간 둔 후 질산(1+1) 2 mL를 가하여 혼합하고 1분간 둔다.

4.3.4.3 아황산나트륨용액 10 mL를 넣어 잘 혼합하고 발색시킨 후 물을 가하여 50 mL로 한 후 10분간 두어 이를 시험용액으로 한다.

4.3.4.4 시험용액의 일부를 흡수셀(10 mm)에 취하고 원자흡수분광광도계를 이용하여 파장 710 nm 부근에서 흡광도를 측정한다.

4.3.4.5 검정곡선 작성

규산염표준용액 0~5 mL를 단계적으로 수개의 50 mL 부피플라스크에 취하고 각각에 물을 넣어 50 mL로 한다. 이하 시료와 동일하게 시험하여 흡광도를 측정하고 규산염의 양(mg)과 흡광도와의 관계를 구한다.

4.3.5 계산

$$\text{규산염(mg/L)} = \text{규산염의 양(mg)} \times \frac{1000}{\text{시료의 양(mL)}}$$

제2장 품목별 기준 및 규격

Ⅳ . 기타제제

1. 수산화칼슘(소석회)

2013

(Calcium Hydroxide, Slaked Lime : Ca(OH)₂)

<성분규격 기준>

| 구 분 | 1종 | 2종 |
|---------------------------------|---------------------------|---------------------------|
| 성 상 | 이 품목은 백색 내지 회백색의 분말이다. | 이 품목은 백색 내지 회백색의 액상이다. |
| 확인시험 | 확인시험법에 따라 시험할 때 적합하여야 한다. | 확인시험법에 따라 시험할 때 적합하여야 한다. |
| 수산화칼슘 (Ca(OH) ₂) | 92 % 이상 | 10~40 % |
| 체잔류물 | 5 % 이하 | - |
| 비소(As) | 5 mg/kg | 5 mg/kg(건조함량기준) |
| 납(Pb) | 20 mg/kg | 20 mg/kg(건조함량기준) |
| 카드뮴(Cd) | 5 mg/kg | 5 mg/kg(건조함량기준) |
| 크롬(Cr) | 50 mg/kg | 50 mg/kg (건조함량기준) |
| 수은(Hg) | 0.2 mg/kg | 0.2 mg/kg(건조함량기준) |

1.0 확인시험

1.1 이 품목에 3~4배량의 물을 넣으면 죽 모양으로 되고, 알칼리성을 나타낸다.

1.2 이 품목 1 g에 물 20 mL 및 묽은 초산(1:2) 6 mL를 넣어 녹인 액에 수산암모늄용액을 넣으면 백색의 침전이 생긴다. 침전을 분리하고, 이에 묽은 초산(1:2)을 넣어 녹이지 않으며 묽은 염산을 넣으면 녹는다.

2.0 수분함량

2.1 분석절차

2.1.1 이 품목(2종)을 균질하게 혼합한 후 약 20 g을 정밀히 달아 100 mL 비커에 넣는다.

2.1.2 건조기로 100~110 °C에서 시료가 항량이 될 때까지 건조한다. 상온에서 방냉한 후 데시케이터에서 식히고 칭량한다.

2.2 계산

$$\text{수분(\%)} = \frac{(m - m_1)}{m} \times 100$$

여기서, m : 가열전 시료의 무게(g)

m_1 : 가열후 시료의 무게(g)

3.0 수산화칼슘

3.1 분석절차

3.1.1 이 품목 약 2 g(2종은 약 5 g)을 정밀히 달아 묽은 염산(23.6→100) 30 mL에 녹이고, 물을 넣어 250 mL로 한다.

3.1.2 그 중 10 mL에 수산화칼륨용액(1→10) 15 mL, 시안화칼륨용액(1→20) 3 mL 및 물 100 mL를 넣어 약 1분간 방치하고, 2-옥시-1-(2'-옥시-4'설폰-1'나트틸아조)-3-나프토에산 시약 0.1 g을 넣고, 즉시 0.05 M EDTA용액으로 적정한다.

3.1.3 종말점은 적색이 완전히 소실되고 청색으로 될 때로 한다.

3.2 계산

$$\text{수산화칼슘(\%)} = \frac{a \times f \times 0.003705}{\text{시료채취량(g)} \times 10/250} \times 100$$

여기서, a : 0.05 M EDTA 용액의 소비량

f : 0.05 M EDTA 용액의 규정도 계수

0.003705 : 0.05 M EDTA 용액 1 mL에 대한 수산화칼슘(Ca(OH)₂)

4.0 체잔류물

4.1 개요

시료에 물을 가하여 분산시킨 것을 시험용 체에 통과하여 체에 잔류하는 양을 구한다.

4.2 분석절차

4.2.1 이 품목 약 50 g을 정밀히 달아 KS 100호(149 μ m)의 표준망체에 놓고, 맑고 깨끗한 물을 흘려보내면서 씻어준 다음 체를 물속에 넣어 망이 젖도록 하고, 20회 정도 솔로 쓸어준다.

4.2.2 다음에 체를 물속에서 꺼내 올리고 솔에 부착된 고형물을 물로 체망 위에서 씻어 내려 보내고 다시 체 위에서 맑고 깨끗한 물을 흘려보내면서 씻어준 다음 세액이 투명하게 되면 잔사는 체와 함께 105~110 °C에서 1시간 건조한 다음 데시케이터 안에서 식히고 체 위에 남은 시료를 정밀히 달아 잔류량의 무게(a(g))를 구한다.

4.3 계산

$$\text{체잔류물(\%)} = \frac{a}{\text{시료량(g)}} \times 100$$

5.0 비소

폴리염화알루미늄의 시험방법 9.0 비소에 따라 시험한다. 다만, 염산은 7 mL를 넣는다. 2중은 건조무게로 약 2 g을 취한다.

6.0 납

6.1 분석절차

6.1.1 검정곡선

검정곡선은 납 표준용액(0.01 mg Pb/mL) 1.0, 2.0, 3.0, ~15.0 mL를 취하여 물을 넣어 약 40 mL로 하고, 이에 10 % EDTA 용액 5 mL를 넣어 흔들어 섞고 20 % 초산나트륨용액 5 mL를 넣고 시험용액과 같은 방법으로 시험한 다음 납의 양과 흡광도와의 관계를 구한다.

6.1.2 측정법

6.1.2.1 이 품목 약 5 g(2종은 건조무게로 약 5 g)을 정밀히 달아 200 mL 비커에 넣은 후, 물 약 10 mL를 넣고 염산 13 mL를 서서히 넣어 3분간 가열하고 식힌 다음 물을 넣어 40 mL로 한다.

6.1.2.2 시험용액에 10 % EDTA용액 5 mL를 넣어 흔들어 섞고 20 % 초산나트륨용액 5 mL를 넣어주고 묽은 암모니아수(1:1)로 pH를 5.0~5.2로 조절한 다음 이에 5 % DDTC용액 5 mL를 넣고 흔들어 섞는다.

6.1.2.3 3분간 가만히 둔 다음 분별깔때기에 옮겨주고 물을 넣어 전량 70 mL로 하고 이에 메틸이소부틸케톤 30 mL를 정확히 넣어 주고 2분간 강하게 흔든 다음 약 10분간 가만히 두어 메틸이소부틸케톤층을 취한 것을 시험 용액으로 하여 원자흡광광도계로 파장 283.3 nm에서 흡광도를 측정한다.

6.1.2.4 바탕시험은 물 40 mL, 10 % EDTA용액 5 mL 및 20 % 초산나트륨용액 5 mL를 넣어 시험용액과 같은 방법으로 시험하여 보정한다.

6.2 계산

작성한 검정곡선으로부터 납의 양(μg)을 구하고, 다음 식에 따라 납 함량(mg/kg)을 구한다.

$$\text{납(mg/kg)} = \frac{\text{납의 양}(\mu\text{g})}{\text{시료량(g)}}$$

7.0 카드뮴

7.1 분석절차

7.1.1 검정곡선의 작성

검정곡선은 카드뮴 표준용액(0.001 mg Cd/mL) 1.0, 2.0, 3.0~ 15.0 mL를 취하여 물을 넣어 약 40 mL로 하고, 이에 10 % EDTA용액 5 mL를 넣어 흔들어 섞고 20 % 초산나트륨용액 5 mL를 넣고 7.1.2와 같은 방법으로 시험한 다음 카드뮴의 양과 흡광도와의 관계를 구한다.

7.1.2 측정법

7.1.2.1 이 품목 약 2 g(2종은 건조무게로 약 2 g)을 정밀히 달아 200 mL 비커에 넣고 물 약 17 mL를 넣고 염산 6 mL를 서서히 넣어 3분간 가열하고 식힌 다음 위의 6.0 납에 따라 시험한다. 다만, 측정파장은 228.8 nm이다.

7.1.2.2 바탕시험은 물 40 mL, 10 % EDTA용액 5 mL 및 20 % 초산나트륨용액 5 mL를 넣어 시험용액과 같은 방법으로 시험하여 보정한다.

7.2 계산

작성한 검정곡선으로부터 카드뮴의 양(μg)을 구하고 다음 식에 따라 카드뮴 함량(mg/kg)을 구한다.

$$\text{카드뮴(mg/kg)} = \frac{\text{카드뮴의 양}(\mu\text{g})}{\text{시료량(g)}}$$

8.0 크롬

8.1 시약

8.1.1 디페닐카르바지드용액

디페닐카르바지드 0.2 g에 에탄올 50 mL를 넣어 녹이고, 물을 넣어 100 mL로 한다. 사용 시에 만든다.

8.2 분석절차

8.2.1 검정곡선의 작성

검정곡선은 크롬표준용액(0.005 mg Cr/mL) 0.5, 1.0, 1.5, ~7.0 mL를 취하여 물을 넣어 40 mL로 하고, 이에 묽은 황산(1:6) 0.5 mL를 넣고 흔들어서 섞은 다음 0.1 % 과망간산칼륨용액을 넣어 액이 착색되면 5분간 끓인 다음 시험용액과 같은 방법으로 시험한 다음 크롬의 양과 흡광도와의 관계를 구한다.

8.2.2 분석절차

8.2.2.1 이 품목 약 0.5 g(2종은 건조무게로 약 0.5 g)을 정밀히 달아 200 mL 비커에 넣고 물 1~2 mL를 넣은 다음 질산 1.3 mL를 넣어 녹이고 물을 넣어 약 40 mL로 한다.

8.2.2.2 이에 묽은 황산(1:6) 0.5 mL를 조용히 넣고 섞은 다음 0.1% 과망간산칼륨용액을 넣어 액이 착색되면 5분간 끓인다. 액의 색이 소실되면 다시 0.1% 과망간산칼륨용액을 넣어 5분간 가열하여도 색이 소실되지 않으면 섞어주면서 자홍색이 없어질 때까지 3% 아질산나트륨 용액을 넣는다(이때 아질산나트륨용액이 과잉되지 않도록 주의한다).

8.2.2.3 이 용액을 2분간 끓여서 식힌 다음 5 % 피로인산나트륨용액 2 mL를 넣어 잘 흔들어서 섞고 묽은 암모니아수(1:1) 또는 묽은 질산(1:1)으로 pH를 1.0 ± 0.1 로 조절한 다음, 디페닐카르바지드용액 2 mL를 넣고 물을 넣어 50 mL로 한 것을 시험용액으로 하여 액층 1 cm, 파장 540 nm 부근의 흡광도를 측정하며, 따로 작성한 검정곡선으로부터 크롬의 양(μg)을 구하고 다음 식에 따라 시료 중의 크롬함량(mg/kg)을 계산한다.

8.2.2.4 바탕시험은 물 40 mL, 묽은 황산(1:6) 0.5 mL를 넣고 흔들어서 섞은 다음 0.1 % 과망간산칼륨용액을 넣어 액이 착색되면 5분간 끓인 다음 시험용액과 같은 방법으로 시험하여

보정 한다.

8.3 계산

$$\text{크롬(mg/kg)} = \frac{\text{크롬의 양}(\mu\text{g})}{\text{시료량(g)}}$$

9.0 수은

폴리염화알루미늄의 시험방법 12.0 수은에 따라 시험한다. 2종은 건조무게로 약 2 g을 취한다. 다만, 질산은 16 mL를 넣는다.

2. 활성탄 (Activated Carbon)

2013

<성분규격 기준>

| 구 분 | 분 말 | 입 상 |
|----------|---|--|
| 성 상 | 이 품목은 흑색의 분말이다. | 이 품목은 흑색의 알맹이다. |
| 확인시험 | 확인시험법에 따라 시험할 때 적합하여야 한다. | 확인시험법에 따라 시험할 때 적합하여야 한다. |
| pH | 4.0~11.0 | 4.0~11.0 |
| 체잔류물 | KS 200호체(74 μm)의 체잔류물 10 % 이하 | KS 8호체(2,380 μm)를 통과하고 KS 35호체(500 μm)에 남아있는 체잔류물95 % 이상 |
| 건조감량 | 50 % 이하 | 5 % 이하 |
| 염 화 물 | 0.5 % 이하 | 0.5 % 이하 |
| 비소(As) | 2 mg/kg 이하 | 2 mg/kg 이하 |
| 납(Pb) | 10 mg/kg 이하 | 10 mg/kg 이하 |
| 카드뮴(Cd) | 1 mg/kg 이하 | 1 mg/kg 이하 |
| 아연(Zn) | 50 mg/kg 이하 | 50 mg/kg 이하 |
| 페놀가 | 25 이하 | 25 이하 |
| ABS가 | 50 이하 | 50 이하 |
| 메틸렌블루탈색력 | 150 mL/g 이상 | 150 mL/g 이상 |
| 요오드흡착력 | 950 mg/g 이상 | 950 mg/g 이상 |

1.0 확인시험

1.1.1 이 품목을 분말은 그대로, 알맹이는 잘 분쇄하여 0.5 g을 시험관에 넣고 시험관구로 송풍하면서 직화로 가열하면 불이 발생하지 않고 연소하여 발생하는 가스를 수산화칼슘용액 중에 통과하면 백탁이 생긴다.

1.1.2 이 품목을 분말은 그대로, 알맹이는 잘 분쇄하여 0.1g에 묽은 메틸렌블루용액(메틸렌블

루 0.1g을 에탄올 100 mL에 녹인 다음 필요하다면 여과하고, 이 액 1 mL를 취하여 물을 넣어 100 mL로 한 것) 10 mL 및 묽은 염산(23.6→100) 2방울을 넣고 흔들어 섞은 다음 정량용 건조여과지(5종C)로 여과한 액은 무색이어야 한다.

2.0 pH

2.1 개요

시료 추출액의 pH 값을 유리전극법으로 구한다.

2.2 기구 및 장치

2.2.1 진탕기

2.2.1 pH 미터

2.3 측정법

2.3.1 이 품목을 115 ± 5 °C에서 3시간 건조한 다음 약 3 g을 정밀히 달아 500 mL의 마개달린 삼각플라스크에 물 300 mL를 사용하여 씻어주면서 옮겨준다.

2.3.2 이 액을 진탕기에서 30분간 진탕한다.

2.3.2 여지 5종C로 여과하여 최초의 여액 약 30 mL는 버리고 나머지 여액을 시험용액으로 한다.

2.3.3 pH 미터를 이용하여 상온에서 유리전극법으로 pH 값을 측정한다.

3.0 체잔류물

3.1 개요

시료에 물을 가하여 분산시킨 것을 시험용 체에 통과하여 체에 잔류하는 양을 구한다.

3.2 기구 및 장치

3.2.1 시험용체

KS 200호(74 μm), 8호(2,380 μm) 35호(500 μm) 표준망체

3.2.2 자제 증발접시

3.2.3 항온건조기

3.3 분석절차

3.3.1 시험용체를 110~120 $^{\circ}\text{C}$ 에서 1시간 건조하여 데시케이터에서 방냉한 후 질량을 정밀히 단다.

3.3.2 이 품목을 115 \pm 5 $^{\circ}\text{C}$ 에서 3시간 건조한 다음 약 2~4 g을 정밀히 달아 100 mL 비이커에 넣는다.

3.3.3 시료전체를 적셔 줄 정도의 에탄올을 넣는다.

3.3.4 분말의 경우 덩어리가 있으면 유리봉으로 가볍게 눌러서 부스러뜨린 다음 물 약 50 mL를 넣어 충분히 흔들어 섞어 주고 미리 무게를 단 KS 200호 (74 μm)의 표준망체에 옮긴다.

3.3.5 물로 비이커를 잘 씻고 그 씻은 액을 모두 체에 옮기고, 입상의 경우는 물 약 50 mL를 가하여 충분히 흔들어 섞어 주고 미리 무게를 단 KS 8호, 35호 (2,380 μm , 500 μm)의 2단으로 만든 표준망체 상단에 옮기고 물로 비이커를 잘 씻고 그 씻은 액을 모두 체에 옮긴다.

3.3.6 2단 체에 물을 소량씩 넣어 주면서 체를 흔들어 주어 시료의 대부분을 모두 통과시킨다.

3.3.7 체를 자제증발접시(직경 12 cm) 안에 넣고 망이 물에 약간 잠길 정도로 물을 가해주고 솔로 망위를 가볍게 빠짐없이 쓸어준다.

3.3.8 시료가 체의 가운데 수면에 뜨게 되면 체를 자제증발접시에 꺼내 올리고 물로 체망위에서 솔로 쓸어 주면서 씻어서 자제증발접시로 흘러 보낸다.

3.3.9 자제증발접시중의 물에서 시료가 확인되지 않을 때까지 이런 조작을 반복하고 솔에 부착된 시료는 물로 씻어서 체에 떨어뜨린다.

3.3.10 체를 115±5 °C에서 1시간 건조한 다음 데시케이터 안에서 식히고 체위에 남은 시료를 정밀히 달아 잔류량의 무게(a, g)를 구한다.

3.4 계산

다음 식에 따라 체잔류물의 양(%)을 계산한다.

$$\text{체잔류물}(\%) = \frac{a}{\text{시료량}(g)} \times 100$$

4.0 건조감량

4.1 개요

시료를 항온건조기에서 건조하고, 그 감량을 구한다.

4.2 기구 및 장치

4.2.1 칭량병

평형 칭량병

4.2.2 항온건조기

110~120 °C의 온도로 조절할 수 있는 것

4.3 분석절차

4.3.1 110~120 °C에서 2~3시간 건조하고 데시케이터에서 방냉한 평형 칭량병을 정밀히 단다.(r₁)

4.3.2 이 품목 5~10 g을 평형 칭량병에 취하고 마개를 닫아 무게를 정밀히 단다(r₂)

4.3.3 칭량병 저면에 시료를 균등하게 펴고 마개를 닫은 후 110~120 °C에서 3시간 건조한다.

4.3.4 데시케이터에서 방냉 후 무게를 정밀히 단다. (r_3)

4.4 계산

$$\text{건조감량(\%)} = \frac{r_2 - r_3}{r_2 - r_1} \times 100$$

5.0 염화물

5.1 적정법

5.1.1 개요

시료의 추출액을 크롬산칼륨용액을 지시약으로 하여 질산은용액으로 적정하고 염화물의 함유량을 구한다.

5.1.2 시약

5.1.1.1 크롬산칼륨용액(50 g/L)

크롬산칼륨 5 g을 물 20 mL에 녹이고 적갈색의 침전이 생길 때까지 질산은용액(50 g/L)를 가한 후, 여과하여 그 여액에 물을 넣어 100 mL로 한다.

5.1.1.2 질산은용액(0.01 N)

질산은 1.7 g을 취하고 물 1 L를 가하여 녹인 후, 갈색병에 넣어 보존한다. 표정은 다음과 같이 행한다.

1) 질산은용액(0.01 N) 표정

0.01 N 염화나트륨 용액 25 mL를 취하고 자제도가기에 옮겨 넣고 크롬산칼륨용액(50 g/L) 약 0.2 mL를 가하여 그 질산은용액을 이용하여 적정하고 액의 색이 엷은 등색이 될 때를 종점으

로 한다.(p)

$$f_3 = \frac{25}{p}$$

여기서, f_3 : 0.01 N 질산은 용액의 규정도 계수

p : 0.01 N 질산은 용액의 사용량(mL)

5.1.1.3 염화나트륨용액(0.01 N)

염화나트륨을 백금도가니에 넣고 600 °C에서 약 60분간 건조하고 데시케이터 중에서 방냉한 후, 그 0.5844 g을 취하여 100 mL 비이커에 넣고 소량의 물에 녹이고 물을 넣어 1000 mL로 한다.

5.1.3 분석절차

5.1.3.1 2.0 pH 항에 따라 조제한 시험용액 50 mL를 정확히 자제도가니에 취하고 pH를 0.02 N 수산화나트륨용액이나 0.02 N 황산으로 6.5~10.5로 조절한다.

5.1.3.2 크롬산칼륨용액 0.2 mL를 넣은 다음 0.01 N 질산은 용액으로 적정하여 액의 색이 옅은 등색이 될 때까지 적정한다 (q).

5.1.3.3 따로, 같은 방법으로 바탕시험을 한다.

5.1.4 계산

다음 식과 같이 계산하여 시료중의 염화나트륨농도(%)를 산출한다.

$$\text{염화물(\%)} = 0.3545 \times \frac{q \times f_3 \times 0.001}{S \times \frac{50}{300}} \times 100$$

여기서, 0.3545 : 0.01 N 질산은 용액 1 mL에 상당하는 염화물의 질량(mg)

q : 0.01 N 질산은 용액의 사용량(mL)

f_3 : 0.01 N 질산은 용액의 규정도 계수

S : 시료의 질량(g)

5.2 이온크로마토그래피

5.2.1 개요

시료의 추출액을 이온크로마토그래프에 주입하여 염화물이온을 분리시켜 전기전도도검출기로 측정하여 염화물의 양을 구한다.

5.2.2 기구 및 장치

5.2.2.1 이온크로마토그래프

일반적으로 이온크로마토그래프의 기본구성은 그림 1과 같이 용리액 저장조, 시료주입기, 펌프, 분리관, 검출기 및 기록계로 되어 있으며 장치의 제조회사에 따라 분리관의 보호 및 감도를 높이기 위하여 분리관 전후에 보호관 및 억제기(suppressor)를 부착시킨다.

1) 펌프

분리컬럼은 매우 작은 입자로 충전되어 있어 용리액 및 시료를 고압 하에서 전개시키지 않으면 필요로 하는 유속을 얻기가 어렵다. 따라서 펌프는 $150 \text{ kg/cm}^2 \sim 350 \text{ kg/cm}^2$ 압력에서 사용할 수 있어야 하며 시간차에 따른 압력차가 크게 발생하여서는 안 된다.

2) 시료 주입부

일반적으로 미량의 시료를 사용하기 때문에 루프-밸브에 의한 주입방식이 많이 이용되며 시료 주입량은 보통 $20 \mu\text{L} \sim 1,000 \mu\text{L}$ 이다.

3) 컬럼

분리컬럼은 길이가 5 cm 이상인 것으로 유리 또는 에폭시 수지로 만든 관에 약 $10 \mu\text{m}$ 의 암모늄 기능기 등을 갖는 음이온교환수지를 충전시킨 것을 사용한다.

4) 보호컬럼(guard column)

분리관과 같은 충전제로 충전시킨 것을 사용한다.

5) 억제기(suppressor)

억제기(suppressor)로 고용량의 양이온 교환수지를 충전시킨 컬럼형과 양이온 교환막으로 된 격막형이 있다.

6) 검출기

분석목적 및 성분에 따라 전기전도도 검출기, 전기화학적 검출기 및 광학적 검출기 등이 있으나 일반적으로 음이온 분석에는 전기전도도 검출기를 사용한다.

5.2.3 시약 및 표준용액

5.2.3.1 정제수

증류 또는 필터과정에 의해 각 이온을 제거하고 0.2 μm 의 막을 통과시킨 물로서 0.2 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 이하의 전도도 값을 갖는 물로 한다.

5.2.3.2 억제기(suppressor)용 재생액(0.0125 M H_2SO_4)

진한 황산(sulfuric acid, H_2SO_4 , 분자량 : 98.08) 2.8 mL를 정제수를 사용하여 4 L로 묽힌다.

5.2.3.3 용리액(0.008 M Na_2CO_3)

탄산나트륨(sodium carbonate, Na_2CO_3 , 분자량 : 105.99) 3.392 g을 물에 녹여 4 L로 한다. 용리액 준비에 사용하는 모든 정제수는 기체를 제거하여 사용하고 작동 중에는 헬륨을 불어넣어 공기의 유입을 막는 것이 좋다. 박테리아나 조류(algae) 성장을 최소화하려면 용리액을 어두운 곳에 보관하고 3일 간격으로 새로 만들어 사용한다.

5.2.3.4 용리액(1.7 mM NaHCO_3 + 1.8 mM Na_2CO_3)

탄산수소나트륨(sodium bicarbonate, NaHCO_3 , 분자량 : 84.01) 0.2856 g과 탄산나트륨(sodium carbonate, Na_2CO_3 , 분자량 : 105.99) 0.3816 g을 정제수에 녹여 2 L로 한다. 용리액 준비에 사

용하는 모든 정제수는 기체를 제거하여 사용하고 작동 중에는 헬륨을 불어넣어 공기의 유입을 막는 것이 좋다.

5.2.3.5 염화물이온 표준용액(1 mg Cl/mL)

염화칼륨을 105~110 °C에서 4시간 건조하고, 데시케이터 안에서 식힌 다음 염화칼륨 0.2103 g 을 정제수에 녹여 100 mL로 한 것을 표준액으로 하거나 시판용 표준용액을 사물에 녹이고 물로 1 L를 만든다.

5.2.4 분석절차

5.2.4.1 2.0 pH의 시험용액을 멤브레인 필터 여과장치에서 여과하고 초기 여과액 약 5 mL를 버리고 다음 여액을 시험액으로 한다. 단, 채취한 여액의 염화물이온량이 검정곡선 상한을 초과한 경우에는 일정 비율로 물로 희석하여 시험액으로 한다. 이 경우 5.2.5 계산에서 구한 염화물 농도에 희석 배수를 곱한다.

5.2.4.2 시험액으로 세정한 실린지를 이용하여 이온크로마토그래프에 주입하고 크로마토그램을 기록한다.

5.2.4.3 크로마토그램상의 염소이온에 해당하는 봉우리에 있어서 봉우리 높이 혹은 봉우리 면적을 구한다.

5.2.4.4 검정곡선의 작성

염소이온표준용액(1 mg Cl/mL) 0, 0.5~5 mL를 단계적으로 100 mL 플라스크에 취하고 물을 넣어 100 mL를 만든다. 이하 6.2.4와 동일하게 조작하여 염화물이온의 양(mg)과 봉우리 높이 혹은 봉우리 면적과의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

5.2.5 계산

5.2.4.4 검정곡선으로부터 5.2.4.3에서 측정된 봉우리 높이 혹은 봉우리 면적에 해당하는 염소이온의 양(μg)을 구하며, 다음 식에 따라 시료중의 황산이온의 농도(%)를 계산한다.

$$\text{염화물}(\%) = \frac{\text{염화물이온의 양}(\mu\text{g})}{\text{시료량}(g)} \times 100$$

6.0 비소

6.1 자외선/가시선분광법

6.1.1 개요

시료의 pH를 중성으로 조정 한 후 물로 용출하여 파장 530 nm 부근에서 흡광도를 측정하여 비소의 함유량을 구한다. 유효측정농도는 0.016 mg/kg 이상이다.

6.1.2 시약

6.1.2.1 폴리염화알루미늄의 9.1.1.1~9.1.1.7과 같다.

6.1.2.2 염산용액(1 N)

6.1.2.3 수산화나트륨용액(1 N)

6.1.3 기구 및 장치

폴리염화알루미늄의 9.1.2와 같다.

6.1.4 분석절차

6.1.4.1 검정곡선의 작성

비소 표준용액(1 $\mu\text{g As/mL}$) 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 mL를 취하여 염산 5 mL 및 물을 넣어 약 40 mL로 하고 시험용액과 같은 방법으로 시험하여 비소의 양과 흡광도와의 관계를 구한다.

6.1.4.2 이 품목 약 10 g을 정밀히 달아 1 L 비이커에 물 400 mL로 씻어주면서 옮겨 준 다음 교반하면서 액의 pH를 처음에는 1 N 염산이나 1N 수산화나트륨용액으로 나중에는 0.1 N 염산이나 0.1 N 수산화나트륨용액을 사용하여 7.0으로 맞춘다.

6.1.4.3 10분간 그대로 둔 다음 다시 20분간 교반을 계속 해주고 나서 물을 넣어 500 mL로 한 액을 건조한 여지 5종C(직경 13 cm)로 여과하여 처음의 여액 약 30 mL는 버리고 나머지

여액을 시험원액으로 한다.

6.1.4.4 시험원액 100 mL를 정확히 자체증발접시에 취한 다음 염산 5 mL를 넣어 수욕상에서 가열 농축하여 약 30 mL로 한다.

6.1.4.5 비소발생장치의 발생병에 옮기고, 다시 소량의 물로 증발접시를 씻어서 씻은 액을 발생병에 옮기고, 물을 넣어 약 40 mL로 한다.

6.1.4.6 이하 폴리염화알루미늄의 9.1.3.2의 2)~5)와 같이 시험한다.

6.1.5 계산

6.1.4.1에서 작성한 검정곡선으로부터 6.1.4.6에서 측정된 흡광도에 해당하는 비소의 양(μg)을 구하고 다음과 같이 비소의 농도(mg/kg)를 산출한다.

$$\text{비소}(\text{mg/kg}) = \frac{\text{비소의 양}(\mu\text{g})}{\text{시료량}(\text{g}) \times \frac{100}{500}}$$

6.2 원자흡수분광광도법

6.2.1 개요

용출한 시료를 원자흡수분광광도법을 이용하여 193.7 nm에서 흡광도를 측정하여 비소의 함유량을 구한다. 유효측정농도는 0.25 mg/kg 이상으로 한다.

6.2.2 시약

폴리염화알루미늄의 9.2.2와 같다.

6.2.3 기구 및 장치

폴리염화알루미늄의 9.2.3과 같다.

6.2.4 분석절차

6.2.4.1 검정곡선의 작성

비소 표준용액(0.1 µg As/mL) 0, 4, 8~16 mL를 단계적으로 100 mL 플라스크에 취하고 물을 넣어 100 mL로 만든다. 이하 9.2.4.2의 2)~3)과 동일하게 조작하여 비소의 양과 흡광도와의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

6.2.4.2 6.1.4.3 시험원액 200 mL를 정확히 500 mL 비이커에 취한 다음 염산 20 mL, 요오드화칼륨(300 g/L) 20 mL를 넣고 수욕상에서 가열하여 약 10 mL 이하로 농축한다.

6.2.4.3 식힌 다음 물을 넣어 20 mL로 한 것을 시험용액으로 한다.

6.2.4.4 시험용액을 폴리염화알루미늄의 9.2.4.2 3)에 따라 시험한다.

6.2.5 계산

6.2.4.1에서 작성한 검정곡선으로부터 6.2.4.4에서 측정한 흡광도에 해당하는 비소의 양(µg)을 구하고 다음과 같이 비소의 농도(mg/kg)을 산출한다.

$$\text{비소}(mg/kg) = \frac{\text{비소의 양}(\mu g)}{\text{시료의 질량}(g) \times \frac{20}{500}}$$

6.3 유도결합플라즈마-원자발광분광법

6.3.1 개요

시료를 산에 용해하고 유도결합플라즈마-원자발광분광법으로 파장 193.70 nm에서 발광강도를 측정하여 비소의 함유량을 구한다. 유효측정농도는 1 mg/kg 이상으로 한다.

6.3.2 시약

폴리염화알루미늄의 9.3.2 시약에 따른다.

6.3.3 기구 및 장치

폴리염화알루미늄의 9.3.3 기구 및 장치에 따른다.

6.3.4 분석절차

6.3.4.1 6.1.4.3의 시험원액 200 mL를 정확히 500 mL 비이커에 취한 다음 염산 20 mL, 요오드화칼륨용액 20 mL를 넣고 수욕상에서 가열하여 약 10 mL 이하로 농축한다.

6.3.4.2 식힌 다음 물을 넣어 20 mL로 한 것을 시험용액으로 한다.

6.3.4.3 시험용액을 폴리염화알루미늄의 9.3.4.2 3)에 따라 시험한다.

6.3.5 계산

작성한 검정곡선으로부터 측정된 발광 광도비에 해당하는 비소의 양(μg)을 구하고 다음과 같이 비소의 농도(mg/kg)를 산출한다.

$$\text{비소}(\text{mg/kg}) = \frac{\text{비소의 양}(\mu\text{g})}{\text{시료의 질량}(g) \times \frac{20}{500}}$$

7.0 납, 카드뮴

7.1 원자흡수분광광도법

7.1.1 개요

시료의 pH를 중성으로 조정된 후 물로 용출하여 납은 283.3 nm, 카드뮴은 228.8 nm에서 흡광도를 측정하여 각각의 함유량을 구한다. 납, 카드뮴의 유효측정농도는 2 mg/kg, 0.1 mg/kg 이상으로 한다.

7.1.2 시약 및 표준용액

7.1.2.1 진한질산

7.1.2.2 혼합표준용액(0.01 mg Pb/mL, 0.001 mg Cd/mL)

7.1.3 기구 및 장치

폴리염화알루미늄의 10.1.3 기구 및 장치와 같다.

7.1.4 분석절차

7.1.4.1 6.1.4.3의 시험원액 200 mL를 정확히 500 mL 비이커에 취한 다음 질산 2 mL를 넣고 수욕상에서 가열하여 약 10 mL이하로 농축한다. 이 때 마이크로파를 이용한 유기물 분해장치를 이용할 수 있다.

7.1.4.2 식힌 다음 물을 넣어 20 mL로 한 것을 시험용액으로 한다.

7.1.4.3 이하 폴리염화알루미늄의 10.1의 10.1.4.2 에 따라서 시험한다.

7.1.5 계산

작성한 검정곡선으로부터 측정된 흡광도에 상당하는 납, 카드뮴의 양(μg)을 구하여 다음 식에 따라 시료중의 납 또는 카드뮴의 농도(mg/kg)를 산출한다.

$$\text{납 또는 카드뮴}(\text{mg}/\text{kg}) = \frac{\text{납 또는 카드뮴의 양}(\mu\text{g})}{\text{시료의 질량}(\text{g}) \times \frac{20}{500}}$$

7.2 유도결합플라스마-원자발광분광법

7.2.1 개요

용출한 시료를 산에 용해하고 유도결합플라스마-원자발광분광법으로 납은 220.353 nm, 카드뮴은 226.502 nm에서 발광강도를 측정하여 각각의 함유량을 구한다. 납, 카드뮴의 유효측정농도는 2 mg/kg, 0.2 mg/kg 이상으로 한다.

7.2.2 시약

폴리염화알루미늄의 10.2.2 시약에 따른다.

7.2.3 기구 및 장치

폴리염화알루미늄의 10.2.3 기구 및 장치에 따른다.

7.2.4 분석절차

7.2.4.1 6.1.4.3에 따라 조제한 시험원액 200 mL를 정확히 500 mL 비이커에 취한 다음 질산 2 mL를 넣고 수욕상에서 가열하여 약 10 mL 이하로 농축한다.

7.2.4.2 식힌 다음 물을 넣어 20 mL로 한 것을 시험용액으로 한다.

7.2.4.3 시험용액을 폴리염화알루미늄의 10.2.4.3에 따라 시험한다.

7.2.5 계산

작성한 검정곡선으로부터 측정된 발광 강도비에 해당하는 납 및 카드뮴의 양(μg)을 구하고 다음과 같이 납 및 카드뮴의 농도(mg/kg)을 산출한다.

$$\text{납 또는 카드뮴}(\text{mg}/\text{kg}) = \frac{\text{납 또는 카드뮴의 양}(\mu\text{g})}{\text{시료의 질량}(\text{g}) \times \frac{20}{500}}$$

8.0 아연

6.1.4.3에 따라 조제한 시험원액 200 mL를 사용하여 7.0 납, 카드뮴에 따라서 시험한다. 다만, 측정파장은 213.8 nm이다.

9.0 페놀가

9.1 개요

100 µg/L의 페놀 용액에 시료 현탁액을 단계적으로 가하여 60분간 교반후 잔류 페놀의 농도를 측정하여 흡착등온선을 작성하고 잔류 페놀농도 10 µg/L에 필요한 시료의 양을 구한다.

9.2 시약

9.2.1 브롬산칼륨·브롬칼륨용액

100 °C에서 건조하고 데시케이터에서 방냉한 브롬산칼륨 2.78 g과 브롬칼륨 10 g을 물에 녹여 1 L로 한다.

9.2.2 요오드산칼륨용액(16.67 mM)

미리 130 °C에서 2시간 건조하여 데시케이터에서 방냉한 요오드산칼륨(용량분석용 표준물질) 3.567 g을 취하여 물에 녹여 1,000 mL로 한다.

9.2.3 전분용액

가용성전분 1 g을 물 약 10 mL와 잘 섞으면서 가열한 물 100 mL중에 넣고, 약 1분간 끓인 후 식힌 다음 상층액을 쓰며, 이 용액은 쓸 때에 만든다. 필요이상 긴 시간 가열하면, 용액의 민감도가 감소한다.

9.2.4 4-아미노안티피린용액

4-아미노안티피린 2 g을 물에 녹여 100 mL로 하며 쓸 때에 만든다.

9.2.5 페리시안화칼륨용액

페리시안화칼륨의 큰 결정 약 2 g을 취하여 소량의 물로 표면을 씻은 후 물에 녹여 100 mL로 한다. 불순물이 있는 경우에는 여과하며 쓸 때에 만든다.

9.2.6 클로로포름

9.2.7 인산완충액

인산1수소칼륨 104.5 g과 인산2수소칼륨 72.3 g을 물에 녹여 1 L로 한다.

9.2.8 티오황산나트륨용액(0.1 N)

티오황산나트륨5수화물 26 g과 탄산나트륨(무수) 0.2 g을 탄산이 없는 물에 녹여 1 L로 하고 이소아밀알콜 약 10 mL를 넣어 잘 흔들어 섞고 2일간 둔다.

9.2.8.1 티오황산나트륨용액(0.1N) 표정

요오드산칼륨(120~140 °C에서 2시간 건조하고, 데시케이터에서 식힌 것) 약 80 mg을 정밀히 달아 마개달린 삼각플라스크에 넣고, 정제수 약 25 mL, 요오드화칼륨 2 g, 묽은황산 (1+5) 5 mL를 넣어 곧 마개를 막고, 조용히 흔들어 섞은 후 어두운 곳에서 5분간 가만히 둔다. 다시 물 100 mL를 넣고 유리된 요오드를 0.1 N 티오황산나트륨용액으로 적정하여, 액의 색이 갈색에서 담황색으로 변하면 전분용액 2~3 mL를 지시약으로 넣은 후 액의 청색이 없어질 때까지 다시 적정을 계속하고, 여기에 소비된 0.1 N 티오황산나트륨용액의 mL수(a)를 구하여 다음 식에 따라 0.1 N 티오황산나트륨용액의 규정도계수를 구한다.

$$f = \frac{\text{요오드산칼륨의 양}(mg)}{(a-b) \times 3.567}$$

여기서, b : 요오드산칼륨을 넣지 않고 위와 같은 방법으로 시험할 때 소비된 0.1 N 티오황산나트륨용액의 mL수

9.3 페놀표준원액(1 mg C₆H₅OH/mL)

9.3.1 페놀 1 g을 물에 녹여 1,000 mL로 하며 표준원액을 만들 때 마다 다음 방법에 따라 이 용액에 함유된 페놀의 농도를 측정한다.

9.3.2 이 용액 50 mL를 300 mL 마개달린 삼각플라스크에 넣고, 물 약 100 mL를 넣은 후 브롬산칼륨·브롬칼륨용액 50 mL와 염산 5 mL를 넣어 백색침전을 생성시킨다.

9.3.3 마개를 막아 조용히 흔들어 10분간 둔 다음 요오드화칼륨 1 g을 넣고 유리된 요오드를 0.1N 티오황산나트륨용액으로 적정하여 액의 색이 갈색에서 담황색으로 변하면, 전분용액 2~3 mL를 지시용액으로 넣은 후 액의 청색이 없어질 때까지 다시 적정하여, 이에 소비된 0.1N 티오황산나트륨용액의 mL수(a)를 구한다.

9.3.4 따로 증류수 100 mL에 브롬산칼륨·브롬칼륨용액 25 mL를 넣은 용액에 대하여 같은 방법으로 시험하고, 이에 소비된 0.1N 티오황산나트륨용액의 mL수(b)를 구하여, 다음 식에 따라 이 용액 중 함유된 페놀의 양(mg/mL)을 산출한다.

$$\text{페놀 원액 1 mL 중 페놀량(mg/mL)} = \frac{2b-a}{50} \times f \times 1.569$$

여기서, f : 0.1 N 티오황산나트륨용액의 규정도계수

1.569 : 0.1 N 티오황산나트륨용액 1 mL에 상당하는 페놀량(mg)

9.4 페놀표준용액(10 μg C₆H₅OH/mL)

10 mg에 상당하는 페놀이 함유된 페놀표준원액을 취하여 물을 넣어 1 L로 하며 사용할 때마다 만든다(이 용액 1 mL는 페놀 0.01 mg을 함유한다).

9.5 기구 및 장치

9.5.1 자-테스터

최고 150 rpm 정도의 것

9.5.2 진탕기

진폭이 4~5 cm로, 1분간에 200~300회 왕복 가능한 것

9.5.3 자외선/가시선 분광광도계

9.6 분석절차

9.6.1 시료 현탁액의 조제

이 품목을 건조시켜 KS 325호체(45 μm)를 90% 이상 통과할 때까지 분쇄한 후, 체를 통과한 시료를 다시 건조하여 0.2 g을 정밀히 달아 200 mL의 부피플라스크에 물 100 mL로 씻어주면서 옮겨준 다음 물을 넣어 200 mL로 하여 세계 흔들어 섞는다. 이 현탁액 1mL는 시료 1 mg을 함유한다.

초음파를 사용하여 혼합하여도 된다.

9.6.2 시험원액의 조제

9.6.2.1 물 450 mL를 넣은 여러 개의 비이커를 자-테스터에 놓고 시료가 침전하지 않을 정도로 교반(100 rpm)하면서 각 비이커에 페놀표준용액($10 \mu\text{g C}_6\text{H}_5\text{OH/mL}$) 5 mL를 넣는다.

9.6.2.2 약 100 rpm으로 교반하면서, 시료현탁액 0, 2.5, 5.0~15.0 mL를 빠르게 차례로 넣은 다음 물로 500 mL로 한다(이때 페놀의 농도는 $100 \mu\text{g /L}$ 이다).

9.6.2.3 1시간 동안 교반한다.

9.6.2.4 각 비이커의 용액을 여지 2층 위에 여지 5종C를 넣은 도가니여과기를 사용하여 흡인 여과한다. 최초의 여액 250 mL를 버리고 나머지 여액을 시험원액으로 한다.

9.6.3 잔류 페놀의 정량

9.6.3.1 9.6.2.4의 각 시험용액 200 mL를 정확하게 취하여 300 mL 분별깔때기에 넣고, 인산완충액 10 mL를 넣은 다음 묽은암모니아수(2+1)를 넣어 pH를 9.3~9.7로 조정한다.

9.6.3.2 4-아미노안티피린용액(20 g/L) 1 mL를 가하여 혼합한 후, 페리시안화칼륨용액 2.5 mL를 넣어 잘 섞은 다음 10분간 정치한다.

9.6.3.3 클로로포름 25 mL를 넣은 다음 진탕기(약 200회/분)를 사용하여 30초간 강하게 섞고 5분간 정치하여 클로로포름층을 취하여 건조여지로 여과한다. 이를 시험용액으로 한다.

9.6.3.4 이 용액의 일부를 흡수셀(10 mm)에 넣고, 자외선/가시선 분광광도계를 이용하여 파장 460 nm 부근의 흡광도를 측정한다.

9.6.3.5 검정곡선의 작성

페놀표준용액($10 \mu\text{g C}_6\text{H}_5\text{OH/mL}$) 0, 0.1~2.0 mL를 단계적으로 비이커에 취하고 물을 넣어 전량 200 mL로 한다. 이하 9.6.3과 같은 방법으로 시험하여 페놀의 양과 흡광도와의 관계를 구한다.

9.6.4 계산

9.6.3.5에서 작성한 검정곡선으로부터 9.6.3.4에서 측정한 흡광도에 해당하는 페놀량(μg)을 구하고 다음 식에 따라 시험원액 중 잔류 페놀 농도($\mu\text{g/L}$)를 산출한다.

$$\text{페놀}(\mu\text{g/L}) = \frac{e}{\frac{200}{500}} \times \frac{1000}{500}$$

여기서, e : 시험용액중의 페놀량(μg)

9.6.5 페놀 흡착량의 계산

100 $\mu\text{g/L}$ 에서 각 시험원액의 잔류 페놀 농도를 빼고 각 시험원액의 페놀 흡착량을 구한다.

9.6.6 활성탄 단위당 페놀 흡착량

각 시험원액의 페놀 흡착량을 해당하는 활성탄 첨가농도(시료현탁액의 mL수 \times 2)로 나누어 활성탄 단위(mg)당 페놀흡착량을 구한다.

9.6.7 흡착등온선의 작성

양대수 방안지의 종축에 활성탄 단위당 페놀 흡착량을 횡축에 잔류 페놀 농도를 취하고 각 수치를 플롯트하여 회귀직선을 작성한다. 다만, 페놀 잔류량의 가장 작은 수가 10 $\mu\text{g/L}$ 이상이면, 활성탄 첨가량을 늘려서 다시 시험한다.

9.5.8 페놀가의 산정

흡착등온선과 종축 잔류 페놀 농도 10 $\mu\text{g/L}$ 상의 수직선과의 교점(P)에서 활성탄 단위당 페놀 흡착량 $K_1(\text{C}_6\text{H}_5\text{OH } \mu\text{g}/\text{활성탄 mg})$ 을 구하고 다음 식에 의해 페놀가를 산출한다.

$$\text{페놀가} = \frac{100-10}{K_1}$$

9.6.9 부록

표 1. 폐놀가 산정(예)

| 활성탄 시료 A | | | | | 활성탄 시료 B | | | | |
|--------------------|-----------------------|-----------------------------------|----------------------------------|---|--------------------|-----------------------|-----------------------------------|----------------------------------|---|
| | M | | X | X/M | | M | | X | X/M |
| 활성탄 첨가량 (mg) | 활성탄첨 가농도 (mg/L) | 잔류폐놀 농도 ($\mu\text{g/L}$) | 폐놀 흡착량 ($\mu\text{g/L}$) | 활성탄 단위당 흡착량 ($\mu\text{g/mg}$) | 활성탄 첨가량 (mg) | 활성탄 첨가농도 (mg/L) | 잔류폐놀 농도 ($\mu\text{g/l}$) | 폐놀 흡착량 ($\mu\text{g/l}$) | 활성탄 단위당 흡착량 ($\mu\text{g/mg}$) |
| 0 | 0 | 107 | 0 | - | 0 | 0 | 106 | 0 | - |
| 5 | 10 | 55 | 52 | 5.2 | 5 | 10 | 45 | 61 | 6.1 |
| 7.5 | 15 | 38.5 | 68.5 | 4.57 | 7.5 | 15 | 28 | 78 | 5.2 |
| 10 | 20 | 27 | 80 | 4.0 | 12.5 | 25 | 13.5 | 92.5 | 3.7 |
| 12.5 | 25 | 19 | 88 | 3.52 | 15 | 30 | 7 | 99 | 3.3 |
| 15 | 30 | 14 | 93 | 3.1 | | | | | |

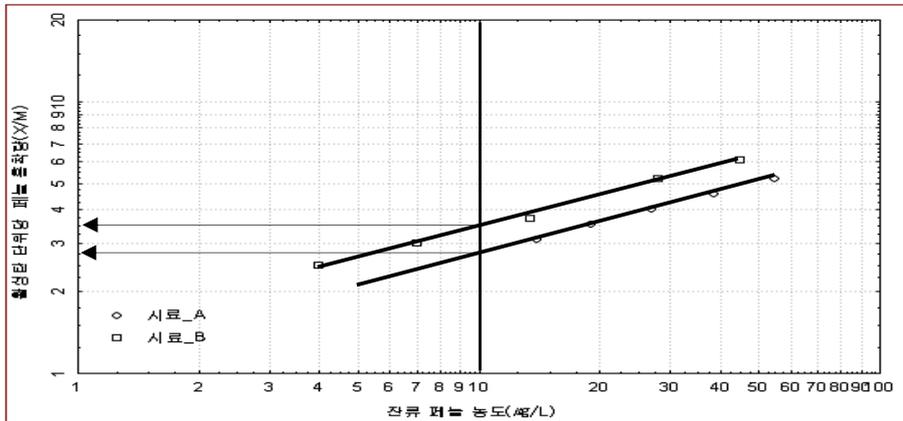


그림 1. 폐놀가 산정의 도면(예)

10.0 ABS가

10.1 개요

5.0 mg/L의 ABS 용액에 시료 현탁액을 단계적으로 가하여 60분간 진탕 후 잔류 ABS 농도를 측정하고 흡착등온선을 작성하여 잔류 ABS 농도가 0.5 mg/L 되기 위해 필요한 시료의 양을 구한다.

10.2 시약

10.2.1 페놀프탈레인용액

페놀프탈레인용액 0.5 g을 에탄올(95v/v%) 90 mL에 녹이고 물을 넣어 100 mL로 한 후 이 용액이 홍색을 나타낼 때까지 수산화나트륨용액 (0.1W/V%)을 넣는다.

10.2.2 메틸렌블루용액

메틸렌블루 0.1 g을 물에 녹여 1 L로 한다. 이 용액 30 mL를 취하여 물 500 mL, 황산 6.8 mL, 인산2수소나트륨(2수화물) 50 g을 넣어 녹이고 물로 1 L로 한다.

10.2.3 세척용액

황산 6.8 mL를 물 500 mL에 녹이고 이 용액에 인산2수소나트륨(2수화물) 50 g을 넣어 녹이고 물로 1 L로 한다.

10.2.4 ABS 표준원액(1 mg $C_{12}H_{25}C_6H_4SO_3Na$ /mL)

도데실벤젠설포산나트륨($C_{12}H_{25}C_6H_4SO_3Na$) 1.000 g(순도 100%로 환산하여 계산함)을 물에 녹여 1 L로 한 후 찬 곳에 보존한다(이 용액 1 mL는 도데실벤젠설포산나트륨 1 mg을 함유한다).(이하 DBS라 함)

10.2.5 ABS 표준용액(0.01 mg DBS/mL)

ABS 표준원액을 물로 100배 희석하여 찬곳에 보존하고 만든 후 1주일 내에 사용한다(이 용액 1 mL는 도데실벤젠설포산나트륨 0.01 mg을 함유한다).

10.3 기구 및 시험용액

10.3.1 분별깔때기

10.3.2 진탕기

10.3.3 자외선/가시선 분광광도계 혹은 고속액체크로마토그래피

10.4 분석절차

10.4.1 시료현탁액의 조제

9.0 페놀가의 9.6.1 시료현탁액의 조제에 따른다.

10.4.2 시험용액의 조제

10.4.2.1 ABS 표준용액 (0.01 mg DBS/mL) 50 mL를 여러 개의 200 mL 마개달린 삼각플라스크에 취하고 각각에 시료현탁액 0, 2~6 mL를 정확히 넣은 다음 물로 100 mL로 한다.(이때 ABS 농도는 5.0 mg/L 이다) 이 액을 진탕기 (약 200회/분)에서 1시간 진탕한 후 30분간 정치한다.

10.4.2.2 여지 5종C(직경 11 cm)로 여과하여 처음의 여액 약 30 mL는 버리고 나머지 여액 20 mL 또는 50 mL를 정확히 취하여 시험용액으로 한다.

10.4.3 잔류 ABS 측정

10.4.3.1 시험용액(20 mL 또는 50 mL)을 분별깔때기에 취하고 물로 100 mL로 한 후 페놀프탈레인용액 수 방울을 넣은 후, 액이 홍색을 나타낼 때까지 수산화나트륨용액(4 w/v%)을 넣어 혼합한다.

10.4.3.2 다시 홍색이 없어질 때까지 묽은황산 (1+1)을 넣고 여기에 클로로포름 10 mL, 메틸렌블루용액 50 mL를 넣어 30초간 진탕하여 섞은 후 정치하여 클로로포름층을 분리한다.

10.4.3.3 클로로포름층은 제2의 분별깔때기에 옮기고, 물 층에 다시 클로로포름 10 mL씩을 사용하여 2회 추출한다.

10.4.3.4 추출한 클로로포름층을 제2의 분별깔때기에 합한다.

10.4.3.5 제2의 분별깔때기에는 세척용액 50 mL를 넣어 30초간 강하게 흔들어 섞은 다음 가만히 두었다가 클로로포름층을 50 mL의 부피플라스크에 넣는다.

10.4.3.6 제2의 분별깔때기는 다시 클로로포름 5 mL씩을 사용하여 2회 이상 추출하여 위의 부피플라스크에 합한 다음 클로로포름을 넣어 전량 50 mL로 하고 이 용액의 일부를 흡수셀

(10 mm)에 넣고 광전분광광도계 또는 광전광도계를 사용하여 물을 시험용액과 같은 방법으로 시험한 바탕시험액을 대조액으로 하여 654 nm 부근에서 흡광도를 측정한다.

10.4.3.7 10.4.4에 따라 작성한 검정곡선으로부터 시험용액중의 ABS의 양을 측정하고 다음 식에 따라 ABS의 양(mg/L)을 구한다.

$$\text{ABS(mg/L)} = \frac{a}{20 \text{ 또는 } 50/100}$$

10.4.4 검정곡선의 작성

ABS 표준용액(0.01 mg/mL) 0, 1~10 mL를 단계적으로 수개의 100 mL 플라스크에 취하여 물을 넣어 100 mL로 한다. 이하 10.4.3과 동일하게 조작하여 ABS 양과 흡광도와의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

10.4.5 ABS가의 산정

10.4.5.1 ABS 흡착량의 계산

5 mg/L로부터 각 시험용액의 잔류 ABS 농도를 빼고 각 시험용액의 ABS 흡착량을 구한다.

10.4.5.2 활성탄 단위당 ABS 흡착량

각 시험용액의 ABS 흡착량을 해당 활성탄 첨가 농도(시료현탁액 mL수×10)로 나누어 활성탄 단위(mg)당 ABS 흡착량을 구한다.

10.4.5.3 흡착등온선의 작성

양대수 방안지의 종축에 활성탄 단위당 ABS 흡착량을, 횡축에 잔류 ABS 농도(mg/L)로 하여 각 수치를 플롯트하여 회귀직선을 작성한다. 가장 적은 잔류 ABS 양이 0.5 mg/L 이상인 경우에는 활성탄 첨가량을 증가하여 다시 흡착 조작을 한다.

10.5 ABS가의 계산

흡착 등온선의 종축 잔류 ABS 양 0.5 mg/L의 수직선과 직선과의 교점(P)에 대한 활성탄 단위당 ABS 흡착량 K (DBS mg/활성탄 mg)을 구하며, 다음 식에 따라 ABS 가를 계산하고 정수로 표시한다.

$$ABS가 = \frac{5.0 - 0.5}{K}$$

10.6 부록

표 1. ABS가 선정(예)

| 활성탄 시료 A | | | | | 활성탄 시료 B | | | | |
|--------------------|---------------------------|---------------------------|--------------------|------------------------------|--------------------|---------------------------|---------------------------|----------------------|------------------------------|
| | M | | X | X/M | | M | | X | X/M |
| 활성탄 첨가량 (mg) | 활성탄 첨가 농도 (mg/L) | 잔류 ABS 농도 (mg/L) | ABS 량 (mg/L) | 활성탄 단위당 흡착량 (mg/mg) | 활성탄 첨가량 (mg) | 활성탄 첨가 농도 (mg/L) | 잔류 ABS 농도 (mg/L) | ABS 흡착량 (mg/L) | 활성탄 단위당 흡착량 (mg/mg) |
| 0 | 0 | 5.03 | - | - | 0 | 0 | 5.03 | - | - |
| 2 | 20 | 2.11 | 2.92 | 0.1460 | 2 | 20 | 2.13 | 2.90 | 0.1450 |
| 3 | 30 | 1.20 | 3.83 | 0.1277 | 3 | 30 | 1.26 | 3.77 | 0.1257 |
| 4 | 40 | 0.68 | 4.35 | 0.1088 | 4 | 40 | 0.53 | 4.50 | 0.1125 |
| 5 | 50 | 0.36 | 4.67 | 0.0934 | 5 | 50 | 0.30 | 4.73 | 0.0946 |

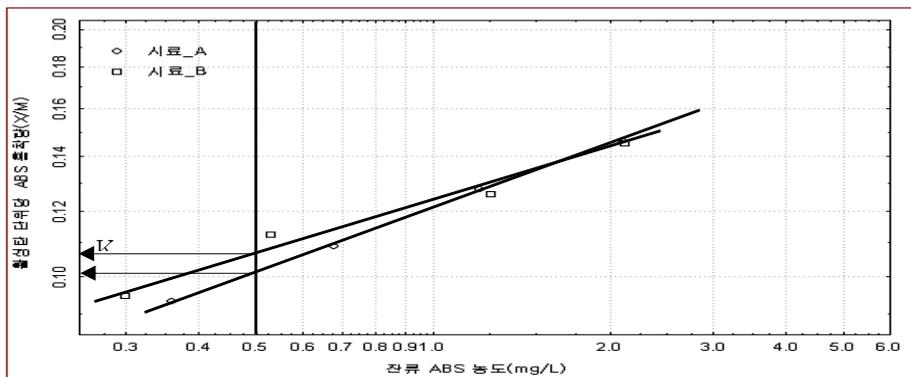


그림 1. ABS가 산정도(예)

11.0 메틸렌블루 탈색력

11.1 개요

시료에 메틸렌블루 용액을 가하여 30분간 진탕 후, 흡착하는 메틸렌블루의 양을 구한다.

11.2 시약

11.2.1 인산2수소칼륨용액(0.0667 M)

인산2수소칼륨 9.078 g을 물에 녹여 1 L로 한다.

11.2.2 인산수소2나트륨용액 (0.0667 M)

인산수소2나트륨 (12수화물) 23.88 g을 물에 녹여 1 L로 한다.

11.2.3 인산완충액

인산2수소칼륨용액과 인산수소2나트륨의 용액을 4:6의 비로 혼합한다. 이 완충액의 pH는 7이다.

11.2.4 메틸렌블루용액 (A)

메틸렌블루($C_{16}H_{18}N_3ClS \cdot 3H_2O$) 1.2 g(건조중량^{주)}으로 환산하여)을 인산완충액에 녹여 1 L로 한다.

주) 건조중량 환산방법

메틸렌블루는 건조하면 성상이 변화되므로 미리 이 시약 1 g을 100~110 °C에서 4시간 건조하여 건조감량을 구하고 이 수치를 이용해서 건조하지 않은 메틸렌블루의 양을 건조중량으로 환산한다.

11.2.5 메틸렌블루용액 (B)

메틸렌블루용액(A) 10 mL에 물을 넣어 500 mL로 하고 이 용액 5 mL에 인산완충액을 넣어 500 mL로 한다.

11.3 기구 및 장치

11.3.1 진탕기

11.3.2 자외선/가시선 분광광도계

11.4 분석절차

11.4.1 시험조작

11.4.1.1 이 품목을 건조시켜 KS 325호체(45 μm)를 90% 이상 통과할 때까지 분쇄한 후, 체를 통과한 시료를 다시 건조하여 0.2 g을 여러개의 100 mL 마개달린 삼각플라스크에 넣는다.

11.4.1.2 메틸렌블루용액(A)를 추정치 전후해서 2 mL 간격으로 넣고 진탕기(약 200회/분)에서 30분간 진탕한다.

11.4.1.3 미리 메틸렌블루용액(B) 20 mL를 눈금접시가 부착된 깔때기를 사용해서 흡인여과한 유리섬유여지(기공크기 0.5 μm) 또는 여지5종C로 여지가 세지 않도록 주의해서 여과한다.

11.4.1.4 여액을 셀에 취하여 분광광도계를 이용하여 654 nm 부근에서 흡광도를 측정한다. 별도로 메틸렌블루용액(B)의 흡광도를 측정한다.

11.4.2 메틸렌블루 탈색력의 산정

11.4.2.1 편대수 방안지를 사용해서 같은 간격의 눈금에 메틸렌블루용액 (A)의 첨가량을 대수 눈금에는 여액의 흡광도를 취하여 각 수치를 플롯트하여 직선을 긋는다.

11.4.2.2 방안지상에서 메틸렌블루용액(B)의 흡광도상의 수선과 작도한 직선의 교차점 (P)에 있어서 메틸렌블루용액(A)의 첨가량 (K mL)를 구한다.

11.5 계산

다음 식에 따라서 메틸렌블루탈색력(mL/g)을 산출하고 1자리에서 반올림하여 10자리수로 표시한다.

$$\text{메틸렌블루탈색력}(mL/g) = K \times \frac{1}{\text{시료}(g)}$$

11.6 부록

표 1. 탈색력 시험결과의 정리(예)

| 메틸렌블루 용액(A) 첨가량(mL) | 흡광도 측정값 | |
|------------------------|----------|----------|
| | 활성탄 시료 A | 활성탄 시료 B |
| 30 | 0.019 | - |
| 32 | 0.031 | - |
| 34 | 0.047 | 0.027 |
| 36 | 0.071 | 0.034 |
| 38 | 0.108 | 0.044 |
| 40 | - | 0.060 |
| 42 | - | 0.071 |

(이때, 메틸렌블루 B 용액의 흡광도 : 0.043)

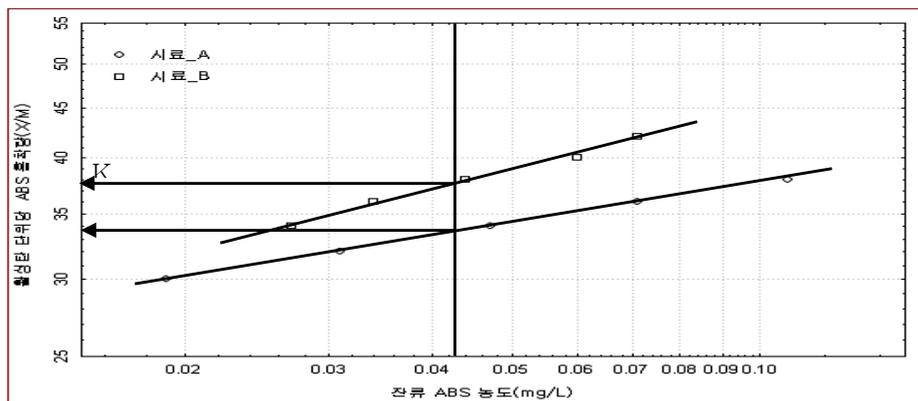


그림 1. 메틸렌블루탈색력 산정도(예)

12.0 요오드 흡착력

12.1 개요

0.1 N의 요오드 용액에 시료 0.5 g을 가하여 15분간 진탕한 후 잔류 요오드 농도를 측정하여 활성탄 단위당 요오드 흡착량을 구한다.

12.2 시약

12.2.1 요오드용액(0.1 N)

요오드화칼륨 25 g을 물 30 mL에 녹이고 요오드 약 13 g을 가하여 녹이고 물로 1 L를 만든

다. 이 용액은 온도 약 10 °C의 암소에 보관하고 사용할 때마다 다음과 같이 표정한다.

12.2.1.1 요오드용액(0.1 N) 표정

0.1 N 요오드 용액 20 mL를 취하고 삼각플라스크 200 mL에 옮겨 넣고 0.1 N 티오황산나트륨 용액으로 적정한다. 액의 색이 갈색에서 담황색으로 변하면, 전분 용액 1 mL를 가하여 다시 적정을 계속한다. 액의 청색이 사라지면 종점으로 한다.(a)

$$f_t = \frac{a \times f}{20}$$

여기서, a : 0.1 N 티오황산나트륨 용액의 사용량(mL)

f: 0.1 N 티오황산나트륨 용액의 규정도 계수

12.2.2 티오황산나트륨용액(0.1 N)

9.0 페놀의 9.2.8에 따른다.

12.2.3 전분용액

9.0 페놀의 9.2.3에 따른다.

12.3 기구 및 장치

12.3.1 진탕기

12.3.2 원심분리기

용량 50 mL의 원심분리관을 2,000 rpm이상 회전할 수 있는 것

12.4 분석절차

12.4.1 이 품목을 건조시켜 KS 325호체(45 μm)를 90% 이상 통과할 때까지 분쇄한 후, 체를 통과한 시료를 다시 건조하여 0.5 g을 100 mL 마개달린 갈색 삼각플라스크에 넣고 여기에 0.1

N 요오드용액 50 mL를 정확히 넣고 진탕기(약 200회/분)에서 15분간 진탕한다.

12.4.2 원심분리관에 넣고 2,000 rpm에서 5분간 원심분리한다.

12.4.3 이 상층액 10 mL를 100 mL 비이커에 넣고, 0.1 N 티오황산나트륨용액으로 적정한다.

12.4.4 갈색이 담황색으로 변하면 전분용액 3~4방울을 넣어 생긴 청색이 없어질 때까지 계속 적정한다.

12.4.5 이에 소비된 0.1 N 티오황산나트륨용액의 적정량(a, mL)으로부터 요오드흡착력(mg/g)을 산출한다.

12.5 계산

$$\text{요오드 흡착력}(mg/g) = \frac{(10-a) \times f}{\text{시료량}(g) \times \frac{10}{50}} \times 12.69$$

여기서, f : 0.1 N 요오드 용액의 규정도 계수

f : 0.1 N 티오황산나트륨 용액의 규정도 계수

3. 황산구리

2013

(Cupric Sulfate : $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)

<성분규격 기준>

| 항목 | 기준 |
|---|---------------------------|
| 성상 | 청색의 덩어리 또는 청백색의 결정성 분말 |
| 확인시험 | 확인시험법에 따라 시험할 때 적합하여야 한다. |
| 황산구리($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) | 98.5% 이상 |
| 물불용물 | 0.5% 이하 |
| 철(Fe) | 0.1 % 이하 |
| 비소(As) | 3 mg/kg 이하 |
| 납(Pb) | 10 mg/kg 이하 |

1.0 확인시험

제3장 확인시험법 중 1.6 제이구리염 및 1.4 황산염의 반응을 나타낸다.

2.0 황산구리

2.1 개요

시료 중의 황산구리를 초산 및 요오드칼륨으로 반응시키고 티오황산나트륨으로 적정하여 황산 동의 농도를 구한다.

2.2 시약

2.2.1 티오황산나트륨용액(0.1 N)

티오황산나트륨(5 수화물) 26 g 및 무수탄산나트륨 0.2 g에 새로 끓여 식힌 물을 넣어 녹여 1 L로 하고 이소아밀알코올 약 10 mL를 넣고 2 일간 방치한 후 다음과 같이 표정한다.

2.2.1.1 티오황산나트륨용액(0.1 N) 표정

요오드산칼륨(120~140 °C에서 약 2 시간 건조하고, 데시케이터에서 식힌 것) 약 80 mg을 정밀히 달아 마개달린 삼각플라스크에 넣고, 정제수 약 25 mL, 2 g 및 10% 염산용액 10 mL를 넣어 마개를 닫고 어두운 곳에 약 10분간 방치한 다음 물 100 mL를 넣어 유리된 요오드를 조제된 티오황산나트륨액으로 적정하여 규정도 계수를 계산한다. 다만, 적정의 종말점은 액의 종말점 부근에서 옅은 황색으로 되었을 때 전분용액 3 mL를 넣어 생긴 청색이 탈색될 때로 한다. 같은 방법으로 바탕시험을 하여 보정한다.

$$0.1 \text{ N 티오황산나트륨 } 1 \text{ mL} = 3.5667 \text{ mg 요오드화칼륨O}_3$$

주 1) 오랫동안 보관된 것은 표정하여 보정한다.

2.2.2 초산

2.2.3 요오드칼륨

2.3 분석절차

2.3.1 이 품목 약 0.7 g을 정밀히 달아 마개달린 플라스크에 넣고 물 약 50 mL를 넣어 녹인다.

2.3.2 초산 2 mL 및 요오드칼륨 3 g을 넣어 즉시 마개를 하여 어두운 곳에 5분간 방치하고 유리된 요오드를 0.1 N 티오황산나트륨용액으로 적정한다.

3.0 물불용물

3.1 개요

시료를 물에 녹여 유리여과기로 여과하고 잔류물질을 건조하여 무게를 달아 물불용분을 구한다.

3.2 기구 및 장치

3.2.1 도가니형 유리여과기(G3형)

3.2.2 데시케이터

3.3 분석절차

3.3.1 이 품목 약 20 g을 정밀히 달아 물 200~300 mL를 넣어 때때로 흔들어 주면서 충분히 녹인다.

3.3.2 불용해분을 미리 무게를 단(a) 도가니형 유리여과기(G3형)로 여과하고 여액이 황산이온의 반응을 나타내지 않을 때까지(염화바륨 용액과 반응하여 백색 침전이 생기지 않을 때 까지) 온수로 씻는다.

3.3.3 잔류물을 유리여과기와 같이 105~110 °C에서 1시간 건조한 다음 데시케이터안에서 식히고 칭량한다 (b).

3.4 계산

$$\text{물불용물}(\%) = \frac{\text{질량의 차}(b-a)(g)}{\text{시료의 무게}(g)} \times 100$$

4.0 철

4.1 자외선/가시선 분광법

시료 1 g에 대하여 폴리염화알루미늄의 8.1 자외선/가시선 분광법에 따라 시험한다.

4.2 유도결합플라스마-원자발광분광법

시료 5 g에 대하여 폴리염화알루미늄의 8.2 유도결합플라스마-원자발광분광법에 따른다.

5.0 비소

5.1 자외선/가시선 분광법

시료 1 g에 대하여 9.1 자외선/가시선 분광법에 따라 시험한다.

5.2 원자흡수분광광도법

시료 5 g에 대하여 폴리염화알루미늄의 9.2 원자흡수분광광도법에 따른다.

6.0 납

6.1 폴리염화알루미늄의 10.1 원자흡수분광광도법에 따른다.

4. 수산화나트륨

(Sodium hydroxide, NaOH)

2013

<성분규격 기준>

| 항목 | 기준 |
|--------------|-----------------------------------|
| 성상 | 무색 또는 약간 착색된 투명한 액체 |
| 확인시험 | 확인시험법에 따라 시험법에 따라 시험할 때 적합하여야 한다. |
| 수산화나트륨(NaOH) | 1종 : 5 % 이상, 2종 : 45 % 이상 |
| 염화나트륨(NaCl) | 1.5 % 이하 |
| 비소(As) | 2 mg/kg 이하 |
| 크롬(Cr) | 5 mg/kg 이하 |
| 카드뮴(Cd) | 2 mg/kg 이하 |
| 납(Pb) | 10 mg/kg 이하 |
| 수은(Hg) | 0.2 mg/kg 이하 |

1.0 확인시험

제3장 확인시험법 중 1.5. 나트륨염의 반응을 나타낸다.

2.0 수산화나트륨

2.1 개요

2.2 시약

2.2.1 무탄산정제수

물을 끓여 탄산가스와 기타의 휘발성물질을 제거한 다음 탄산가스를 흡수하지 않도록 공기 중에서 상온으로 식힌다.

2.2.2 염화바륨용액

염화바륨(2수염) 10 g을 물로 녹여 100 mL로 한다.

2.2.3 메틸레드혼합지시용액

메틸레드 0.02 g 및 브롬크레솔그린 0.1 g을 에탄올(95 v/v%)에 녹여 100 mL로 한다.

2.2.4 염산용액(0.1 N)

염산 9.0 mL를 물로 희석하여 1 L로 한다.

2.2.4.1 염산용액(0.1 N) 표정

미리 약 270 °C에서 1시간 건조한 탄산나트륨(표준시약) 약 0.10 g을 정밀히 달아 물 100 mL에 녹이고 메틸레드 혼합 지시약 수 방울을 넣은 다음 위의 0.1 N 염산으로 적정한다.

$$F = \frac{\text{탄산나트륨의 양(mg)}}{0.1N \text{ 염산의 소비량(mL)} \times 5.3}$$

2.3 분석절차

2.3.1 이 품목 약 2 g을 정밀히 달아 무탄산정제수를 넣어 250 mL로 한 다음, 이 액 25 mL를 정확히 취한다.

2.3.2 마개달린 삼각 플라스크에 넣고 염화바륨용액 1 mL를 넣고 마개를 하여 조용히 섞은 다음 메틸레드 혼합지시약 수 방울을 넣어 0.1 N 염산으로 적정한다. 따로 같은 방법으로 바탕시험을 한다.

2.4 계산

0.1 N 염산용액 1 mL = 4 mg NaOH

3.0 염화나트륨

3.1 개요

3.2 시약

3.2.1 페놀프탈레인용액

페놀프탈레인 0.5 g을 에탄올(50 v/v%) 100 mL에 녹이고 수산화 나트륨 용액(0.1 v/v%)으로 미홍색이 나타날 때까지 중화한다.

3.2.2 크롬산칼륨용액

크롬산칼륨 5 g을 소량의 물에 녹인 다음 약간의 적색 침전이 나타날 때까지 0.1 N 질산은용액을 넣고 여과한 여액에 물을 넣어 100 mL로 한다.

3.2.2.1 질산은용액(0.1 N)

질산은 17 g을 물에 녹여 1L로 한다.

1) 질산은용액(0.1 N) 표정

미리 500~600 °C로 40~50분간 건조시키고 데시케이터에서 식힌 염화나트륨(표준시약) 0.10g을 정밀히 달아 백색 사기접시에 넣고 크롬산칼륨용액 0.2 mL를 넣고 0.1 N 질산은용액으로 적정한다.

$$F = \frac{\text{염화나트륨의 양(mg)}}{0.1N \text{ 질산은용액의 소비량(mL)} \times 5.844}$$

3.3 분석절차

3.3.1 이 품목 10 g을 정밀히 달아 물에 녹여 500 mL로 한다.

3.3.2 이 액 100 mL를 취하여 백색사기접시에 넣고 질산 적당량¹⁾을 넣은 다음 페놀프탈레인용액 수 방울을 넣고 액의 색이 없어질 때까지 묽은 질산(1+50)으로 중화한다.

3.3.2 여기에 크롬산칼륨용액 약 0.2 mL을 넣어 0.1 N 질산은용액으로 적정한다. 종말점은 액의 색이 담황색을 나타낼 때로 한다. 따로 같은 방법으로 바탕시험을 한다.

주 1) 질산적당량 (mL) = 시료중의 수산화나트륨함량(%) × 0.033

3.4 계산

$$0.1N \text{ 질산은용액 } 1 \text{ mL} = 5.844 \text{ mg NaCl}$$

4.0 비소

이 품목 약 1 g을 정밀히 달아 비소시험장치의 발생병에 넣고 염산 7 mL를 서서히 넣은 다음 물을 넣어 약 40 mL로 한다. 이하 폴리염화알루미늄의 9.0 비소에 따라서 시험한다.

5.0 크롬

폴리염화알루미늄의 11.0 크롬에 따라서 시험한다.

6.0 납, 카드뮴

이 품목 약 5 g을 정밀히 달아 200 mL 비커에 넣고 물 약 25 mL를 넣은 다음 시계접시를 덮는

것과 동시에 질산 6 mL를 넣고 3분간 끓인 다음 식힌다. 이하는 폴리염화알루미늄 10.0 납, 카드뮴에 따라서 시험한다.

7.0 수은

이 품목 약 5 g을 정밀히 달아(Hg로서 1 μ g 이하를 함유) 환류냉각기가 부착된 분해플라스크에 넣고 물을 넣어 100mL로 한 다음 질산 16 mL 및 과망간산칼륨 1 g을 넣어 조용히 흔들어서 주고 유리구 몇 개를 넣고 조용히 가열하여 1시간 끓인다. 이하는 폴리염화알루미늄의 12.0 수은에 따라서 시험한다.

5. 제오라이트

2013

(Zeolite)

<성분규격 기준>

| 항목 | 기준 |
|---------------|--|
| 성상 | 함수 알루미늄규산염이 주성분이고 소량의 알칼리 및 알칼리토금속을 함유한 광물을 가공한 것으로서 물에서 팽윤하지 않고 염기 치환능이 큰 미황색 또는 청회색의 입상이다. |
| pH | 5.0~12.0 |
| 체잔류물 | KS 6호체(3360 μm)를 통과하고 KS 35호체(500 μm)에 남아있는 체잔류물 90 % 이상 |
| 경도 | 80 % 이상 |
| 염기치환용량(C.E.C) | 130 mL/100g 이상 |
| 비소(As) | 2 mg/kg 이하 |
| 납(Pb) | 10 mg/kg 이하 |
| 카드뮴(Cd) | 1 mg/kg 이하 |
| 수은(Hg) | 0.2 mg/kg 이하 |

1.0 pH

활성탄의 시험방법 2.0 pH에 따라 시험한다.

2.0 체잔류물

2.1 기구 및 장치

2.1.1 KS표준망체 6호체(3.36 mm), 35호체(0.50 mm)

2.1.2 진탕기

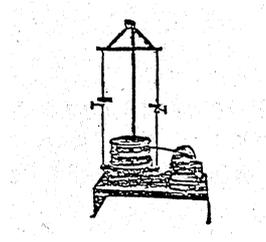


그림 1. 진탕기

2.2 분석절차

2.2.1 이 품목을 115~120 °C에서 4시간 건조한 후 150 g을 이중체(위: 표준망체 6호체(3.36 mm), 아래: 35호체(0.50 mm)] 위에 취하여 3분간 진탕기에서 흔들여 준다.

2.2.2 6호체를 통과하고 35호체는 통과하지 않고 잔류한 시료를 증발접시에 취하여 115~120 °C에서 1시간 건조한 다음 정밀히 달아 다음 식에 따라 체잔류물(%)을 구한다.

2.3 계산

$$\text{체잔류물(\%)} = \frac{\text{잔류량(g)}}{\text{시료량(g)}} \times 100$$

3.0 경도

3.1 기구 및 장치

3.1.1 경도 시험용기

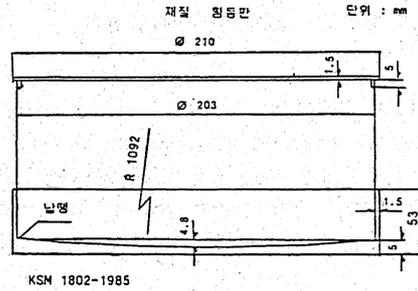


그림 1. 경도 시험용기

3.2 분석절차

3.2.1 체잔류물에서 얻은 시료 100 g을 지름 12.7 mm 및 지름 9.5 mm의 강구 각각 15개와 함께 경도시험용기에 넣고 진탕기에서 30분간 진탕한다.

3.2.2 체(45호체(0.35mm))와 받는 용기를 사용하여 경도시험용기 중의 강구를 제외한 전시료를 넣고 3분간 체거름한 다음 체에 남은 시료(a)의 무게를 정밀히 달아 경도(%)를 구한다.

3.3 계산

$$\text{경도}(\%) = \frac{a(\text{g})}{\text{시료의 무게}(\text{g})} \times 100$$

4.0 염기치환용량(C.E.C)

4.1 시약

4.1.1 초산암모늄용액(1 N)

초산암모늄 77.08 g을 물에 녹여 1 L로 한다.

4.1.2 붕산용액(2 %)

붕산 20 g을 브롬크레졸그린 0.099 g과 메틸레드 0.066 g을 에탄올에 녹여 100 mL로 한 액 20 mL를 취하여 넣고 pH를 5.0으로 조정한 후 물을 넣어 1 L로 한다.

4.2 분석절차

4.2.1 이 품목을 잘 분쇄하여 건조시킨 다음 체(35호체 : 0.5mm)를 통과한 시료 5g을 정밀히 달아 유리여과기(17G4)에 넣고 초산암모늄용액 200mL를 넣고 3시간 이상 방치한다. 진공 펌프를 이용하여 완전히 여액을 제거하고 에탄올로 유리 여과기내의 잔사를 2~3회 씻어주고, 여과병에 연결시킨 다음 N-염화나트륨용액 200mL를 유리여과기에 넣어 암모늄 이온을 천천히 치환하면서 진공펌프를 이용하여 여과병에 여액을 모은다.

4.2.2 이 여액을 분해플라스크에 취하여 증류장치의 흡수 플라스크에 2% 붕산용액 50mL를 넣고 냉각기의 끝부분이 액면 밑에 잠기게 한 다음 분해플라스크에 수산화나트륨 1~2g을 넣어 마개를 닫고 질소증류장치를 가열하여 암모니아성질소를 포집 하여 0.5N 황산용액으로 적정한다.

4.3 계산

$$\text{적정량 (mL)/100g} = \frac{0.5 \text{ N 황산용액의 적정소비량(mL)} \times f \times 0.5}{\text{시료의 무게(g)}} \times 100$$

5.0 비소

활성탄의 시험방법 6.0 비소에 따라 시험한다.

6.0 납, 카드뮴

활성탄의 시험방법 7.0 납, 카드뮴에 따라 시험한다.

7.0 수은

활성탄의 시험방법 6.0 비소항에 따라 조제한 시험원액 10 mL를 취하여 폴리염화알루미늄의 시험방법 12.0 수은에 따라 시험한다.

6. 일라이트 (Illite)

2013

<성분규격 기준>

| 항목 | 기준 |
|------|---|
| 성상 | 알루미나규산염이 주성분인 미세운모광물을 가공한 것으로서 물에서 팽윤하지 않으며 염기치환능이 낮은 미황색 분말이다. |
| pH | 4.0~11.0 |
| 체잔류물 | KS 325호체의 체잔류물 10 % 이하 |
| 건조감량 | 5 % 이하 |
| 비소 | 2 mg/kg 이하 |
| 납 | 10 mg/kg 이하 |
| 카드뮴 | 1 mg/kg 이하 |
| 수은 | 0.2 mg/kg 이하 |

1.0 pH

활성탄의 시험방법 2.0 pH에 따라 시험한다.

2.0 체잔류물

2.1 개요

시료에 물을 가하여 분산시킨 것을 시험용 체에 통과하여 체에 잔류하는 양을 구한다.

2.2 기구 및 장치

2.2.1 KS 325호 체

2.2.2 진탕기

2.3 분석절차

2.3.1 이 품목 100 g을 KS 325호의 체에 취하여 정제수를 흘려보내면서 체를 통과한 분산 용액이 투명해질 때까지 체가름을 한다.

2.3.2 체 위에 잔류한 시료를 증발접시에 취하여 115~120 °C에서 1시간 건조한 다음 무게를 달아 2.3에 따라 체잔류물(%)을 구한다.

2.4 계산

$$\text{체잔류물(\%)} = \frac{\text{잔류량(g)}}{\text{시료량(g)}} \times 100$$

3.0 건조감량

활성탄의 시험방법 4.0 건조감량에 따라 시험한다.

4.0 비소

활성탄의 시험방법 6.0 비소에 따라 시험한다.

5.0 납, 카드뮴

활성탄의 시험방법 7.0 납, 카드뮴에 따라 시험한다.

6.0 수은

활성탄 6.0 비소에 따라 조제한 시험원액 10 mL를 취하여 폴리염화알루미늄의 시험방법 12.0 수은에 따라 시험한다.

7. 황산

2013

(Sulfuric acid, H₂SO₄)

<성분규격 기준>

| 항목 | 기준 |
|-------------------------------------|---------------------------|
| 성상 | 무색 내지 옅은 갈색의 거의 투명한 액체이다. |
| 확인시험 | 확인시험법에 따라 시험할 때 적합하여야 한다. |
| 황산(H ₂ SO ₄) | 1종 93 %이상, 2종 75 %이상 |
| 강열잔류물 | 0.05 % 이하 |
| 철(Fe) | 200 mg/kg 이하 |
| 비소(As) | 10 mg/kg 이하 |
| 납(Pb) | 10 mg/kg 이하 |
| 카드뮴(Cd) | 2 mg/kg 이하 |
| 크롬(Cr) | 10 mg/kg 이하 |
| 수은(Hg) | 0.4 mg/kg 이하 |

1.0 확인시험

1.1.1 이 품목의 수용액(1→100)은 강산성이다.

1.1.2 제3장 확인시험법 중 1.4. 황산염의 반응을 나타낸다.

2.0 황산

2.1 개요

시료를 물로 희석한 후 브롬티몰블루용액을 지시약으로 하여 수산화나트륨용액으로 적정하여 황산 농도를 구한다.

2.2 시약

2.2.1 브롬티몰블루용액(1 g/L)

브롬티몰블루 0.1 g을 에탄올 (95%) 20 mL에 녹이고 물을 가하여 100 mL로 한다.

2.2.2 무탄산수

물을 약 5분간 끓여 이산화탄소, 기타 휘발물을 제거한 후 공기 중으로부터 이산화탄소를 흡수하지 않도록 상온에서 방냉하여 보존한다.

2.2.3 수산화나트륨용액(0.5 N)

물 약 100 mL를 넣은 삼각플라스크 200 mL에 수산화나트륨 약 100 g을 발열에 주의하면서 서서히 넣고 유리봉으로 잘 혼합하여 녹이며, 포화용액으로 만들어 고무마개로 막고 하룻밤 정치한다. 그 상층액 약 27 mL를 무탄산정제수로 1000 mL를 만든다. 이를 다음과 같이 표정한다.

2.2.3.1 수산화나트륨용액(0.5 N) 표정

아미드황산 (용량분석용 표준물질)을 석영봉으로 가볍게 부순 후 감압 데시케이터 중에서 내압 0.02 kg/cm²이하에서 약 48시간 건조한다. 1~2 g을 정밀히 달아 300 mL 비이커에 옮겨 넣는다. 여기에 물 약 75 mL를 가하여 녹이고, 브롬티몰블루용액 2~4방울을 가하여 0.5 N 수산화나트륨용액으로 적정한다. 액의 색이 청 혹은 옅은 녹색으로 변할 때를 종점으로 한다. 별도로 물 75 mL에 대하여 동일한 조작을 하여 바탕시험을 한다. 규정도 계수는 다음과 같이 계산한다.

$$f = \frac{c \times \frac{d}{100}}{(a - b) \times 0.04855}$$

여기서, f : 0.5 N 수산화나트륨 용액의 규정도계수

a : 0.5 N 수산화나트륨 용액의 사용량(mL)

c : 아미드황산의 채취량(g)

d : 아미드황산의 순도(%)

0.04855 : 0.5 N 수산화나트륨 용액 1 mL에 상당하는 아미드황산의 양(g)

2.3 분석절차

2.3.1 시료 0.5~1 g을 정밀히 달아 미리 물 약 100 mL를 넣은 300 mL 비이커에 옮겨 넣는다.

2.3.2 브롬티몰블루 용액 2~4방울을 가하여 0.5 M 수산화나트륨 용액으로 적정한다. 액의 색이 청색 혹은 엷은 녹색으로 변할 때를 종점(a)으로 한다.

2.3.3 2.3.1의 조작과 동량의 물을 300 mL 비이커에 취하고 2.3.2와 동일하게 조작하여 공시험을 한다.

2.4 계산

다음과 같이 시료중의 황산 농도(%)를 산출한다.

$$\text{황산(\%)} = \frac{(a-b)f \times 0.02452}{\text{시료량}(g)} \times 100$$

여기서, a : 0.5 N 수산화나트륨 용액의 사용량(mL)

b : 공시험에서 0.5N 수산화나트륨 용액의 사용량(mL)

f : 0.5 N 수산화나트륨 용액의 규정도계수

0.02452 : 0.5 N 수산화나트륨 용액 1 mL에 상당하는 황산의 양(g)

3.0 강열잔류물

3.1 개요

450~550 ℃에서 강열하여 잔류하는 물질의 무게로 강열잔류물 함량을 구한다.

3.2 기구 및 장치

3.2.1 전기로

450~550 ℃의 온도를 유지할 수 있는 것이어야 한다.

3.3 분석절차

3.3.1 이 품목은 약 50 g을 백금접시 또는 석영접시에 취하여 모래욕상에서 증발 건조한 후 무게를 잰다.

3.3.2 전기로에서 450~550 °C에서 함량이 될 때까지 강열하고 식힌 다음 칭량한다(a).

3.4 계산

$$\text{강열잔류물(\%)} = \frac{a(\text{mg})}{\text{시료의 질량}(\text{mg})} \times 100$$

4.0 철

4.1 자외선/가시선 분광법

4.1.1 개요

폴리염화알루미늄의 8.1.1 개요와 같다. 유효측정농도는 200 mg/kg 이상으로 한다.

4.1.2 시약

폴리염화알루미늄의 8.1.2 시약과 같다.

4.1.3 분석절차

4.3.1 이 품목 0.5 g을 정밀히 달아 물을 넣어 100 mL로 한다.

4.1.3.2 폴리염화알루미늄의 8.13.2 2)~4)에 따라 시험한다.

4.1.4 계산

폴리염화알루미늄의 8.1.4에 따라 철 농도(%)를 산출한다.

4.2 유도결합플라스마-원자발광분광법

4.2.1 개요

폴리염화알루미늄 8.2.1과 같다. 유효측정농도는 0.7 mg/kg 이상으로 한다.

4.2.2 시약 및 표준용액

4.2.2.1 내부표준원액(1 mg Y/mL)

산화이트륨 0.31 g을 취하여 100 mL 플라스크에 넣고 염산(1+1) 3 mL와 소량의 물을 가하여 가열용해하고 방냉 후 250 mL 플라스크에 옮겨 넣고 물을 넣어 250 mL를 만든다.

4.2.2.2 내부표준용액(50 mg Y/mL)

내부표준원액(1 mg Y/mL) 50 mL를 취하고 1000 mL 플라스크에 넣고 물을 넣어 1000 mL를 만든다.

4.2.2.3 철 표준원액(0.1 mg Fe/mL)

철 (99.5 wt %이상) 0.1 g을 정밀히 취하여 100 mL 플라스크에 넣고 염산 (1+1) 30 mL를 가하여 가열하고 녹이고 방냉 후 1 L 플라스크에 옮겨 넣고 물을 넣어 1 L를 만든다.

4.2.2.4 철 표준용액(100 µg Fe/mL)

철표준원액(1 mg Fe/mL) 10 mL를 취하여 1 L 플라스크에 넣고 질산 (1+1) 20 mL를 가하고 물을 넣고 1 L를 만든다.

4.2.2.5 철 표준용액(20 µg Fe/mL)

철표준원액(0.1 mg Fe/mL) 100 mL 취하여 500 mL 플라스크에 넣고 물로 500 mL를 만든다. 사용할 때마다 조제한다.

4.2.3 기구 및 장치

4.2.3.1 유도결합플라즈마-원자발광분광기

4.2.3.2 아르곤 가스

액화 또는 압축 아르곤으로서 99.99 v/v% 이상의 순도를 갖는 것이어야 한다.

4.2.4 분석절차

4.2.4.1 시료 약 10 g을 정밀히 달아 물 약 50 mL와 질산 4 mL를 넣고 100 mL 비이커에 넣고 서서히 약 20~30분간 가열한다.

4.2.4.2 방냉 후 100 mL 플라스크에 옮겨 넣고 내부표준액(50 mg Y/mL) 1 mL를 가하고 물을 넣어 100 mL로 만들어 이를 시험원액으로 한다.

4.2.4.3 시험원액을 철의 파장 259.94 nm 및 이트륨의 파장 371.029 nm의 발광강도를 측정하여 이트륨에 대한 철의 발광 광도비를 구한다.

4.2.4.4 검정곡선의 작성

철표준용액(20 µg Fe/mL) 0, 1~ 10 mL를 단계적으로 100 mL 플라스크에 취하고 각각에 내부표준용액(50 mg Y/mL) 1 mL를 가하고 물을 넣어 100 mL를 만든다. 이하 4.3.4.3과 동일하게 시험하여 철의 양과 발광광도비의 관계로부터 검정곡선을 작성 한다.

4.2.5 계산

4.2.4.4에서 작성한 검정곡선으로부터 4.2.4.3에서 얻은 발광광도비에 상당하는 철의 양(µg)을 구하기 위해 다음 식으로 시료중의 철의 농도(%)를 계산한다.

$$\text{철}(\%) = \frac{\text{철의 양}(mg)}{\text{시료의 질량}(g) \times \frac{10}{50}} \times \frac{100}{1000}$$

5.0 비소

5.1 자외선/가시선 분광법

5.1.1 개요

폴리염화알루미늄의 9.1.1의 개요와 같다. 유효측정농도는 0.16 mg/kg 이상으로 한다.

5.1.2 시약

폴리염화알루미늄의 9.1.2의 시약 및 표준용액과 같다.

5.1.3 기구 및 장치

폴리염화알루미늄의 9.1.3의 기구 및 장치와 같다.

5.1.4 분석절차

5.1.4.1 시료 약 2.5 g을 정밀히 달아 물 약 20 mL를 넣은 비소발생장치의 발생병에 넣고 염산 5 mL 및 물을 가하여 약 40 mL로 만든다.

5.1.4.2 이하 폴리염화알루미늄의 9.1.3 및 9.1.3.2 2)~5)와 같이 시험한다.

5.1.5 계산

폴리염화알루미늄의 9.1.4의 계산과 같다.

5.2 원자흡수분광광도법

5.2.1 개요

폴리염화알루미늄의 9.2.1의 개요와 같다. 유효측정농도는 2 mg/kg 이상으로 한다.

5.2.2 시약

폴리염화알루미늄의 9.2.2 시약 및 표준용액과 같다.

5.2.3 기구 및 장치

폴리염화알루미늄의 9.2.3 기구 및 장치와 같다.

5.2.4 분석절차

5.2.4.1 시료 약 1 g을 정확히 취하여 염산 20 mL, 요오드화칼륨(300 g/L) 20 mL 첨가 후 물을 넣어 100 mL로 한다.

5.2.4.2 이하 폴리염화알루미늄의 9.2.4.1의 2), 9.2.4.2 및 9.2.4.3과 같이 시험한다.

5.2.5 계산

폴리염화알루미늄의 9.2.5와 같이 계산한다.

5.3 유도결합플라즈마-원자발광분광법

5.3.1 개요

희석한 시료를 파장 193.7 nm에서에서 발광강도를 측정하여 비소의 함유량을 구한다. 유효측정농도는 0.5 mg/kg 이상으로 한다.

5.3.2 시약 및 표준용액

5.3.2.1 진한염산

5.3.2.2 요오드화칼륨용액(30%)

요오드화칼륨 용액 30 g을 100 mL 용량플라스크에 정밀히 달아 넣은 후 물 50 mL를 넣어 녹인다. 이 후 물을 표선까지 가한다.

5.3.2.3 수소화붕소나트륨용액

수소화붕소나트륨(Na_2BH_4) 0.8 g과 수산화나트륨 0.5 g을 500 mL 용량플라스크에 정밀히 달아 넣은 후 물 100 mL를 가하여 녹인다. 이 후 물을 넣어 표선까지 가한다.

5.3.2.4 비소표준원액(0.1 mg As/mL)

3산화2비소(표준시약)를 미세한 분말로 하여 105~110 °C에서 3~4시간 가열한 다음 데시케이터(황산) 안에서 식힌 다음 0.132 g을 20 % 수산화나트륨용액 5 mL를 넣어 녹이고 물을 넣어 약 400 mL로 한 다음 묽은황산 (1:19)으로 중화하고 물을 넣어 1 L로 하여 원액으로 한다.

5.3.2.5 비소 표준용액(10 µg As/mL)

비소표준원액(0.1 mg As/mL) 10 mL를 취하여 100 mL 플라스크에 넣고 물을 넣어 100 mL로 만든다. 이 용액 5 mL를 취하여 1 L 플라스크에 넣고 물을 넣어 표선까지 가한다.

5.3.3 기구 및 장치

5.3.3.1 유도결합플라즈마-원자발광분광기

5.3.3.2 아르곤 가스

액화 또는 압축아르곤으로서 99.99 v/v%이상의 순도를 갖는 것이어야 한다.

5.3.4 분석절차

5.3.4.1 시료 10 g을 정밀히 달아 100 mL 용량플라스크에 취한다.

5.3.4.2 염산 15 mL와 요오드화칼륨용액 20mL를 넣고 물을 넣어 100 mL까지 채운다.

5.3.4.3 4.3.4.4의 시험원액을 비소의 파장 193.7 nm에서 발광강도를 측정한다.

5.3.4.4 검정곡선의 작성

비소 표준액(10 µg As/mL) 0, 1~15mL를 단계적으로 100 mL 플라스크에 취하고 5.3.4.3과 같은 방법으로 시험한다. 비소의 양을 측정하여 검정곡선을 작성한다.

5.3.5 계산

5.3.4.4에서 작성한 검정곡선으로부터 5.3.4.3에서 얻은 발광강도비에 상당하는 비소의 양 (μg)을 구하여 다음 식에 따라 시료중의 비소의 농도(mg/kg)를 산출한다.

$$\text{비소의 농도}(\text{mg}/\text{kg}) = \frac{\text{비소의 양}(\mu\text{g})}{\text{시료의 질량}(\text{g})}$$

6.0 납, 카드뮴

6.1 원자흡수분광광도법

6.1.1 개요

시료를 증발건고한 후, 염산을 가하여 녹이고 이것을 원자흡수분광광도법으로 납 파장 283.3 nm, 카드뮴 파장 228.8 nm에서 흡광도를 측정하여 납과 카드뮴의 함유량을 구한다. 납의 유효 측정농도는 납 0.2 mg/kg, 카드뮴 0.005 mg/kg 이상으로 한다.

6.1.2 시약 및 표준용액

6.1.2.1 염산용액(1+3)

6.1.2.2 납 표준원액(0.1 mg Pb/mL)

납(99.9% 이상) 1.0 g을 취하여 100 mL 비이커에 옮겨 넣고 질산 (1+1) 20 mL를 가하여 녹여 가열하고 질소산화물을 추출한 후 방냉하고 1 L 플라스크에 넣고 물로 표선까지 가한다. 또는 시판용 표준용액을 사용한다.

6.1.2.3 납 표준용액(0.01 mg Pb/mL)

납 표준원액 100 mL를 취하여 1 L 플라스크에 넣고 물로 표선까지 가한다.

6.1.2.4 카드뮴 표준원액(0.1 mg Cd/mL)

카드뮴(99.9%) 1.0 g을 정밀히 취하여 100 mL 비이커에 넣고 질산 (1+1) 20 mL를 가하여 녹이고 가열하여 질소산화물을 추출하고 방냉 후, 1 L 플라스크에 넣고 물로 표선까지 가한다.

또는 시판용 표준용액을 사용한다.

6.1.2.5 카드뮴 표준용액(0.001 mg Cd/mL)

카드뮴표준원액 10 mL를 취하여 1 L 플라스크에 넣고 물로 1 L를 만든다.

6.1.3 기구 및 장치

폴리염화알루미늄의 10.1.3 기구 및 장치와 같다.

6.1.4 분석절차

6.1.4.1 시료 10 g을 정확히 달아 100 mL 비이커에 넣고 물 50 mL, 염산 (1+3) 5mL를 넣어 가열하고 방냉 후 물을 넣어 100 mL로 한다.

6.1.4.2 시료를 납, 카드뮴 중공음극램프를 이용하여 납은 파장 228.8 nm, 카드뮴은 283.8 nm의 흡광도를 측정한다.

6.1.4.3 납 검정곡선의 작성

납표준액(1.0 mg Pb/L) 0, 2~50 mL를 단계적으로 100 mL 플라스크에 취하고 염산 (1+3) 5 mL를 가하여 물로 100 mL를 만든다. 이하 6.1.4.2와 동일하게 조작하여 납의 양과 흡광도와의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

6.1.4.4 카드뮴 검정곡선의 작성

카드뮴표준액(0.1 mg Cd/L) 0, 1~50 mL를 단계적으로 100 mL 플라스크에 취하고 염산(1+3) 5 mL를 가하여 물로 100 mL를 만든다. 이하 6.1.4.2와 동일하게 조작하여 납의 양과 흡광도와의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

6.1.5 계산

6.1.4.5에서 작성한 검정곡선으로부터 6.1.4.3에서 측정한 흡광도에 상당하는 납 또는 카드뮴의 양(μg)을 구하여 다음 식과 같이 시료중의 해당 농도(mg/kg)을 산출한다.

$$\text{납 또는 카드뮴 농도}(mg/kg) = \frac{\text{납 또는 카드뮴의 양}(\mu g)}{\text{시료의 질량}(g)}$$

6.2 유도결합플라즈마-원자발광분광법

6.2.1 개요

희석한 시료를 납은 파장 220.353 nm, 카드뮴은 226.502 nm에서 발광강도를 측정하여 내부표준법에 의해 납의 함유량을 구한다. 유효측정농도는 0.4 mg/kg 이상으로 한다.

6.2.2 시약 및 표준용액

6.2.2.1 내부표준액(0.05 mg Y/mL)

4.0 철의 4.3.2.1에 따른다.

6.2.2.2 납 표준원액(0.1 mg Pb/mL)

6.1.2.2에 따른다.

6.2.2.3 납 표준용액(0.01 mg Pb/mL)

납 표준원액(0.1 mg Pb/mL) 10 mL를 취하여 100 mL 플라스크에 넣고 물로 100 mL를 만든다.

6.2.2.4 카드뮴 표준원액(0.1 mg Cd/mL)

6.1.2.4에 따른다.

6.2.2.5 카드뮴 표준용액(0.01 mg Cd/mL)

카드뮴표준원액(0.1 mg Cd/mL) 10 mL를 취하여 100 mL 플라스크에 넣고 물로 100 mL를 만든다.

6.2.3 기구 및 장치

철의 4.3.3 기구 및 장치에 따른다.

6.2.4 분석절차

6.2.4.1 철의 4.3.4 분석절차에 따른다.

6.2.4.2 위의 용액을 납의 파장 220.353 nm, 카드뮴 파장 226. 이트륨의 파장 371.029 nm의 발광강도를 측정하여 이트륨에 대한 납의 발광강도비를 구한다.

6.2.4.3 납 검정곡선의 작성

납표준용액(0.01 mg Pb/mL) 0, 2~50 mL를 단계적으로 100 mL 플라스크에 취하고 내부표준액(50 mg Y/mL) 1 mL를 가하고 물을 넣어 100 mL를 만든다. 이하 6.1.4.2와 동일하게 조작하여 납의 양과 흡광도와의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

6.2.4.4 카드뮴 검정곡선의 작성

카드뮴표준용액(0.01 mg Cd/mL) 0, 2~50 mL를 단계적으로 100 mL 플라스크에 취하고 내부표준액(50 mg Y/mL) 1 mL를 가하고 물을 넣어 100 mL를 만든다. 이하 6.1.4.2와 동일하게 조작하여 납의 양과 흡광도와의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

6.2.5 계산

6.2.4.3에서 작성한 검정곡선으로부터 6.2.4.2에서 얻은 발광강도비에 상당하는 납 또는 카드뮴의 양(μg)을 구하여 다음 식에 따라 시료 중 납 또는 카드뮴의 농도(mg/kg)를 산출한다.

$$\text{납 또는 카드뮴}(\text{mg}/\text{kg}) = \frac{\text{납 또는 카드뮴의 양}(\mu\text{g})}{\text{시료의 질량}(g)}$$

7.0 크롬

7.1 자외선/가시선 분광법

7.1.1 개요

황산으로 시료중의 크롬을 분해하고 디페닐카르바지드용액으로 반응시켜 540 nm 부근의 흡광도를 측정하여 크롬의 함유량을 구한다. 유효측정농도는 0.2 mg/kg 이상으로 한다.

7.1.2 시약 및 표준용액

7.1.2.1 황산용액(1+15)

7.1.2.2 에탄올(95%)

7.1.2.3 과망간산칼륨용액(0.3%)

7.1.2.4 인산용액(1:5)

7.1.2.5 요소용액(20%)

7.1.2.6 디페닐카르바지드용액

디페닐카르바지드 0.1 g에 에탄올 50 mL를 넣고 녹이고 물을 넣어 100 mL로 한다. 1주일 이내에 사용한다.

7.1.2.7 크롬 표준원액(0.1 mg Cr/mL)

용량분석 표준물질 2크롬산칼륨을 150 ℃에서 약 1시간 가열하고 데시케이터 중에서 방냉한다. 이중 0.283 g을 취하여 100 mL 비이커에 옮겨 넣고, 소량의 물로 녹이고 1 L 플라스크에 옮겨 넣고 질산 (1+60)을 넣어 1 L를 만든다.

7.1.2.8 크롬 표준용액(0.01 mg Cr/mL)

크롬 표준원액(0.1 mg Cr/mL) 100 mL를 취하여 1 L 플라스크에 옮겨 넣고 질산 (1+1) 20 mL를 가하고 물을 넣어 1 L를 만든다.

7.1.3 분석절차

7.1.3.1 검정곡선의 작성

크롬 표준용액(0.01 mg Cr/mL) 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 mL를 취하여 물을 넣어 25 mL로 하고, 묽은황산(1:15) 5 mL 및 0.3% 과망간산칼륨용액 2~3 mL씩 넣어 시험용액과 같은 방법으로 시험한 다음 크롬의 양과 흡광도와의 관계를 구한다.

7.1.3.2 측정법

- 1) 이 품목 약 10 g을 정확히 달아 300 mL 비이커에 넣고 물 20 mL를 넣어 흐르는 물로 식히면서 묽은황산 (1:1) 15 mL를 서서히 넣는다.
- 2) 95% 에탄올 0.5 mL를 넣어 수욕상에서 약 1시간 가열하여 식힌 다음 질산 2.5 mL를 넣고 모래중탕 위에서 서서히 가열하여 황산의 흰연기가 발생하여 거의 건고되면 가열을 멈춘다.
- 3) 물 10~20 mL를 조심스럽게 넣어 녹이고, 다시 모래중탕 위에서 가열하여 황산의 흰 연기가 발생하고 거의 건고하게 되면 가열을 멈춘다. 이 조작을 1회 더 반복한다.
- 4) 물 50 mL 및 묽은황산 (1:15) 20 mL를 넣고 끓인 다음 식혀서 100 mL 부피플라스크에 옮기고 물을 넣어 100 mL로 한다.
- 5) 이때 액이 혼탁하면 여과하고 이 액 25 mL를 정확히 취하여 0.3% 과망간산칼륨용액 2~3 mL를 넣고 5분간 가열하여도 색이 소실되지 않으면 여기에 20% 요소용액 10 mL를 넣어 흔들면서 10 % 아질산나트륨 용액을 분홍색이 없어질 때까지 한 방울씩 적가한다.(이때 아질산나트륨용액이 과잉이 되지 않도록 주의한다).
- 6) 묽은인산(1:5) 0.5 mL를 넣어 끓여서 식힌 다음 50 mL 부피플라스크에 옮기고 디페닐 카르바지드용액 1 mL를 넣은 물을 넣어 50 mL로 만든다.
- 7) 5분간 정치시킨 다음 이용액을 시험용액으로 하여 액층 1 cm, 파장 540 nm 부근의 흡광도를 측정하고, 따로 작성한 검정곡선으로부터 크롬의 양(mg)을 구한다.
- 8) 바탕시험은 물 25 mL, 묽은황산 (1:15) 5 mL 및 0.3% 과망간산칼륨용액 2~3 mL를 넣고 시험용액과 같은 방법으로 시험하여 보정한다.

7.1.4 계산

7.1.3.1에서 작성한 검정곡선으로부터 7.1.3.2의 7)에서 측정된 발광 강도에 해당하는 크롬의 양(μg)을 구하고 다음과 같이 크롬의 농도(mg/kg)를 산출한다.

$$\text{크롬}(\text{mg}/\text{kg}) = \frac{\text{크롬의 양}(\mu\text{g})}{\text{시료량}(\text{g}) \times \frac{25}{100}}$$

7.2 유도결합플라즈마-원자발광분광법

7.2.1 개요

희석한 시료를 유도결합플라즈마-발광광도법에 따라 파장 267.716 nm에서 발광강도를 측정하여 내부표준법으로 크롬의 함유량을 구한다. 유효측정농도는 0.07 mg/kg 이상으로 한다.

7.2.2 시약 및 표준용액

7.2.2.1 내부표준원액 (0.05 mg Y/mL)

4.0 철의 4.3.2.1에 따른다.

7.2.2.2 크롬 표준원액(0.1 mg Cr/mL)

폴리염화알루미늄 11.0 크롬의 11.2.2.4에 따른다.

7.2.2.3 크롬 표준용액(0.5 μg Cr/mL)

크롬 표준원액(0.1 mg Cr/mL) 5 mL를 취하여 1 L 플라스크에 넣고 물로 표선까지 가한다.

7.2.3 기구 및 장치

4.0 철의 4.3.3 기구 및 장치에 따른다.

7.2.4 분석절차

7.2.4.1 시료 약 10 g을 정밀히 달아 물 약 50 mL와 질산 4 mL를 넣고 100 mL 비이커에 넣고 서서히 약 20~30분간 가열한다.

7.2.4.2 방냉 후 100 mL 플라스크에 옮겨 넣고 내부표준용액(50 mg Y/mL) 1 mL를 가하고 물을 넣어 100 mL로 만들어 이를 시험원액으로 한다.

7.2.4.3 6.1.4.2의 조작을 행한 시료를 크롬의 파장 267.716 nm 및 이트륨의 파장 371.029 nm의 발광강도를 측정하여 이트륨에 대한 크롬의 발광강도비를 구한다.

7.2.4.4 검정곡선의 작성

크롬표준용액(0.5 $\mu\text{g Cr/mL}$) 0, 1~10 mL를 단계적으로 100 mL 플라스크에 취하여 각각에 내부표준용액(0.05 mg Y/mL) 1 mL를 가한 후, 물을 넣어 100 mL를 만든다. 이하 7.2.4.3과 동일하게 조작하여 크롬의 양과 발광강도비의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

7.2.5 계산

7.2.4.4에서 작성한 검정곡선으로부터 7.2.4.3에서 얻어진 발광강도비에 상당하는 크롬의 양(μg)을 구하고 다음 식으로 시료중의 크롬의 농도(mg/kg)를 산출한다.

$$\text{크롬}(\text{mg/kg}) = \frac{\text{크롬의 양}(\mu\text{g})}{\text{시료의 질량}(\text{g})}$$

8.0 수은

이 품목 2 g을 정밀히 달아 미리 물 150 mL를 넣은 시료병에 넣고 잘 섞은 다음 염화제1주석용액 10 mL를 넣고 이하는 폴리염화알루미늄 12.0 수은 시험방법에 따라서 시험한다.

8. 안정화 이산화염소 (Stabilized chlorine dioxide)

2013

<성분규격 기준>

| 항목 | 기준 |
|------|---------------------------|
| 성상 | 황색의 자극성 냄새를 갖는 액체이다. |
| 확인시험 | 확인시험법에 따라 시험할 때 적합하여야 한다. |
| 함량 | 8%(표시량의 90~150%) |
| pH | 6.0~8.0 |

<사용기준>

이 품목은 철 및 망간의 제거에 사용하며, 제조 후 1개월 이내에 사용하고, 염소제제와 병용하여 사용하여야 한다. 또한 이산화염소와 그 부산물의 총량이 1.0mg/L를 넘지 않도록 사용하여야 한다.

1.0 확인시험

1.1.1 이 품목 1 mL에 염산을 넣으면 가스가 발생한다.

1.1.2 이 품목 1 mL에 물 10 mL 및 요오드화칼륨 1 g을 넣고 흔들어 섞으면 적갈색을 나타낸다.

2.0 pH

이 품목의 1% 수용액을 20 °C에서 유리전극법으로 측정 한다.

3.0 함량

3.1 시약

3.1.1 초산용액

빙초산 36 g에 물을 넣어 100 mL로 한다.

3.1.2 티오황산나트륨용액(0.1 N)

3.2 분석절차

3.2.1 이 품목 약 0.5 mL를 요오드플라스크에 정확히 취하여 물을 넣어 50 mL로 한 후 요오드화칼륨 3 g 및 초산용액 10 mL를 넣어 어두운 곳에서 20분간 방치한 다음 0.1 N 티오황산나트륨 용액으로 적정한다.

3.2.2 액의 색이 옅은 황색이 되었을 때 전분용액 2 mL를 넣고 무색이 될 때까지 계속 적정한다 (a, mL). 따로 같은 방법으로 바탕시험을 한다(b, mL).

3.3 계산

$$\text{이산화염소(\%)} = \frac{(a - b) \times 0.001349 \times f}{\text{시료채취량(mL)}} \times 100$$

여기서, f : 티오황산나트륨의 규정도계수

9. 이산화탄소

2013

(Carbon Dioxide, CO₂)

<성분규격 기준>

| 항목 | 기준 |
|-------|---------------------------|
| 성상 | 무색, 무미, 무취의 가스이다. |
| 확인시험 | 확인시험법에 따라 시험할 때 적합하여야 한다. |
| 이산화탄소 | 99.5% 이상 |

1.0 확인시험

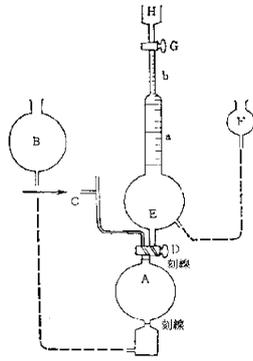
이 품목은 불을 꺼지게 하고 수산화칼슘용액에 통하면 백색침전이 생기며 이 침전물에 희석한 초산(1→4)을 가하면 거품을 내면서 녹는다.

1.1.1 수산화칼슘용액

수산화칼슘 10 g에 새로 끓여서 식힌 물 40 mL를 가하여 잠시 방치하고 다시 새로 끓여서 식힌 물 1L를 가하여 밀전하여 흔들어 섞은 다음 정치하고 상층액을 기울여 버리고 다시 새로 끓여서 식힌 물 1 L를 가하여 밀전하여 때때로 강하게 흔들어 섞으면서 1시간 방치하고 사용할 때 상층액을 경사 또는 여과하여 사용한다.

2.0 이산화탄소

2.1 기구 및 장치



- A : 가스뷰렛(용량 1,000mL)
- B : 수준병
- C : 시료채취구
- D : 삼방코크
- E : 가스흡수관

그림 1. 이산화탄소 정량장치

2.2 분석절차

2.2.1 적당한 용량의 가스피펫에 수산화칼륨용액(1→3)을 넣어준다. 이어서 이 품목 1 L를 염화나트륨용액(3→10)을 가득 채운 1,000 mL의 가스뷰렛 중에 정확하게 취한 다음 이것을 가스피펫에 옮기고 잘 흔들어 섞어준다.

2.2.2 다음에 흡수되지 않고 남아있는 가스의 용량이 항량이 되었을 때, 그 용량을 측정하여 V (mL)로 하고 다음 식에 따라 이산화탄소의 함량을 구한다. 이 품목의 채취량은 온도 20 °C, 압력 760 mmHg에서의 용량으로 환산하여야 한다.

2.3 계산

$$\text{이산화탄소(v/v\%)} = \frac{\text{검체의 채취량(mL)} - V(\text{mL})}{\text{검체의 채취량(mL)}} \times 100$$

10. 과망간산나트륨

(Sodium permanganate, NaMnO₄)

2017

<성분규격 기준>

| 항 목 | 기 준 | |
|------------|---------------------------|-------------|
| | 1종 | 2종 |
| 성상 | 짙은 자주색의 냄새가 없는 액체이다. | |
| 확인시험 | 확인시험법에 따라 시험할 때 적합하여야 한다. | |
| 비중(20℃) | 1.16±0.05 | 1.36±0.05 |
| 과망간산나트륨 함량 | 20±1 % | 40±1 % |
| 이산화망간 | 0.028% 이하 | 0.055% 이하 |
| 비소(As) | 4 mg/kg 이하 | 8 mg/kg 이하 |
| 납(Pb) | 10 mg/kg 이하 | 20 mg/kg 이하 |
| 카드뮴(Cd) | 10 mg/kg 이하 | 20 mg/kg 이하 |
| 크롬(Cr) | 10 mg/kg 이하 | 20 mg/kg 이하 |
| 수은(Hg) | 2 mg/kg 이하 | 4 mg/kg 이하 |
| 셀레늄(Se) | 10 mg/kg 이하 | 20 mg/kg 이하 |
| 니켈(Ni) | 10 mg/kg 이하 | 20 mg/kg 이하 |
| 안티몬(Sb) | 10 mg/kg 이하 | 20 mg/kg 이하 |

<사용기준>

혼화지 이전에 사용하며, 최종 처리수에서 잔류하는 과망간산에 의해 색도가 유발되지 않도록 주의해야 한다. 특히, 0.5 mg/L(NaMnO₄ 로서)를 초과하는 농도로 사용하는 경우에는 색도 발생에 대비하여 분말활성탄 투입 등 대응방안을 강구하여야 한다.

1.0 확인시험

1.1.1 제3장 확인시험법 중 1.5 나트륨염의 반응을 나타낸다.

1.1.2 이 품목의 1 % 수용액 1 mL에 묽은황산(1+15) 5 mL를 첨가하고 약 5 % 과산화수소 (H₂O₂) 수용액 1 mL를 넣으면 색이 없어진다.

2.0 비중

이 품목을 20 °C에서 비중계를 사용하여 측정한다.

3.0 과망간산나트륨 함량

3.1 과망간산나트륨 시료 1.00 g을 정확히 취한다.

3.2 시료를 100 mL의 정제수가 담긴 500 mL 삼각플라스크에 넣는다.

3.3 아래의 표를 참고하여 과망간산나트륨 농도에 따라 정확한 양을 취하여 옥살산나트륨 (sodium oxalate)을 플라스크에 넣는다.

| 구분 | NaMnO ₄ 샘플량 (g) | 옥살산나트륨 주입량 (g) | 비중 |
|------------|-------------------------------|-------------------|-------------|
| 20% 등급(1종) | 1.00 | 약 0.53 | 1.159~1.169 |
| 40% 등급(2종) | 1.00 | 약 1.00 | 1.365~1.375 |

3.4 황산수용액(1+4 v/v) 25 mL를 플라스크에 넣는다.

3.5 플라스크에 마그네틱바(magnetic bar)를 넣고, 가열교반기에 올려 놓는다. 플라스크가 투명해질 때까지 가열한다. 적정하는 동안 시료의 온도가 80~90°C가 되어야 한다.

3.6 가열하는 동안 플라스크 벽면에 쌓인 응축물을 정제수를 이용하여 씻어준다.

3.7 0.0316N-KMnO₄가 들어있는 뷰렛을 이용하여 가열된 시료를 적정한다. 약한 핑크색이 30 초 동안 지속될 경우 종말점으로 보고, 과망간산나트륨 함량을 계산한다.

$$\text{과망간산나트륨 \%} = \frac{[(0.4718 \times S) - (31.606 \times T \times N)] \times 89.8}{W_s}$$

여기서 S : 옥살산나트륨 무게, mg

T : 0.0316N KMnO₄ 적정량, mL

N : KMnO₄ 용액의 노르말 농도

W_s : 과망간산 시료 무게, mg

4.0 이산화망간

4.1. 개요

Mn(II)를 분석하여 과망간산나트륨 시료 중의 이산화망간(MnO₂)의 질량분율(%)을 결정한다. 과망간산나트륨 수용액을 여과하여 이산화망간을 거르고 망간(II)로 환원시킨 시료 용액을 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6000 K ~ 8000 K에서 들뜬 원자가 바닥상태로 이동할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 원소의 정성 및 정량분석을 수행하는 방법이다.

4.2. 시약 및 표준용액

4.2.1 염산

4.2.2 과산화수소용액 (30 %)

4.2.3 망간 표준원액 (1 mg Mn/mL)

금속 망간 (99.9 % 이상) 0.100 g을 정확히 달아 100 mL 부피플라스크에 넣고 약간의 정제수

를 넣은 다음 진한 질산 2 mL를 가해 완전히 녹여준 후 정제수로 표선까지 맞추어 조제하여 사용하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

4.2.4 망간 표준용액 (0.01 mg Mn/mL)

망간 표준원액 (1 mg Mn/mL) 1 mL와 질산 2 mL를 100 mL 부피플라스크에 넣고 정제수를 표선까지 채워 조제한다.

4.3. 기구 및 장치

4.3.1 유도결합플라즈마-원자발광분광기

4.3.2 가스

액화 또는 압축아르곤으로서 99.99 % 이상의 순도를 갖는 것이어야 한다.

4.4 분석절차

4.4.1 과망간산나트륨 용액 시료 약 12.5 g을 정확히 측정한다.

4.4.2 유리필터(P10, 4 μm ~10 μm)로 거르고 여과액에 과망간산나트륨 색이 보이지 않을 때까지 정제수로 반복해서 시료를 씻는다.

4.4.3 필터의 잔류물을 염산 10 mL와 과산화수소 10 mL로 녹인다.

4.4.4 필터를 반복해서 씻어 100 mL 비이커에 모으고 기포가 발생하지 않을 때까지 끓인 후, 50 mL 부피플라스크로 옮기고 정제수로 표선까지 채워 이를 시험용액으로 하여 4.6에 따라 측정한다.

4.5 검정곡선의 작성

망간표준용액 (0.01 mg Mn/mL) 0 mL~5 mL를 단계적으로 취하고 염산 10 mL를 넣고 정제수를 가하여 50 mL로 한다. 이하 4.6과 동일하게 측정하여 망간의 양에 대한 발광세기의 관

계로부터 검정곡선을 작성한다.

4.6 측정법

시험용액을 유도결합플라스마-원자발광분광기에 도입시켜 257.6 nm에서 발광세기를 측정한다.

4.7 계산

4.5의 검정곡선을 사용하여 계산한 망간의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 시료 중에 이산화망간의 농도를 계산한다.

$$\text{시료 중의 MnO}_2\text{의 농도 (\%)} = \frac{C \times 1.582 \times 5}{S \times 1000}$$

여기서 C : 검정곡선에서 얻어진 망간 농도 (mg/L)

S : 사용한 시료의 무게 (g)

5.0 비소

5.1 원자흡수분광광도법

5.1.1 개요

시료에 염산과 염산히드록실아민을 가하여 전처리한 시료 용액 중의 비소를 3가비소로 예비 환원한 다음 수소화붕소나트륨용액과 반응하여 생성된 비화수소를 원자화시켜 193.7 nm에서 수소화물생성-원자흡수분광광도법에 따라 정량하는 방법이다.

5.1.2 시약 및 표준용액

5.1.2.1 염산

5.1.2.2 염산히드록실아민 (hydroxylamine hydrochloride, $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) 용액(20 %)

염산히드록실아민 20 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

5.1.2.3 예비환원용액

200 mL 부피플라스크에 요오드화칼륨 (potassium iodide, KI) 10 g과 아스코르빈산 (ascorbic acid, $C_6H_8O_6$) 10 g을 넣고 정제수로 표선까지 맞추어 조제한다. 이 용액은 사용하는 당일에 준비한다.

5.1.2.4 수소화붕소산나트륨 용액

사용하는 수소화물생성장치의 매뉴얼에 따른다. 일반적으로 수산화나트륨 (sodium hydroxide, NaOH) 용액 0.5 g/L~5.0 g/L에 수소화붕소나트륨 (sodium borohydride, $NaBH_4$) 0.2 g/L~10 g/L이 되도록 넣고 완전히 녹인 후 0.45 μ m 막여과지로 여과하여 1 L 부피플라스크에 넣고 정제수로 표선까지 맞추어 제조한다. 이 용액은 사용하는 당일에 준비한다.

5.1.2.5 비소 표준원액 (1 mg As/mL)

삼산화비소 (arsenic trioxide, As_2O_3) 0.132 g을 100 mL 부피플라스크에 넣고 수산화나트륨용액 (20 %) 0.5 mL에 녹이고, 정제수 약 40 mL를 넣고 황산 (1+19)으로 중화한 후 정제수를 넣어 100 mL로 하여 사용하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

5.1.2.6 비소 표준용액 (0.001 mg As/mL)

비소 표준원액 (1 mg As/mL) 1 mL와 염산 20 mL를 1 L 부피플라스크에 넣고 정제수로 표선까지 채워 조제한다.

5.1.3 기구 및 장치

5.1.3.1 원자흡수분광광도계

5.1.3.2 광원램프

비소 속빈음극램프

5.1.3.3 수소화물발생장치

5.1.3.4 가스

5.1.3.4.1 원자흡수분광광도계에 불꽃을 만들기 위해 조연성 gas와 가연성 gas를 사용하는데, 일반적으로 가연성gas로 아세틸렌을 조연성gas로 공기를 사용한다.

5.1.3.4.2 운반 gas로 아르곤 gas (순도 99.99 % 이상)을 사용한다.

5.1.3.5 가열판

5.1.4 분석절차

5.1.4.1 전처리

5.1.4.1.1 산으로 세척한 200 mL 비이커에 이 품목 약 2.5 g을 정확히 달아 정제수 100 mL를 넣어 섞는다.

5.1.4.1.2 후드에서 염산 5 mL를 첨가한다.

5.1.4.1.3 용액이 맑아질 때까지 염산히드록실아민용액을 넣는다.

5.1.4.1.4 용액을 끓지 않도록 서서히 가열하여 100 mL 이하가 되도록 한다.

5.1.4.1.5 100 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고 정제수를 넣어 100 mL로 한다.

5.1.4.1.6 이 용액 10 mL를 50 mL 부피플라스크에 넣고 염산 5 mL와 예비환원용액 5 mL를 첨가하여 약 3시간 방치한 후 표선까지 정제수를 채워 이를 시험용액으로 한다.

5.1.4.1.7 바탕시험은 시료를 주입하지 않고 5.1.4.1.1~5.1.4.1.6의 과정을 반복한다.

5.1.4.2 검정곡선의 작성

비소 표준용액 (0.001 mg As/mL) 0 mL~8 mL를 단계적으로 100 mL 부피플라스크에 취하고 염산 5 mL와 정제수로 표선까지 채워 조제한다. 이하 5.1.4.1.6과 동일하게 조작하고 5.1.4.3에 따라 측정 후 비소의 양과 흡광도의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

5.1.4.3 측정법

수소화물발생장치를 원자흡수분광광도계에 연결하고 예비환원시킨 바탕시료용액과 시험용액을 수소화붕소나트륨 용액과 반응시켜 비화수소를 발생시킨 후 공기-아세틸렌 불꽃 중에 주입하여 193.7 nm에서 흡광도를 측정한다. 수소화물발생장치의 운영은 사용장비의 매뉴얼에 따른다.

5.1.5 계산

5.1.4.2의 검정곡선을 사용하여 계산한 비소의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 시료 중에 비소 농도를 계산한다.

$$\text{시료 중 비소의 농도 (mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{S} \times V$$

여기서 C_1 : 검정곡선에서 얻어진 시료의 비소 농도 (mg/L)

C_0 : 검정곡선에서 얻어진 시약바탕시료의 비소 농도 (mg/L)

V : 시험용액의 부피 (여기서는 100 mL)

S : 사용한 시료의 무게 (g)

5.2 유도결합플라스마-원자발광분광법

5.2.1 개요

시료에 염산과 염산히드록실아민을 가하여 전처리한 시료 용액 중의 비소를 3가비소로 예비환원한 다음 수소화붕소나트륨 용액과 반응하여 생성된 비화수소를 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라스마에 주입하여 6000 K~8000 K에서 들뜬 원자가 바닥상태로 이동할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 원소의 정성 및 정량분석을 수행하는 방법이다.

5.2.2 시약 및 표준용액

5.1 원자흡수분광광도법의 5.1.2에 따른다.

5.2.3 기구 및 장치

5.2.3.1 유도결합플라스마-원자발광분광기

5.2.3.2 수소화물발생장치

5.2.3.3 가스

액화 또는 압축아르곤으로서 99.99 % 이상의 순도를 갖는 것이어야 한다.

5.2.3.4 가열판

5.2.4 분석절차

5.2.4.1 전처리

5.1 원자흡수분광광도법의 5.1.4.1에 따른다.

5.2.4.2 검정곡선의 작성

비소 표준용액 (0.001 mg As/mL) 0 mL~50 mL를 단계적으로 100 mL 부피플라스크에 취하고 염산 5 mL와 정제수를 표선까지 가하여 조제한다. 이하 5.1.4.1.6과 동일하게 조작하고 5.2.4.3에 따라 측정 후 비소의 양과 발광강도의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

5.2.4.3 측정법

수소화물발생장치를 유도결합플라스마-원자발광분광기에 연결하고 예비환원시킨 바탕시료용액과 시험용액을 수소화붕소나트륨 용액과 반응시켜 비화수소를 발생시킨 후 플라스마에 주입하여 193.7 nm에서 스펙트럼선 강도를 측정한다. 수소화물발생장치의 운영은 사용장비의 매뉴얼에 따른다.

5.2.5 계산

5.1 원자흡수분광광도법의 5.1.5에 따른다.

6.0 납, 카드뮴

6.1 원자흡수분광도법

6.1.1 개요

시료에 염산과 염산히드록실아민을 가하여 전처리한 시료 용액에 디에틸디티오카바민산나트륨을 가하여 킬레이트화하여 메틸이소부틸케톤으로 추출한다. 이것을 원자흡광분석법으로 납은 283.3 nm, 카드뮴은 228.8 nm에서 흡광도를 측정하여 납, 카드뮴의 함유량을 각각 구한다.

6.1.2 시약 및 표준용액

6.1.2.1 염산

6.1.2.2 염산히드록실아민 (hydroxylamine hydrochloride, $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) 용액 (20 %)

염산히드록실아민 20 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

6.1.2.3 질산

6.1.2.4 구연산수소이암모늄 용액 (50 %)

구연산수소이암모늄 (diammonium hydrogen citrate, $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_7$) 50 g을 물에 녹여 100 mL로 한다.

6.1.2.5 황산암모늄 용액 (40 %)

황산암모늄 (ammonium sulfate, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$) 40 g을 물에 녹여 100 mL로 한다.

6.1.2.6 암모니아수 (1+1)

6.1.2.7 DDTC 용액 (5 %)

N,N-디에틸디티오카르바민산나트륨3수화물(sodium diethyl dithiocarbamate, trihydrate,

DDTC) 5 g을 물에 녹여 100 mL로 한다.

6.1.2.8 메틸이소부틸케톤(methyl isobuty ketone, MIBK)

6.1.2.9 납 표준원액 (0.1 mg Pb/mL)

납 (99.9 % 이상) 0.1 g을 취하여 100 mL 비이커에 옮겨 넣고 질산 10 mL를 가하여 녹여 가열하고 질소산화물을 추출한 후 방랭하고 1 L 부피플라스크에 넣고 물로 표선까지 가하여 사용하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

6.1.2.10 카드뮴 표준원액 (0.1 mg Cd/mL)

카드뮴 (99.9 % 이상) 0.1 g을 취하여 100 mL 비이커에 옮겨 넣고 질산 10 mL를 가하여 녹여 가열하고 질소산화물을 추출한 후 방랭하고 1 L 부피플라스크에 넣고 물로 표선까지 가하여 사용하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

6.1.2.11 혼합 표준용액 (납 : 0.01 mg Pb/mL, 카드뮴 : 0.001 mg Cd/mL)

납 표준원액(0.1 mg Cd/mL) 10 mL 및 카드뮴 표준원액 (0.1 mg Cd/mL) 1 mL와 질산 2 mL를 100 mL 부피플라스크에 넣고 정제수를 표선까지 채워 조제한다.

6.1.3 기구 및 장치

6.1.3.1 원자흡수분광광도계

6.1.3.2 광원램프

납 속빈음극램프, 카드뮴 속빈음극램프

6.1.3.3 가스

6.1.3.3.1 원자흡수분광광도계에 불꽃을 만들기 위해 조연성 가스와 가연성 가스를 사용하는 데, 일반적으로 가연성가스로 아세틸렌을 조연성가스로 공기를 사용한다.

6.1.3.3.2 운반 가스로 아르곤 가스 (순도 99.99 % 이상)을 사용한다.

6.1.3.4 가열판

6.1.4 분석절차

6.1.4.1 전처리

6.1.4.1.1 산으로 세척한 200 mL 비이커에 이 품목 약 2.5 g을 정확히 달아 정제수 50 mL를 넣어 섞는다.

6.1.4.1.2 후드에서 염산 5 mL를 첨가한다.

6.1.4.1.3 용액이 맑아질 때까지 염산히드록실아민용액을 넣는다.

6.1.4.1.4 용액을 끓지 않도록 서서히 가열한다.

6.1.4.1.5 식힌 용액을 분액깔대기에 용액을 옮기고 50 % 구연산수소이암모늄 용액 3 mL 및 40 % 황산암모늄 용액 15 mL를 가하여 암모니아수 (1+1) 혹은 염산 (1+3)으로 pH 5.0~5.2로 하여 5 % DDTC 용액 6 mL를 가하여 혼합한다.

6.1.4.1.6 3분간 정치한 후, MIBK 30 mL를 가하여 2분간 흔들어 섞은 후, 약 10분간 정치하고 수층을 버려 MIBK 층을 모은다.

6.1.4.1.7 MIBK 용매를 가열판에서 모두 휘산시키고 잔사를 질산 2 mL와 정제수를 가하여 녹인다.

6.1.4.1.8 50 mL 부피플라스크에 옮기고 정제수를 넣어 표선에 맞추고 이를 시험용액으로 한다.

6.1.4.1.9 바탕시험은 시료를 주입하지 않고 6.1.4.1.1~6.1.4.1.8의 과정을 반복한다.

6.1.4.2 검정곡선의 작성

혼합표준용액 (Pb : 0.01 mg Pb/mL, Cd : 0.001 mg Cd/mL) 0 mL~5 mL를 단계적으로 취하고 염산 5 mL와 정제수를 가하여 50 mL로 한다. 이하 6.1.4.1.5~6.1.4.1.8과 동일하게 조작하고

6.1.4.3에 따라 측정하여 납, 카드뮴의 양과 흡광도의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

6.1.4.3 측정법

바탕시료용액과 시험용액을 공기-아세틸렌 불꽃 중에 주입하여 납은 283.3 nm, 카드뮴은 228.8 nm에서 흡광도를 측정한다.

6.1.5 계산

6.1.4.2의 검정곡선을 사용하여 계산한 납과 카드뮴의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 시료 중에 납과 카드뮴의 농도를 계산한다.

$$\text{시료 중 납 또는 카드뮴의 농도 (mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{S} \times V$$

여기서 C_1 : 검정곡선에서 얻어진 시료의 납 또는 카드뮴 농도 (mg/L)

C_0 : 검정곡선에서 얻어진 시약바탕시료의 납 또는 카드뮴 농도 (mg/L)

V : 시험용액의 부피 (여기서는 50 mL)

S : 사용한 시료의 무게 (g)

6.2 유도결합플라스마-원자발광분광법

6.2.1 개요

시료에 염산과 염산히드록실아민을 가하여 전처리한 시료 용액에 디에틸디티오카바민산나트륨을 가하여 킬레이트화하여 메틸이소부틸케톤으로 추출한다. 이것을 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라스마에 주입하여 6000 K~8000 K에서 들뜬 원자가 바닥상태로 이동할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 원소의 정성 및 정량분석을 수행하는 방법이다.

6.2.2 시약 및 표준용액

6.1 원자흡수분광광도법의 6.1.2에 따른다.

6.2.3 기구 및 장치

6.2.3.1 유도결합플라스마-원자발광분광기

6.2.3.2 가스

액화 또는 압축아르곤으로서 99.99 % 이상의 순도를 갖는 것이어야 한다.

6.2.3.3 가열판

6.2.3.4 pH 미터

6.2.3.5 분액깔대기

6.2.4 분석절차

6.1 원자흡수분광광도법의 6.1.4에 따른다. 다만 유도결합플라스마-원자발광분광기를 사용하여 납은 220.3 nm, 카드뮴은 226.5 nm에서 스펙트럼선 강도를 측정한다

7.0 크롬, 니켈

7.1 원자흡수분광광도법

7.1.1 개요

시료에 염산과 염산히드록실아민을 가하여 전처리한 시료 용액을 원자흡광분광계의 불꽃에 주입하여 원자화한 후 크롬은 357.9 nm, 니켈은 232.0 nm에서 흡광도를 측정하여 크롬, 니켈의 함유량을 각각 구한다.

7.1.2 시약 및 표준용액

7.1.2.1 염산

7.1.2.2 염산히드록실아민 (hydroxylamine hydrochloride, $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) 용액 (20 %)

염산히드록실아민 20 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

7.1.2.3 질산

7.1.2.4 크롬 표준원액 (1 mg Cr/mL)

디크롬산칼륨 (potassium dichromate, $K_2Cr_2O_7$)을 150 °C에서 약 1시간 가열하고 데시케이터 중에서 방랭한다. 0.283 g을 100 mL 부피플라스크에 넣고 약간의 정제수를 넣은 다음 질산 1 mL를 가해 완전히 녹여준 후 정제수로 표선까지 채워 조제하여 사용하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

7.1.2.5 니켈 표준원액 (1 mg Ni/mL)

니켈 금속 (99.9 % 이상) 1.0 g에 염산 10 mL와 질산 (1+3) 10 mL를 넣어 녹이고 정제수 100 mL를 넣고 가열하여 질소 증기를 방출시키기 위해 끓이고 식힌 다음 1 L 부피플라스크에 옮기고 정제수로 표선까지 채워 조제하여 사용하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

7.1.2.6 혼합 표준용액 (크롬 : 0.01 mg Cr/mL, 니켈 : 0.01 mg Ni/mL)

크롬 표준원액 (1 mg Cr/mL) 1 mL 및 니켈 표준원액 (1 mg Ni/mL) 1 mL와 질산 2 mL를 100 mL 부피플라스크에 넣고 정제수를 표선까지 채워 조제한다.

7.1.3 기구 및 장치

7.1.3.1 원자흡수분광광도계

7.1.3.2 광원램프

크롬 속빈음극램프, 니켈 속빈음극램프

7.1.3.3 가스

7.1.3.3.1 원자흡수분광광도계에 불꽃을 만들기 위해 조연성 gas와 가연성 gas를 사용하는 데, 일반적으로 가연성gas로 아세틸렌을 조연성gas로 공기를 사용한다.

7.1.3.3.2 운반 가스로 아르곤 가스 (순도 99.99 % 이상)을 사용한다.

7.1.3.4 가열판

7.1.4 분석절차

7.1.4.1 전처리

7.1.4.1.1 산으로 세척한 200 mL 비이커에 이 품목 약 2.5 g을 정확히 달아 정제수 100 mL를 넣어 섞는다.

7.1.4.1.2 후드에서 염산 5 mL를 첨가한다.

7.1.4.1.3 용액이 맑아질 때까지 염산히드록실아민용액을 넣는다.

7.1.4.1.4 용액을 끓지 않도록 서서히 가열하여 100 mL 이하가 되도록 한다.

7.1.4.1.5 100 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고 정제수를 넣어 100 mL로 하고 이를 시험용액으로 한다.

7.1.4.1.6 바탕시험은 시료를 주입하지 않고 7.1.4.1.1~7.1.4.1.5의 과정을 반복한다.

7.1.4.2 검정곡선의 작성

혼합표준용액 (크롬 : 0.01 mg Cr/mL, 니켈 : 0.01 mg Ni/mL) 0 mL~10 mL를 단계적으로 취하고 염산 5 mL와 정제수를 가하여 100 mL로 한다. 이하 7.1.4.3과 동일하게 측정하여 크롬, 니켈의 양에 대한 흡광도의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

7.1.4.3 측정법

바탕시료용액과 시험용액을 공기-아세틸렌 불꽃 중에 주입하여 크롬은 357.9 nm, 니켈은 232.0 nm에서 흡광도를 측정한다.

7.1.5 계산

7.1.4.2의 검정곡선을 사용하여 계산한 크롬과 니켈의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 시료 중에 크롬과 니켈의 농도를 계산한다.

$$\text{시료 중 크롬 또는 니켈의 농도 (mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{S} \times V$$

여기서 C_1 : 검정곡선에서 얻어진 시료의 크롬 또는 니켈 농도 (mg/L)

C_0 : 검정곡선에서 얻어진 시약바탕시료의 크롬 또는 니켈 농도 (mg/L)

V : 시험용액의 부피 (여기서는 100 mL)

S : 사용한 시료의 무게 (g)

7.2 유도결합플라스마-원자발광분광법

7.2.1 개요

시료에 염산과 염산히드록실아민을 가하여 전처리한 시료 용액을 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라스마에 주입하여 6000 K~8000 K에서 들뜬 원자가 바닥상태로 이동할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 원소의 정성 및 정량분석을 수행하는 방법이다.

7.2.2 시약 및 표준용액

7.2.2.1 염산

7.2.2.2 염산히드록실아민 (hydroxylamine hydrochloride, $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) 용액 (20 %)

염산히드록실아민 20 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

7.2.2.3 질산

7.2.2.4 크롬 표준원액 (1 mg Cr/mL)

7.1 원자흡수분광광도법의 7.1.2.4에 따른다

7.2.2.5 니켈 표준원액 (1 mg Ni/mL)

7.1 원자흡수분광광도법의 7.1.2.5에 따른다

7.2.2.6 혼합 표준용액 (크롬 : 0.01 mgCr/mL, 니켈 : 0.01 mg Ni/mL)

7.1 원자흡수분광광도법의 7.1.2.6에 따른다

7.2.2.7 내부 표준원액 (1 mg Y/mL)

산화이트륨(Y_2O_3) 0.318 g을 취하여 100 mL 비이커에 넣고 염산 3 mL와 소량의 정제수를 가하여 가열 용해하고 방랭 후, 250 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고 정제수를 가하여 250 mL로 만들어 사용하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

7.2.2.8 내부 표준용액 (0.02 mg Y/mL)

내부 표준원액 2 mL와 질산 2 mL를 100 mL 부피플라스크에 넣고 정제수를 표선까지 가하여 조제한다.

7.2.3 기구 및 장치

7.2.3.1 유도결합플라즈마-원자발광분광기

7.2.3.2 가스

액화 또는 압축아르곤으로서 99.99 % 이상의 순도를 갖는 것이어야 한다.

7.2.3.3 가열판

7.2.4 분석절차

7.2.4.1 전처리

7.2.4.1.1 산으로 세척한 200 mL 비이커에 이 품목 약 2.5 g을 정확히 달아 정제수 100 mL를 넣어 섞는다.

7.2.4.1.2 후드에서 염산 5 mL를 첨가한다.

7.2.4.1.3 용액이 맑아질 때까지 염산히드록실아민용액을 넣는다.

7.2.4.1.4 용액을 끓지 않도록 서서히 가열하여 100 mL 이하가 되도록 한다.

7.2.4.1.5 100 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고 내부 표준용액 (20 mg/L) 1.0 mL를 넣고 정제수를 가하여 100 mL로 하고 이를 시험용액으로 한다.

7.2.4.1.6 바탕시험은 시료를 주입하지 않고 7.2.4.1.1~7.2.4.1.5의 과정을 반복한다.

7.2.4.2 검정곡선의 작성

혼합표준용액 (크롬 : 0.01 mg Cr/mL, 니켈 : 0.01 mg Ni/mL) 0 mL~10 mL를 단계적으로 취하고 염산 5 mL 및 내부 표준용액 (20 mg/L) 1.0 mL를 넣고 정제수를 가하여 100 mL로 한다. 이하 7.2.4.3과 동일하게 측정하여 크롬, 니켈의 양에 대한 발광광도비의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

7.2.4.3 측정법

바탕시료용액과 시험용액을 크롬 283.5 nm, 니켈 341.4 nm 및 이트륨 371.0 nm에서 스펙트럼선 강도를 측정하여 이트륨에 대한 크롬과 니켈의 발광강도비를 구한다.

7.2.5 계산

7.1 원자흡수분광광도법의 7.1.5에 따른다.

8.0 수은

8.1 개요

시료에 염산과 염산히드록실아민을 가하여 전처리한 시료 용액에 이염화주석을 넣어 금속 수은으로 환원시킨 다음 이 용액에 통기하여 발생하는 수은 증기를 253.7 nm의 파장에서 원자흡수분광광도법에 따라 정량하는 방법이다.

8.2 시약 및 표준용액

8.2.1 염산

8.2.2 염산히드록실아민 (hydroxylamine hydrochloride, $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) 용액 (20 %)

염산히드록실아민 20 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

8.2.3 질산

8.2.4 염화제일주석 용액

염화제일주석·2수화물 (tin dichloride dihydrate, $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 10.0 g을 염산 30 mL에 녹이고 100 mL 부피플라스크로 옮겨 정제수로 표선까지 채운다. 이 용액은 사용하는 당일에 준비한다. 사용하는 냉증기 발생장치의 매뉴얼에 따라 농도를 다르게 할 수 있다.

8.2.5 수은 표준원액 (0.1 mg Hg/mL)

1 L 부피플라스크에 염화수은 (mercury chloride, HgCl_2) 0.1354 g을 취해 정제수로 녹이고 질산 10 mL를 넣은 후 정제수를 표선까지 채워 만들거나 시판용 표준용액을 사용한다.

8.2.6 수은 표준용액 (0.0001 mg Hg/mL)

수은 표준원액 (0.1 mg Hg/mL) 1 mL와 질산 3 mL를 1 L 부피플라스크에 넣고 정제수로 표선까지 채워 조제한다.

8.3 기구 및 장치

8.3.1 원자흡수분광광도계

8.3.2 광원램프

수은 속빈음극램프

8.3.3 냉증기 발생장치

8.3.4 가스

99.99 %의 순도를 갖는 아르곤 또는 질소를 운반 가스로 이용한다.

8.3.5 가열판

8.4 분석절차

8.4.1 전처리

8.4.1.1 산으로 세척한 200 mL 비이커에 이 품목 약 2.5 g을 정확히 달아 정제수 100 mL를 넣어 섞는다.

8.4.1.2 후드에서 염산 5 mL를 첨가한다.

8.4.1.3 용액이 맑아질 때까지 염산히드록실아민용액을 넣는다.

8.4.1.4 용액을 끓지 않도록 서서히 가열하여 100 mL 이하가 되도록 한다.

8.4.1.5 100 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고 정제수를 넣어 100 mL로 하고 이를 시험용액으로 한다.

8.4.1.6 바탕시험은 시료를 주입하지 않고 8.4.1.1~8.4.1.5의 과정을 반복한다.

8.4.2 검정곡선의 작성

수은 표준용액 (0.0001 mg Hg/mL) 0 mL~10 mL를 단계적으로 취하고 염산 5 mL와 정제수를 가하여 100 mL로 한다. 이하 8.4.3과 동일하게 측정하여 수은의 양에 대한 흡광도와와의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

8.4.3 측정법

원자흡수분광광도계에 설치된 냉증기 발생장치로 바탕시료용액과 시험용액을 염화제일주석용액과 반응시켜 수은 증기를 발생시킨 후 규사 셀로 주입하여 253.7 nm에서 흡광도를 측정한다. 냉증기 발생장치의 운영은 사용 장비의 매뉴얼에 따른다.

8.5 계산

8.4.2의 검정곡선을 사용하여 계산한 수은의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 시료 중에 수은의 농도를 계산한다.

$$\text{시료 중 수은의 농도 (mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{S} \times V$$

여기서 C_1 : 검정곡선에서 얻어진 시료의 수은 농도 (mg/L)

C_0 : 검정곡선에서 얻어진 시약바탕시료의 수은 농도 (mg/L)

V : 시험용액의 부피 (여기서는 100 mL)

S : 사용한 시료의 무게 (g)

9.0 셀레늄

9.1 원자흡수분광광도법

9.1.1 개요

시료에 염산과 염산히드록실아민을 가하여 전처리한 시료 용액 중의 셀레늄을 예비 환원한 다음 수소화붕소나트륨용액과 반응하여 생성된 수소화물을 원자화시켜 196.0 nm에서 수소화물생성-원자흡수분광광도법에 따라 정량하는 방법이다.

9.1.2 시약 및 표준용액

9.1.2.1 염산

9.1.2.2 염산히드록실아민 (hydroxylamine hydrochloride, $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) 용액 (20 %)

염산히드록실아민 20 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

9.1.2.3 수소화붕소산나트륨 용액

사용하는 수소화물생성장치의 매뉴얼에 따른다. 일반적으로 수산화나트륨 (sodium hydroxide, NaOH) 용액 0.5 g/L~5.0 g/L에 수소화붕소나트륨 (sodium borohydride, NaBH₄) 0.2 g/L~10 g/L이 되도록 넣고 완전히 녹인 후 0.45 μm 막여과지로 여과하여 1 L 부피플라스크에 넣고 정제수로 표선까지 맞추어 제조한다. 이 용액은 사용하는 당일에 준비한다.

9.1.2.4 셀레늄 표준원액 (1 mg Se/mL)

이산화셀레늄 (selenium oxide, SeO₂) 0.1405 g을 정제수에 녹여 100 mL로 조제하여 사용하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

9.1.2.5 셀레늄 표준용액 (0.001 mg Se/mL)

셀레늄 표준원액 (1 mg Se/mL) 1 mL와 염산 20 mL를 1 L 부피플라스크에 넣고 정제수를 넣어 표선까지 가하여 조제한다.

9.1.3 기구 및 장치

9.1.3.1 원자흡수분광광도계

9.1.3.2 광원램프

셀레늄 속빈음극램프

9.1.3.3 수소화물발생장치

9.1.3.4 가스

셀레늄 분석에 아르곤-수소 또는 질소-수소 기체를 사용한다.

9.1.3.5 가열판

9.1.4 분석절차

9.1.4.1 전처리

9.1.4.1.1 산으로 세척한 200 mL 비이커에 이 품목 약 2.5 g을 정확히 달아 정제수 100 mL를 넣어 섞는다.

9.1.4.1.2 후드에서 염산 5 mL를 첨가한다.

9.1.4.1.3 용액이 맑아질 때까지 염산히드록실아민용액을 넣는다.

9.1.4.1.4 용액을 끓지 않도록 서서히 가열하여 100 mL 이하가 되도록 한다.

9.1.4.1.5 100 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고 정제수를 넣어 100 mL로 한다.

9.1.4.1.6 이 용액 10 mL를 50 mL 부피플라스크에 넣고 염산 5 mL를 첨가하여 약 3시간 방치한 후 표선까지 정제수를 채워 이를 시험용액으로 한다.

9.1.4.1.7 바탕시험은 시료를 주입하지 않고 9.1.4.1.1~9.1.4.1.6의 과정을 반복한다.

9.1.4.2 검정곡선의 작성

셀레늄 표준용액 (0.001 mg Se/mL) 0 mL~50 mL를 단계적으로 100 mL 부피플라스크에 취하고 염산 5 mL와 정제수를 표선까지 가하여 조제한다. 이하 9.1.4.1.6과 동일하게 조작하고 9.1.4.3에 따라 측정 후 셀레늄의 양과 흡광도의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

9.1.4.3 측정법

수소화물발생장치를 원자흡수분광광도계에 연결하고 예비환원시킨 바탕시료용액과 시험용액을 수소화붕소나트륨 용액과 반응시켜 생성된 수소화물을 아르곤-수소 또는 질소-수소 불꽃 중에 주입하여 196.0 nm에서 흡광도를 측정한다. 수소화물발생장치의 운영은 사용장비의 매뉴얼에 따른다.

9.1.5 계산

9.1.4.2의 검정곡선을 사용하여 계산한 셀레늄의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 시료 중에 셀레늄 농도를 계산한다.

$$\text{시료 중 셀레늄의 농도 (mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{S} \times V$$

여기서 C_1 : 검정곡선에서 얻어진 시료의 셀레늄 농도 (mg/L)

C_0 : 검정곡선에서 얻어진 시약바탕시료의 셀레늄 농도 (mg/L)

V : 시험용액의 부피 (여기서는 100 mL)

S : 사용한 시료의 무게 (g)

9.2 유도결합플라즈마-원자발광분광법

9.2.1 개요

시료에 염산과 염산히드록실아민을 가하여 전처리한 시료 용액 중의 셀레늄을 예비 환원한 다음 수소화붕소나트륨용액과 반응하여 생성된 수소화물을 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6000 K~8000 K에서 들뜬 원자가 바닥상태로 이동할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 원소의 정성 및 정량분석을 수행하는 방법이다.

9.2.2 시약 및 표준용액

9.1 원자흡수분광광도법의 9.1.2에 따른다.

9.2.3 기구 및 장치

9.2.3.1 유도결합플라즈마-원자발광분광기

9.2.3.2 수소화물발생장치

9.2.3.3 가스

액화 또는 압축아르곤으로서 99.99 % 이상의 순도를 갖는 것이어야 한다.

9.2.3.4 가열판

9.2.4 분석절차

9.2.4.1 전처리

9.1 원자흡수분광광도법의 9.1.4.1에 따른다.

9.2.4.2 검정곡선의 작성

셀레늄 표준용액 (0.001 mg Se/mL) 0 mL~50 mL를 단계적으로 100 mL 부피플라스크에 취하고 염산 5 mL와 정제수를 표선까지 가하여 조제한다. 이하 9.1.4.1.6과 동일하게 조작하고 9.2.4.3에 따라 측정 후 셀레늄의 양과 발광강도의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

9.2.4.3 측정법

수소화물발생장치를 유도결합플라즈마-원자발광분광기에 연결하고 예비환원시킨 바탕시료용액과 시험용액을 수소화붕소나트륨 용액과 반응시켜 생성된 수소화물을 플라즈마에 주입하여 196.0 nm에서 스펙트럼선 강도를 측정한다. 수소화물발생장치의 운영은 사용장비의 매뉴얼에 따른다.

9.2.5 계산

9.1 원자흡수분광광도법의 9.1.5에 따른다.

10.0 안티몬

10.1 원자흡수분광광도법

10.1.1 개요

시료에 염산과 염산히드록실아민을 가하여 전처리한 시료 용액 중의 안티몬을 예비 환원한 다음 수소화붕소나트륨용액과 반응하여 생성된 수소화물을 원자화시켜 217.6 nm에서 수소화물생성-원자흡수분광광도법에 따라 정량하는 방법이다.

10.1.2 시약 및 표준용액

10.1.2.1 염산

10.1.2.2 염산히드록실아민(hydroxylamine hydrochloride, $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) 용액(20 %)

염산히드록실아민 20 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

10.1.2.3 수소화붕소산나트륨 용액

사용하는 수소화물생성장치의 매뉴얼에 따른다. 일반적으로 수산화나트륨 (sodium hydroxide, NaOH) 용액 0.5 g/L~5.0 g/L에 수소화붕소나트륨 (sodium borohydride, NaBH_4) 0.2 g/L~10 g/L이 되도록 넣고 완전히 녹인 후 0.45 μm 막여과지로 여과하여 1 L 부피플라스크에 넣고 정제수로 표선까지 맞추어 조제한다. 이 용액은 사용하는 당일에 준비한다.

10.1.2.4 안티몬 표준원액 (1 mg Sb/mL)

금속 안티몬 (순도 99.9 % 이상) 0.100 g을 정확히 달아 질산 (1+1) 2 mL와 진한 염산 0.5 mL으로 녹여 가열하고 식힌다. 다시 정제수 20 mL와 타타르산 (tartaric acid) 0.15 g을 넣고 흰색 침전물을 녹이기 위해 가열하여 식힌 후, 100 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고 정제수를 표선까지 채워 만들거나 시판용 표준용액을 사용한다.

10.1.2.5 안티몬 표준용액 (0.001 mg Sb/mL)

안티몬 표준원액 (1 mg Sb/mL) 1 mL와 염산 20 mL를 1 L 부피플라스크에 넣고 정제수를 넣어 표선까지 채워 조제한다.

10.1.3 기구 및 장치

10.1.3.1 원자흡수분광광도계

10.1.3.2 광원램프

안티몬 속빈음극램프

10.1.3.3 수소화물발생장치

10.1.3.4 가스

10.1.3.4.1 원자흡수분광광도계에 불꽃을 만들기 위해 조연성 gas와 가연성 gas를 사용하는데, 일반적으로 가연성gas로 아세틸렌을 조연성gas로 공기를 사용한다.

10.1.3.4.2 운반 gas로 아르곤 gas (순도 99.99 % 이상)을 사용한다.

10.1.3.5 가열판

10.1.4 분석절차

10.1.4.1 전처리

9.0 셀레늄의 9.1.4.1에 따른다.

10.1.4.2 검정곡선의 작성

안티몬 표준용액 (0.001 mg Sb/mL) 0 mL~50 mL를 단계적으로 100 mL 부피플라스크에 취하고 염산 5 mL와 정제수를 표선까지 가하여 조제한다. 이하 9.1.4.1.6과 동일하게 조작하고 10.1.4.3에 따라 측정 후 안티몬의 양과 흡광도의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

10.1.4.3 측정법

수소화물발생장치를 원자흡수분광광도계에 연결하고 예비환원시킨 바당시료용액과 시험용액을 수소화붕소나트륨 용액과 반응시켜 생성된 수소화물을 공기-아세틸렌 불꽃 중에 주입하여 217.6 nm에서 흡광도를 측정한다. 수소화물발생장치의 운영은 사용장비의 매뉴얼에 따른다.

10.1.5 계산

10.1.4.2의 검정곡선을 사용하여 계산한 안티몬의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 시료 중에 안티몬 농도를 계산한다.

$$\text{시료 중 안티몬의 농도 (mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{S} \times V$$

여기서 C_1 : 검정곡선에서 얻어진 시료의 안티몬 농도 (mg/L)

C_0 : 검정곡선에서 얻어진 시약바탕시료의 안티몬 농도 (mg/L)

V : 시험용액의 부피 (여기서는 100 mL)

S : 사용한 시료의 무게 (g)

10.2 유도결합플라스마-원자발광분광법

10.2.1 개요

시료에 염산과 염산히드록실아민을 가하여 전처리한 시료 용액 중의 안티몬을 예비 환원한 다음 수소화붕소나트륨용액과 반응하여 생성된 수소화물을 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라스마에 주입하여 6000 K~8000 K에서 들뜬 원자가 바닥상태로 이동할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 원소의 정성 및 정량분석을 수행하는 방법이다.

10.2.2 시약 및 표준용액

10.1 원자흡수분광광도법의 10.1.2에 따른다.

10.2.3 기구 및 장치

10.2.3.1 유도결합플라스마-원자발광분광기

10.2.3.2 수소화물발생장치

10.2.3.3 가스

액화 또는 압축아르곤으로서 99.99 % 이상의 순도를 갖는 것이어야 한다.

10.2.3.4 가열판

10.2.4 분석절차

10.2.4.1 전처리

9.0 셀레늄의 9.1.4.1에 따른다.

10.2.4.2 검정곡선의 작성

안티몬 표준용액 (0.001 mg Sb/mL) 0 mL~50 mL를 단계적으로 100 mL 부피플라스크에 취하고 염산 5 mL와 정제수를 표선까지 가하여 조제한다. 이하 9.1.4.1.6과 동일하게 조작하고 10.2.4.3에 따라 측정 후 안티몬의 양과 발광강도의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

10.2.4.3 측정법

수소화물발생장치를 유도결합플라즈마-원자발광분광기에 연결하고 예비환원시킨 바탕시료용액과 시험용액을 수소화붕소나트륨 용액과 반응시켜 생성된 수소화물을 플라즈마에 주입하여 206.8 nm에서 스펙트럼선 강도를 측정한다. 수소화물발생장치의 운영은 사용장비의 매뉴얼에 따른다.

10.2.5 계산

10.1 원자흡수분광광도법의 10.1.5에 따른다.

11. 티오황산나트륨

(Sodium thiosulfate, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)

2017

<성분규격 기준>

| 항 목 | 기 준 | |
|---------|---------------------------|---------------|
| | 1종 | 2종 |
| 성상 | 무색의 결정 | 무색투명한 액체 |
| 확인시험 | 확인시험법에 따라 시험할 때 적합하여야 한다. | |
| pH | 6.5~8.5 | 6.5~8.5 |
| 티오황산나트륨 | 95 % 이상 | 50±1 % |
| 황산나트륨 | 5 % 이하 | 2.5 % 이하 |
| 물불용물 | 0.3 % 이하 | 0.15 % 이하 |
| 비소(As) | 0.5 mg/kg 이하 | 0.25 mg/kg 이하 |
| 납(Pb) | 5 mg/kg 이하 | 2.5 mg/kg 이하 |
| 카드뮴(Cd) | 0.1 mg/kg 이하 | 0.05 mg/kg 이하 |
| 크롬(Cr) | 5 mg/kg 이하 | 2.5 mg/kg 이하 |
| 수은(Hg) | 0.1 mg/kg 이하 | 0.05 mg/kg 이하 |
| 셀레늄(Se) | 2 mg/kg 이하 | 1 mg/kg 이하 |
| 니켈(Ni) | 5 mg/kg 이하 | 2.5 mg/kg 이하 |
| 안티몬(Sb) | 2 mg/kg 이하 | 1 mg/kg 이하 |

<사용기준>

오존접촉조 다음에 사용하며, 잔류하는 티오황산나트륨에 의해 잔류염소가 소모되지 않도록 주의해야 한다. 특히, 0.1 mg/L($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 로서)를 초과하는 농도로 사용하는 경우에는 정수지의 잔류염소를 모니터링하고 필요시 대응 방안을 강구하여야 한다.

1.0 확인시험

1.1 시약 및 표준용액

1.1.1 차아염소산나트륨 용액 (1 %)

유효염소 농도를 알고 있는 차아염소산나트륨(sodium hypochlorite, NaOCl, 분자량 74.44) 용액을 희석하여 유효염소 1 %의 차아염소산나트륨 용액을 준비한다. 용액의 유효염소 측정은 차아염소산나트륨의 유효염소 측정방법에 따른다. 이 용액은 냉장보관하여 7일간 보관 가능하다.

1.1.2 요오드화아연-녹말 용액 (zinc iodide-starch test solution)

정제수 100 mL를 끓이고, 여기에 요오드화칼륨(potassium iodide, KI) 용액 (3 → 20) 5 mL와 염화아연 (zinc chloride, ZnCl₂) 용액 (1 → 5) 10 mL를 첨가한다. 이 용액을 저어주면서 끓고 있는 동안, 녹말 5 g을 정제수 30 mL에 첨가하여 균질하게 만든 현탁용액을 첨가한다. 2분간 더 끓이고 식힌 다음 밀봉하여 냉장 보관한다.

1.1.3 염산 (1+3)

1.1.4 요오드화칼륨 (potassium iodide, KI)

1.2 시험절차

1.2.1 100 mL 비이커에 이 품목 1 g을 넣어 정제수 20 mL와 잘 혼합하여 시험용액으로 한다.

1.2.2 차아염소산나트륨 용액 (1 %) 10 mL를 취하여 정제수 60 mL가 담겨진 250 mL 삼각플라스크에 넣고, 여기에 염산 (1+3) 5 mL, 요오드화칼륨 3 g을 넣고 밀봉하여 흔들어 섞은 후 어두운 곳에 약 5분간 방치한다.

이 용액 5 mL를 정제수 100 mL가 들어 있는 삼각플라스크에 취하고 여기에 시험용액을 조금씩 첨가하면 연한 노랑색이 되며, 이때 요오드화아연-녹말용액 1 mL를 넣으면 용액이 청남색이 되고 다시 시험용액을 조금씩 첨가하면 색이 없어진다.

2.0 티오황산나트륨 함량

2.1 개요

티오황산나트륨 시료 용액을 요오드 용액으로 적정하여 시료 중의 티오황산나트륨 함량을 구한다.

2.2 시약 및 표준용액

2.2.1 포름알데히드 용액 (37 %)

2.2.2 0.05 mol/L 요오드 용액 (12.7 g/L)

요오드(iodine, I₂) 12.7 g을 mg 단위까지 정확히 측정하여 1 L 부피플라스크에 넣고, 요오드화칼륨(potassium iodide, KI) 36 g과 정제수 100 mL를 넣어 흔들어 녹인 후, 염산 3방울을 가하고 정제수로 표선까지 맞추어 준비하고 다음 식에 따라서 요오드 질량 m으로부터 농도 C₁을 계산한다.

$$C_1 \text{ (mol/L)} = m / 254$$

2.2.3 1 % 살리실산 용액 (10 g/L)

정제수 100 mL에 1 g의 살리실산을 첨가하여 용해한 용액을 준비한다.

2.2.4 녹말 지시용액 (5 g/L)

1 % 살리실산 용액(2.2.3) 100 mL에 가용성 녹말 5 g을 섞은 후 끓는 정제수 300 ~ 400 mL를 첨가하고 녹말이 용해될 때까지 끓인 후 다시 정제수로 1 L가 될 때까지 희석한다.

2.3 분석절차

2.3.1 티오황산나트륨 5수화물 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 약 1.0 g의 시료를 정확히 달아 코니칼 비이커에 옮기고 정제수 약 50 mL로 녹인다.

2.3.2 포름알데히드 용액(2.2.1) 5 mL를 첨가하고 0.05 mol/L 표준 요오드 용액으로 적정한다.

2.3.3 종말점 근처에서 녹말 지시용액 5 mL를 넣고 푸른색이 최소 1분간 유지될 때까지 적정을 계속하여 적가된 0.05 mol/L 요오드 용액의 양을 기록한다.

2.4 계산

티오황산나트륨 5수화물 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)의 함량은 다음 식에 따라서 계산하여 질량백분율로 나타낸다.

$$\text{티오황산나트륨 5수화물 (\%)} = 49.6 \times C_1 \times V/m$$

여기서 C_1 : 요오드용액의 농도 (mol/L)

V : 적정에 사용된 요오드 용액의 부피 (mL)

m : 사용한 시료량 (g)

3.0 pH

티오황산나트륨 5수화물 고체시료의 경우 10 g, 액체시료의 경우 20 g을 약 0.1 g까지 달아서 중량을 측정한다. 정제수 80 mL에 녹이고, 100 mL까

지 희석하여 pH 미터를 사용하여 20 °C에서 유리전극법으로 측정한다.

4.0 물불용물

4.1 개요

4.2 기구 및 장치

4.2.1 도가니형 유리여과기 (1G4)

4.2.2 데시케이터

4.3 분석절차

4.3.1 이 품목 약 10 g을 정확히 달아 정제수 약 100 mL에 녹인 후 미리 무게를 단 도가니형 유리여과기(1G4)로 여과한다.

4.3.2 여액에 산을 첨가하였을 때 침전물이 보이지 않을 때까지 정제수로 씻는다.

4.3.3 잔류물을 유리여과기와 같이 100 ~ 105 °C에서 1시간 건조한 다음 데시케이터 안에서 식히고 칭량한다.

4.4 계산

$$\text{물불용물 (\%)} = \frac{\text{질량의 차 (g)}}{\text{시료의 무게 (g)}} \times 100$$

5.0 황산나트륨

5.1 개요

희석한 시료를 용리액과 함께 이온크로마토그래프에 주입하여 음이온교환 수지컬럼을 통과한 황산이온을 분리하고 전기전도도검출기로 검출하여 황산나트륨의 함유량을 구한다.

5.2 시약 및 표준용액

5.2.1 정제수

증류 또는 필터과정에 의해 각 이온을 제거하고 0.2 μm 의 막을 통과시킨 물로서 0.2 $\mu\text{S/cm}$ 이하의 전도도 값을 갖는 물로 한다.

5.2.2 억제기(suppressor)용 재생액 (0.0125 M H_2SO_4)

진한 황산 (sulfuric acid, H_2SO_4) 2.8 mL를 정제수를 사용하여 4 L로 묽힌다. 재생용액은 서프्रेस러 형태에 좌우되므로 컬럼에 따라 재생용액을 구성한다.

5.2.3 용리액 (0.008 M Na_2CO_3)

탄산나트륨 (sodium carbonate, Na_2CO_3) 3.392 g을 물에 녹여 4 L로 한다. 용리액 준비에 사용하는 모든 정제수는 기체를 제거하여 사용하고 작동 중에는 헬륨을 불어 넣어 공기의 유입을 막는 것이 좋다. 박테리아나 조류 (algae) 성장을 최소화하려면 용리액을 어두운 곳에 보관하고 3일 간격으로 새로 만들어 사용한다. 용리액의 선택은 칼럼과 검출기의 선택에 따라 조건을 달리 할 수 있다.

5.2.4 용리액 (1.7 mM NaHCO_3 + 1.8 mM Na_2CO_3)

탄산수소나트륨 (sodium bicarbonate, NaHCO_3) 0.2856 g과 탄산나트륨 (sodium carbonate, Na_2CO_3) 0.3816 g을 정제수에 녹여 2 L로 한다. 용리

액 준비에 사용하는 모든 정제수는 기체를 제거하여 사용하고 작동 중에는 헬륨을 불어 넣어 공기의 유입을 막는 것이 좋다. 용리액의 선택은 칼럼과 검출기의 선택에 따라 조건을 달리 할 수 있다.

5.2.5 황산이온 표준원액 (1000 mg/L)

황산칼륨(potassium sulfate, K_2SO_4)을 105 °C에서 건조하여 181.4 mg을 정확히 달아 정제수에 녹여 100 mL로 하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

5.3 기구 및 장치

5.3.1 이온크로마토그래프

5.4 분석절차

5.4.1 전처리

1) 이 품목 약 1 g을 정확히 달아 200 mL 부피플라스크에 넣고 정제수를 넣어 녹여 표선에 맞추고 이를 시험용액으로 한다.

2) 시험용액을 0.2 μ m 멤브레인 여과지로 여과한다.

5.4.2 검정곡선의 작성

황산이온 표준원액 (1000 mg/L) 0.2 ~ 5 mL를 단계적으로 100 mL 부피플라스크에 취하고 각각에 정제수를 넣어 100 mL로 한다. 이하 5.4.3과 동일하게 조작하여 크로마토그램을 작성하고 황산이온의 농도와 피크 높이 또는 면적의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

5.4.3 측정법

여과한 시료를 이온크로마토그래프에 주입하여 검정곡선 작성 시와 같은 기기조건하에서 크로마토그램을 측정하여 황산이온에 상당하는 피크의 높이 또는 면적을 구한다.

5.4.4 계산

5.4.2의 검정곡선을 이용하여 구한 황산이온의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 시료 중에 황산나트륨의 농도를 계산한다.

$$\text{황산나트륨의 농도 (mg/kg)} = \frac{C_1 \times V \times 1.479}{S}$$

여기서 C_1 : 검정곡선에서 얻어진 시료의 황산이온 농도 (mg/L)

V : 시험용액의 부피 (여기서는 200 mL)

S : 사용한 시료의 무게 (g)

6.0 납, 카드뮴, 크롬, 니켈, 비소, 셀레늄, 안티몬

6.1 개요

시료에 질산을 가하여 전처리한 시료 용액을 고주파유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6000 K ~ 8000 K에서 들뜬 원자가 바닥상태로 이동할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 원소의 정성 및 정량분석을 수행하는 방법이다.

6.2 시약 및 표준용액

6.2.1 질산

6.2.2 납 표준원액 (1000 mg/L)

납 (99.9 % 이상) 1.0 g을 취하여 100 mL 비이커에 옮겨 넣고 질산 10 mL를 가하여 녹여 가열하고 질소산화물을 추출한 후 방냉하고 1 L 부피 플라스크에 넣고 물로 표선까지 가하여 사용하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

6.2.3 카드뮴 표준원액 (1000 mg/L)

카드뮴 (99.9 % 이상) 1.0 g을 취하여 100 mL 비이커에 옮겨 넣고 질산 10 mL를 가하여 녹여 가열하고 질소산화물을 추출한 후 방냉하고 1 L 부피 플라스크에 넣고 물로 표선까지 가하여 사용하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

6.2.4 크롬 표준원액 (1000 mg/L)

디크롬산칼륨 (potassium dichromate, $K_2Cr_2O_7$)을 150 °C에서 약 1시간 가열하고 데시케이터 중에서 방냉한다. 0.283 g을 100 mL 부피 플라스크에 넣고 약간의 정제수를 넣은 다음 질산 1 mL를 가해 완전히 녹여준 후 정제수로 표선까지 채워 조제하여 사용하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

6.2.5 니켈 표준원액 (1000 mg/L)

니켈 (99.9 % 이상) 1.0 g에 염산 10 mL와 질산 (1+3) 10 mL를 넣어 녹이고 정제수 100 mL를 넣고 가열하여 질소 증기를 방출시키기 위해 끓이고 식힌 다음 1 L 부피 플라스크에 옮기고 정제수로 표선까지 채워 조제하여 사용하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

6.2.6 비소 표준원액 (1000 mg/L)

삼산화비소 (arsenic trioxide, As_2O_3) 0.132 g을 100 mL 부피 플라스크에 넣고 수산화나트륨용액 (20 %) 0.5 mL에 녹이고, 정제수 약 40 mL를 넣고

황산 (1+19)으로 중화한 후 정제수를 넣어 100 mL로 하여 사용하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

6.2.7 셀레늄 표준원액 (1000 mg/L)

이산화셀레늄 (selenium oxide, SeO_2) 0.1405 g을 정제수에 녹여 100 mL로 조제하여 사용하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

6.2.8 안티몬 표준원액 (1000 mg/L)

금속 안티몬 (순도 99.999 % 이상) 0.100 g을 정확히 달아 질산 (1+1) 2 mL와 진한 염산 0.5 mL으로 녹여 가열하고 식힌다. 다시 정제수 20 mL와 타타르산 (tartaric acid) 0.15 g을 넣고 흰색 침전물을 녹이기 위해 가열하여 식힌 후, 100 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고 정제수를 표선까지 채워 만들거나 시판용 표준용액을 사용한다.

6.2.9 혼합 표준용액 (납, 크롬, 니켈, 비소, 셀레늄, 안티몬 : 10 mg/L, 카드뮴 : 2 mg/L)

납, 크롬, 니켈, 비소, 셀레늄, 안티몬 각각의 표준원액 (1000 mg/L) 1 mL 및 카드뮴 표준원액 (1000 mg/L) 0.2 mL와 질산 2 mL를 100 mL 부피플라스크에 넣고 정제수를 표선까지 채워 조제한다.

6.2.10 내부 표준원액 (Y : 1000 mg/L)

산화이트륨 (yttrium(III) oxide, Y_2O_3) 0.31 g을 취하여 100 mL 비이커에 넣고 염산 3 mL와 소량의 정제수를 가하여 가열 용해하고 방냉 후, 250 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고 정제수를 가하여 250 mL로 만들어 사용하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

6.2.11 내부 표준용액 (20 mg/L)

내부 표준원액 2 mL와 질산 2 mL를 100 mL 부피플라스크에 넣고 정제수를 표선까지 가하여 조제한다.

6.3 기구 및 장치

6.3.1 유도결합플라스마-원자발광분광기

6.3.2 가스

액화 또는 압축아르곤으로서 99.99 % 이상의 순도를 갖는 것이어야 한다.

6.3.3 가열판

6.4 분석절차

6.4.1 전처리

1) 산으로 세척한 200 mL 비이커에 이 품목 약 5.0 g을 정확히 달아 정제수 100 mL를 넣어 섞는다.

2) 후드에서 질산 5 mL를 첨가한다.

3) 용액이 끓지 않도록 하여 20 mL 이하가 될 때까지 가열한다.

4) 생성된 침전물을 여과지(5A)로 거른다.

5) 100 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고 내부 표준용액 (20 mg/L) 1.0 mL를 넣고 정제수를 가하여 100 mL로 하고 이를 시험용액으로 한다.

6.4.2 검정곡선의 작성

혼합표준용액 (납, 크롬, 니켈, 비소, 셀레늄, 안티몬 : 10 mg/L, 카드뮴 : 2 mg/L) 0 mL ~ 10 mL를 단계적으로 취하고 질산 5 mL 및 내부 표준용액 (20 mg/L) 1.0 mL를 넣고 정제수를 가하여 100 mL로 한다. 이하 6.4.3과 동일하게 측정하여 각 금속의 양에 대한 발광광도비의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

6.4.3 측정법

시험용액을 납 220.3 nm, 카드뮴 226.5 nm, 크롬 267.7 nm, 니켈 232.0 nm, 비소 193.7 nm, 셀레늄 196.0 nm, 안티몬 206.8 nm 및 이트륨 224.3 nm, 371.0 nm에서 스펙트럼선 강도를 측정하여 이트륨에 대한 크롬과 니켈의 발광강도비를 구한다.

6.5 계산

6.4.2의 검정곡선을 이용하여 구한 금속의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 시료 중 금속의 농도를 계산한다.

$$\text{시료 중 금속의 농도 (mg/kg)} = \frac{C_1 \times V}{S}$$

여기서 C_1 : 검정곡선에서 얻어진 시료의 금속 농도 (mg/L)

V : 시험용액의 부피 (여기서는 100 mL)

S : 사용한 시료의 무게 (g)

7.0 수은

7.1 개요

시료에 염산을 가하여 전처리한 시료 용액에 이염화주석을 넣어 금속 수은으로 환원시킨 다음 이 용액에 통기하여 발생하는 수은 증기를 253.7

nm의 파장에서 원자흡수분광광도법에 따라 정량하는 방법이다.

7.2 시약 및 표준용액

7.2.1 염산

7.2.2 질산

7.2.3 염화제일주석 용액

염화제일주석·2수화물 (tin dichloride dihydrate, $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 10.0 g을 염산 30 mL에 녹이고 100 mL 부피플라스크로 옮겨 정제수로 표선까지 채운다. 이 용액은 사용하는 당일에 준비한다. 사용하는 냉증기 발생장치의 매뉴얼에 따라 농도를 다르게 할 수 있다.

7.2.4 수은 표준원액 (100 mg/L)

1 L 부피플라스크에 염화수은 (mercury chloride, HgCl_2) 0.1354 g을 취해 정제수로 녹이고 질산 10 mL를 넣은 후 정제수를 표선까지 채워 만들거나 시판용 표준용액을 사용한다.

7.2.5 수은 표준용액 (0.1 mg/L)

수은 표준원액 (100 mg/L) 1 mL와 질산 3 mL를 1 L 부피플라스크에 넣고 정제수로 표선까지 채워 조제한다.

7.3 기구 및 장치

7.3.1 원자흡수분광광도계

7.3.2 광원램프

수은 속빈음극램프

7.3.3 냉증기 발생장치

7.3.4 가스

99.99 %의 순도를 갖는 아르곤 또는 질소를 운반 가스로 이용한다.

7.3.5 가열판

7.4 분석절차

7.4.1 전처리

- 1) 산으로 세척한 200 mL 비이커에 이 품목 약 1.0 g을 정확히 달아 정제수 100 mL를 넣어 섞는다.
- 2) 후드에서 염산 10 mL를 첨가한다.
- 3) 용액이 끓지 않도록 하여 20 mL 이하가 될 때까지 가열한다.
- 4) 생성된 침전물을 여과지로 거른다.
- 5) 100 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고 정제수를 가하여 100 mL로 하고 이를 시험용액으로 한다.

7.4.2 검정곡선의 작성

수은 표준용액 (0.1 mg/L) 0 mL ~ 10 mL를 단계적으로 취하고 염산 10 mL와 정제수를 가하여 100 mL로 한다. 이하 7.4.3과 동일하게 측정하여

수은의 양에 대한 흡광도와와의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

7.4.3 측정법

원자흡수분광광도계에 설치된 냉증기 발생장치로 바탕시료용액과 시험용액을 염화제일주석용액과 반응시켜 수은 증기를 발생시킨 후 규사 셀로 주입하여 253.7 nm에서 흡광도를 측정한다. 냉증기 발생장치의 운영은 사용 장비의 매뉴얼에 따른다.

7.5 계산

7.4.2의 검정곡선을 이용하여 구한 수은의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 시료 중 수은의 농도를 계산한다.

$$\text{시료 중 수은의 농도 (mg/kg)} = \frac{C_1 \times V}{S}$$

여기서 C_1 : 검정곡선에서 얻어진 시료의 수은 농도 (mg/L)

V : 시험용액의 부피 (여기서는 100 mL)

S : 사용한 시료의 무게 (g)

제3장 . 일반시험법

1. 확인시험법

1.1 알루미늄염

1.1.1 알루미늄염의 용액(1→20)에 염화암모늄용액(10.5→100) 및 암모니아용액을 넣으면 백색의 겔상 침전이 생기며, 과잉의 암모니아용액을 추가하여도 침전은 녹지 아니한다.

1.1.2 알루미늄염의 용액(1→20)에 수산화나트륨용액(4.3→100)을 넣으면 백색의 겔상 침전이 생기며 과잉의 수산화나트륨용액(4.3→100)을 추가하면 침전은 녹는다.

1.1.3 알루미늄염의 용액에 약간의 침전이 생길 때까지 암모니아용액을 넣고, 알리자린 S용액(1→1,000) 5방울을 추가하면 침전의 색은 적색으로 변한다.

1.2 염화물

1.2.1 염화물의 용액(1→20)에 황산 및 과망간산칼륨을 넣어 가열하면 염소냄새가 나는 가스를 발생하고, 이 가스는 물에 적신 요오드 칼륨 전분지를 청색으로 변화시킨다.

1.2.2 염화물의 용액에 질산은용액(1→50)을 넣으면 백색의 침전이 생기고 그 일부에 묽은 질산(10.5→100)을 추가하여도 침전은 녹지 아니하나, 다른 일부에 과잉의 암모니아용액을 추가하면 녹는다.

1.3 칼슘염

1.3.1 칼슘염의 염산산성용액에 수산암모늄용액(3.5→100)을 가하면 백색의 침전이 생긴다. 침전을 분리하고, 이에 묽은 초산(3→50)을 넣어도 녹지 아니하나, 묽은 염산(23.6→100)을 추가하면 녹는다.

1.3.2 칼슘염은 염색반응시험^{주1)}을 하면 적색을 나타낸다.

1.4 황산염

1.4.1 황산염의 용액에 염화바륨용액(12→100)을 넣으면 백색의 침전이 생기고, 염산 또는 묽은

질산(10.5→100)을 추가하여도 침전은 녹지 않는다.

1.4.2 황산염의 중성용액에 초산납용액(초산납 11.8g을 물에 녹여 100mL로 하고, 초산 2방울을 넣는다. 마개를 하여 보존한다)을 추가하면 침전은 녹는다.

1.4.3 황색염의 용액에 같은 량의 묽은 염산(1:3)을 넣으면 백탁이 생기지 아니한다 (싸이오황산염과의 구별). 또한 이산화유황의 냄새를 발생하지 아니한다(아황산염과의 구별).

1.5 나트륨염

1.5.1 나트륨염의 중성-약알칼리성용액(1→20)에 피로안티몬산칼륨용액을 넣으면 백색의 결정성 침전이 생긴다(유리막대로 시험관의 내벽을 긁으면 침전의 생성이 빨라진다).

1.5.2 나트륨염은 염색반응시험^{주2)}을 하면 황색으로 나타낸다.

1.6 제이구리염

1.6.1 제이구리염의 염산산성용액에 잘 닦은 철판을 담가 방치하면 그 표면에 적색의 금속이 석출된다.

1.6.2 제이구리염의 용액에 소량의 암모니아용액을 넣으면 옅은 청색의 침전이 생기고, 암모니아용액을 추가하면 침전은 녹고 액은 진한 청색을 나타낸다.

1.6.3 제이구리염의 용액에 페로시안화칼륨용액을 넣으면 적갈색의 침전이 생기고, 그 일부에 묽은 초산을 추가하여도 침전은 녹지 않으나, 다른 일부에 암모니아용액을 추가하면 녹고, 액은 진한 청색을 나타낸다.

1.6.4 제이구리염의 용액에 황화나트륨용액을 넣으면 흑색의 침전이 생긴다. 이 침전을 분리하고 그 일부에 묽은 염산, 묽은 황산 또는 수산화나트륨용액을 넣어도 녹지 않으나 다른 일부에 뜨거운 묽은 질산 또는 시안화칼륨용액을 넣으면 녹는다.

1.7 구연산염

1.7.1 구연산염 2~3mg에 피리딘·무수초산혼합액(3:1)을 넣을 때 적홍색을 나타낸다.

1.7.2 구연산염의 황산산성용액(1→20)에 그 약 1/3 용량의 과망간산 칼륨용액을 넣어 용액의 색이 없어질 때까지 가열한 다음 브롬용액을 넣으면 백색의 침전이 생성된다.

1.8 철염

1.8.1 이 품목의 약산성 용액에 페로시아나화칼륨용액을 넣으면 청색의 침전이 생기고 이에 묽은 염산을 추가하여도 침전은 녹지 아니한다.

1.8.2 이 품목의 수용액에 수산화나트륨용액을 넣으면 적갈색의 겔상 침전이 생긴다. 이에 황화나트륨용액을 추가하면 흑색의 침전이 생기고 침전을 따로 취하여 묽은 염산을 추가하면 침전은 녹으며 액은 백색으로 혼탁한다.

주2) 염색반응시험

염색반응의 시험에 쓰이는 백금선은 지름 약 0.8mm의 것으로서, 끝은 직선 그대로 사용한다. 검체가 고체일 때에는 염산 소량을 넣어 죽 모양으로 하고, 그 소량의 백금선의 끝 약 5mm의 부분에 묻혀 즉시 거의 수평으로 유지하면서 무색 불꽃 중에 넣어 시험한다. 검체가 액체일 때는 백금선의 끝을 검체 중에 약 5mm 넣었다가 천천히 꺼내어 고체의 경우와 같이 시험한다. 또한 나트륨염중의 칼륨을 시험할 때에는 코발트유리를 써서 관찰한다. 염색반응이 지속한다 함은 그 반응이 약 4초간 지속함을 말한다.

제4장 . 용액, 용량분석용 표준용액 및 표준용액

따로 규정이 없는 한 시험에 쓰는 용액·표준용액은 다음의 규격에 맞는 것을 쓴다.

1.0 용액

네슬러용액 : 요오드화제이수은(적색) 35g을 물 50~70mL에 녹이고, 요오드칼륨 25g을 넣어 녹인 다음, 따로 수산화나트륨 200g을 물 약 800mL에 녹여 10℃이하로 식힌 액을 서서히 넣어주고 물을 넣어 1L로 한 후 차광한 용기에 보존한다. 이 액은 상층액을 사용한다.

DDTC은피리딘용액 : 디에틸디싸이오카바민산은 1g을 피리딘 200mL에 녹인다. 차광해서 냉암소에 보존한다. 만든 후 3개월 이내에 사용한다.

디페닐아민설폰산바륨용액 : 디페닐아민설폰산바륨 0.32g을 물에 녹여 100mL로 한다.

디페닐카르바지드용액 : 디페닐카르바지드 0.1g을 에탄올 50mL에 녹이고 물을 넣어 100mL로 한다. 1주일 이내에 사용한다.

메틸렌블루용액 : 메틸렌블루 0.1g을 물에 녹여 1L로 한다. 이 용액 30mL를 1L부피플라스크에 취하고 물 500mL, 황산 6.8mL, 인산2수소나트륨(2수화물) 50g을 넣어 녹이고 물로 1L로 한다

메틸렌블루용액(A) : 메틸렌블루 1.2g(건조중량으로 환산하여)을 인산완충용액에 녹여 1L로 한다.

○ 건조중량 환산방법 : 메틸렌블루는 건조하면 성상이 변화되므로 미리 이 시약 1g을 100~110℃에서 4시간 건조하여 건조감량을 구하고 이 수치를 이용해서 건조하지 않은 메틸렌블루의 양을 건조중량으로 환산한다.

메틸렌블루용액(B) : 메틸렌블루용액(A) 10mL에 물을 넣어 500mL로 하고 이 용액 5mL에 인산완충용액을 넣어 500mL로 한다.

메틸레드혼합지시용액 : 메틸레드 0.02g 및 브롬크레솔그린 0.1g을 에탄올(95v/v%)에 녹여 100mL로 한다.

몰리브덴산암모늄용액 : 몰리브덴산암모늄(4수염) 21.2g에 물 150mL를 넣어 가온하여 녹인 다음 10% 암모니아수를 넣어 pH가 7~8이 되게 한다. 식힌 후에 물을 넣어 전량이 200mL로

한 후 여과하여 폴리 에틸렌병에 보관한다.

몰리브덴산암모늄용액(방청제시험용) : 몰리브덴산암모늄(4수염) 9.6g을 물에 녹여 1L로 한다.

무탄산정제수 : 물을 끓여 탄산가스와 기타의 휘발성물질을 제거한 다음 공기 중에서 탄산가스를 흡수하지 않도록 상온으로 식힌다.

붉은 염산 : 염산 23.6mL에 물을 넣어 100mL로 한다.

붉은 황산 : 황산 5.7mL를 물 20mL에 천천히 넣고 식힌 다음 물을 넣어 100mL로 한다.

바나딘산몰리브덴산용액 : 바나딘산암모늄 1.12g을 온탕 약 300mL에 녹이고 질산 250mL를 넣고 이에 몰리브덴산암모늄 분말 27g을 온탕 약 400mL에 녹인 액을 섞고 식힌 다음 물을 넣어 1L로 한다. 착색한 병에 넣어 보존하고 3~4일 경과한 후에 쓴다.

벤지딘용액 : 벤지딘 0.1g에 초산 25mL 및 물을 넣어 100mL로 한다.

불화칼륨용액 : 불화칼륨 100g을 끓는 물 200mL에 녹인 다음 페놀프탈레인용액 0.2mL를 넣고 0.05N 수산화나트륨용액 또는 0.05N 황산으로 엷은 홍색이 나타날 때까지 적정한다.

브롬산칼륨·브롬칼륨용액 : 브롬산칼륨 2.78g과 브롬칼륨 10g을 물에 녹여 1L로 한다.

브롬티몰블루용액 : 브롬티몰블루 0.1g을 묽은 에탄올(50v/v%) 100mL에 녹이고 필요시에는 여과한다.

Cu-PAN지시약 : 1-(2-피리딜아조)-2-나프톨과 에틸렌디아민 테트라 초산디나트륨구리(4수염)을 1 : 11.1의 비율로 혼합한 것 1g을 에탄올에 녹여 100mL로 한다. 상층액을 쓴다.

아미노안티피린용액 : 4-아미노안티피린 2g을 취하여 소량의 물로 표면을 씻은 후 물에 녹여 100mL로 한다.

아스코르빈산용액 : L-아스코르빈산 10g을 물에 녹여 100mL로 하며, 사용할 때 만든다.

아연분말정제 : 무비소아연 분말 50g에 바인더(접착제) 5g을 배합하고 물 7mL를 넣어 갠 다음 정제 성형기에 가득 채우고 80℃에서 10분간 건조한 정제(1개가 약 0.5g정도)를 사용하거나 무비소아연 분말 1g을 오브라이트지에 쌓아 사용한다.

아황산나트륨용액 : 아황산나트륨 170g을 물에 녹인 후 전량을 1L로 한 후 밀봉하여 보관한다. 제조 후 2개월 이내에 사용한다.

염산히드록실아민용액 : 염산히드록실아민 20g을 물에 녹여 100mL로 한 다음 분별깔때기에 옮기고 0.01% 디티존사염화탄소용액 10mL를 넣어 흔들어 준 다음 분리된 사염화탄소층을

버린다. 이 조작을 디티존용액의 색이 그 고유의 녹색을 유지할 때까지 반복한다.

염화바륨용액 : 염화바륨(2수염) 10g을 물로 녹여 100mL로 한다.

염화제일주석용액 : 무비소염화제일주석(2수염) 40g을 염산 100mL에 녹이며, 사용할 때에 만든다.

요오드산칼륨전분지 : 요오드산칼륨액(1→2)에 새로 만든 같은 양의 전분용액을 혼합하여 여지를 담근 후 건조하여 만든다. 유리마개병에 넣고 광선 및 습기를 피하여 보존한다.

요오드칼륨용액 : 요오드칼륨 15g을 물에 녹여 100mL로 하며, 사용할 때에 만든다.

인산염완충용액(pH 7.0) : 인산이수소칼륨 25.4g 및 인산일수소나트륨 34.1g을 물에 녹여 800mL로 하고 pH를 7.0으로 조정하여 다음 물을 넣어 1L로 한다.

인산완충용액(폐늘시험용) : 인산1수소칼륨 104.5g과 인산2수소칼륨 72.3g을 물에 녹여 1L로 한다.

전분용액 : 전분 1g을 찬물 10mL와 잘 섞고 끓는 물 200mL중에 저어 섞으면서 천천히 넣어 액이 반투명하게 될 때까지 끓이고 식힌 다음 상층액을 쓴다. 사용할 때 만든다.

주석산안티몬칼륨용액 : 주석산안티몬칼륨 0.667 g을 물에 녹여 250 mL로 한다.

주석산칼륨나트륨용액 : 주석산칼륨나트륨 100 g을 물 200 mL에 녹인 다음 유리여과기(3G4)로 여과하고 네슬러용액 10 mL를 넣어준다. 이 용액은 갈색병에 보관하고 상층액을 사용한다.

초산나트륨완충용액 : 초산나트륨(3수염) 272 g을 물에 녹여 1L로 한다.

초산납용액 : 초산납(3수염) 10 g에 묽은 초산(1:2) 1방울을 넣고 물에 녹여 100 mL로 하고 밀전하여 보존한다.

초산암모늄용액 : 초산암모늄 77.08 g을 물에 녹여 1 L로 한다.

초산·초산나트륨완충용액 : 초산나트륨(3수염) 450 g을 물 400 mL에 녹인 다음 초산 240 mL를 넣어 1 L로 한다.

초산·초산암모늄완충용액 : 초산암모늄 15.42 g을 물 약 500 mL에 녹이고 이에 초산 35 mL를 넣고 물을 넣어 1 L로 한다. 이 용액의 pH는 약 4.2 이다.

크롬산칼륨용액 : 크롬산칼륨 5 g을 소량의 물에 녹인 다음 약한 적갈색의 침전이 생길 때까지 5% 질산은용액을 넣고 여과한 다음 여액에 물을 넣어 100 mL로 한다.

톨루이딘블루용액 : 톨루이딘블루 0.1 g을 물에 녹여 100 mL로 한다.

o-페난트로린용액 : o-페난트로린 0.5 g을 에탄올 50 mL에 녹이고 물을 넣어 100 mL로 한다.

페놀프탈레인용액 : 페놀프탈레인 0.5 g을 에탄올(95v/v%) 90 mL에 녹이고 물을 넣어 100 mL로 한 후 이 용액이 홍색을 나타낼 때까지 수산화나트륨용액(0.1w/v%)을 넣는다.

페로시아나화칼륨용액 : 페로시아나화칼륨 1 g을 물 100 mL에 녹인다. 쓸 때 만든다.

페리시아나화칼륨용액 : 페리시아나화칼륨의 큰 결정 약 2 g을 취하여 소량의 물로 표면을 씻은 후 물에 녹여 100 mL로 한다. 불순물이 있는 경우에는 여과하며, 사용할 때에 만든다.

피로안티몬산수소칼륨용액 : 피로안티몬산칼륨 2 g에 물 100 mL를 가하여 약 5분간 끓인 다음 즉시 식히고 15% 수산화칼륨용액 10 mL를 가하여 24시간 방치한 다음 여과한다.

황산나트륨용액 : 황산나트륨 2 g을 물로 녹여 100 mL로 한다.

황산수소칼륨용액 : 황산수소칼륨 20 g을 물에 녹여 100 mL로 한다.

황산·인산혼합용액 : 황산 150 mL와 85% 인산 150 mL를 취하여 물로 1L로 한다.

황화나트륨용액 : 황화나트륨 5 g을 물 10 mL 및 글리세린 30 mL의 혼합용액에 녹인다. 차광한 작은 병에 가득 채우고 마개를 하여 보존한다. 3개월 이내에 사용한다.

2.0 용량분석용 표준용액

0.005 N 메틸글리콜치토산 용액 : 메틸글리콜치토산 3g을 약 60 °C의 물 200 mL에 녹이고 불용성물질을 여지 3종으로 여과한 다음 물을 넣어 1 L로 한다.

0.5 N 수산화나트륨용액 : 수산화나트륨 약 22 g을 물 약 950 mL에 녹이고 이에 새로 만든 수산화바륨 포화용액을 침전이 더 생기지 아니할 때까지 넣어 액을 잘 흔들어 섞은 다음 마개를 하여 하룻밤 방치한다. 상층액을 기울여 취하거나 액을 여과하여 다음 방법으로 표정한다.

0.5 N 수산화나트륨용액 표정: 프탈산수소칼륨(표준시약)을 분말로 하여 100 °C에서 3시간 건조하고 약 2.5 g을 정밀히 달아 새로 끓여서 식힌 물 75 mL에 녹이고 0.5N 수산화나트륨용액으로 적정한다.(지시약 : 페놀프탈레인용액 2방울)

0.05 N 수산화나트륨용액 : 0.5 N 수산화나트륨용액을 취하여 새로 끓여서 식힌 정제수로 10 배 희석한다.

0.02 M 아연용액 : 아연(표준시약) 1.308 g을 정밀히 달아 100 mL 비커에 넣고 소량의 물과 염산 6~7 mL를 넣고 가온하여 용해한다. 이것을 수욕상에서 거의 건고할 때까지 농축하고 식힌 다음 물을 넣어 1 L로 한다. 이 액 1 mL는 산화알루미늄(Al_2O_3) 1.02 mg에 해당한다.

0.1 N 염산 : 염산 9.5mL를 물로 희석하여 1L로 한다.

0.1 N 염산 표정 : 미리 약 270 °C에서 1시간 건조한 탄산나트륨(표준시약) 약 0.10 g을 정밀히 달아 물 100 mL에 녹이고 메틸레드 혼합 지시약 수 방울을 넣은 다음 위의 0.1 N 염산으로 적정한다.

$$F = \frac{\text{탄산나트륨의 양(mg)}}{0.1N \text{ 염산의 소비량(mL)} \times 4.0}$$

0.1 N 요오드용액 : 요오드화칼륨 25 g을 물 30 mL에 녹이고 요오드 약 13 g을 가하여 녹이고 물로 1 L를 만든다. 이 용액은 온도 약 10 °C의 암소에 보관하고 사용할 때마다 다음과 같이 표정한다.

0.1 N 요오드용액 표정 : 이 용액 20 mL를 취하고 삼각플라스크 200 mL에 옮겨 넣고 0.1 N 티오황산나트륨 용액으로 적정한다. 액의 색이 갈색에서 담황색으로 변하면, 전분 용액 1 mL를 가하여 다시 적정을 계속한다. 액의 청색이 사라지면 종점으로 한다.(a)

$$f = \frac{a \times f'}{25}$$

여기서, f' : 0.1 N 싸이오황산나트륨용액의 규정도계수

0.1 N 중크롬산칼륨용액 : 중크롬산칼륨 4.902g을 정밀히 달아 물에 녹여 1L로 한다.

0.1 N 질산은용액 : 질산은 17g을 물에 녹여 1L로 한다.

표정 : 미리 500~650°C로 40~50분간 건조시키고 데시케이터에서 식힌 염화나트륨(표준시약) 0.10g을 정밀히 달아 백색 사기접시에 넣고 크롬산칼륨용액 0.2mL를 넣고 0.1N 질산은용액으로 적정한다.

0.1 N 티오황산나트륨용액 : 티오황산나트륨(5수염) 26 g과 탄산나트륨(무수) 0.2 g을 탄산이 없는 물에 녹여 1 L로 하고 이소아밀알콜 약 10 mL를 넣어 잘 흔들어 섞고 2일간 둔다.

표정 : 요오드산칼륨(120~140 °C에서 2시간 건조하고, 데시케이터 에서 식힌 것) 약 80 mg을 정밀히 달아 마개 있는 삼각플라스크에 넣고, 물 약 25 mL, 요오드칼륨 2 g, 묽은 황산(1+5) 5mL를 넣어 곧 마개를 막고, 조용히 흔들어 섞은 후 어두운 곳에서 5분간 가만히 둔다. 다시 물 100mL를 넣고 0.1 N 티오황산나트륨용액으로 적정하여, 액의 황색이 없어질 때에 전분용액 2~3mL를 지시약으로 넣은 후 액의 청색이 없어질 때까지 다시 적정을 계속하고 여기에 소비된 0.1 N 티오황산나트륨용액의 소비량(a(mL))을 구하여 다음 식에 따라 0.1 N 티오황산나트륨용액의 규정도계수를 구한다. 따로 같은 방법으로 바탕시험을 한다(b(mL)).

$$f = \frac{\text{요오드산칼륨의 양(mg)}}{(a-b) \times 3.567}$$

0.01 N 황산제2세륨용액 : 정제수 500 mL에 저어주면서 황산 30 mL를 넣는다. 이어서 황산제2세륨 42 g을 넣어 녹이고 정제수를 넣어 1 L로 하고 아래와 같이 표정한다. 이어서 이 용액 100 mL를 취하여 정확히 10배 희석한다.

표정 : 깨끗하고 마른 철(선상) 0.17~0.2 g을 정밀히 달아 300 mL 플라스크에 넣고 묽은 황산 50 mL를 넣어 분젠밸브를 달고 수욕상에서 가열하여 철을 녹인다. 식힌 다음 새로 끓여서 식힌 물 30 mL 및 지시약으로 o-페난트로린용액 2방울을 넣고 0.1N 황산제이세륨용액 으로 액의 적색이 옅은 청색으로 변할 때까지 적정한다.

$$\text{규정도계수} = \frac{\text{철의 채취량(g)} \times 1,000 \times 10}{0.1 \text{ N 황산제이세륨용액의 소비량(mL)} \times 55.85}$$

- 분젠밸브 : 지름 약 5 mm의 짧은 유리관을 코르크마개에 끼우고 이 유리관 길이 약 5cm의 고무관을 끼우고 고무관의 중앙을 세로로 길이 약 5mm로 쥘다. 다른 한 쪽은 짧은 유리막대로 막는다.

3.0 표준용액

무수인산표준용액 : 제일인산칼륨을 데시케이터(황산)내에서 24시간이상 건조한 다음 1.917 g을 취하여 소량의 물에 녹인 다음 6 N 질산 3 mL 및 물을 넣어 1 L로 한다. 이 용액 100 mL에 물을 넣어 1 L로 한다. 이 용액 1 mL는 무수인산(P₂O₅) 0.1 mg을 함유한다.

비소표준용액 : 삼산화비소(표준시약)를 미세한 분말로 하여 105~110 °C에서 3~4시간 건조한 다음 데시케이터(황산)내에서 식힌 다음 0.132 g을 20 % 수산화나트륨용액 5 mL를 넣어 녹이고 물을 넣어 약 400 mL로 한 다음 묽은 황산(1:19)으로 중화하고 물을 넣어 1 L로 하여

비소표준원액으로 한다. 비소표준원액 10 mL에 묽은 황산(1:19) 10 mL를 넣고, 물을 넣어 1 L로 한다. 이 용액 1 mL는 비소(As) 0.001 mg을 함유하며, 이를 비소표준 용액으로 하여 마개달린 병에 보존한다. 사용할 때 원액으로부터 새로 만든다.

셀레늄 표준용액 : 이산화셀레늄(SeO_2) 1.405 g을 물에 녹여 1 L로 한다. 이 용액 10 mL에 물을 넣어 1 L로 한다. 다시 이 용액 10 mL를 취하여 1 L로 한다. 이 용액 1 mL는 셀레늄 0.0001 mL를 함유한다.

암모니아성질소 표준용액 : 염화암모늄 0.382 g을 정밀히 달아 물을 넣어 1 L로 하고 이 액 50 mL를 취하여 물을 넣어 1 L로 한다. 이 용액 1 mL는 암모니아성질소($\text{NH}_3\text{-N}$) 0.005 mg을 함유한다.

ABS 표준용액 : n-도데실벤젠설포산나트륨 1.000 g(순도 100%로 환산하여 계산함)을 물에 녹여 1 L로 한 후 찬 곳에 보존한다 이 용액을 물로 100배 희석하여 찬 곳에 보존하고 만든 후 1주일 내에 사용한다. 이 용액 1mL는 도데실벤젠설포산나트륨 0.01 mg을 함유한다.

이산화규소 표준용액 : 시판되고있는 규소표준용액(1 mg/mL)을 이산화규소로 환산하여 사용하거나 다음과 같이 만든다. 이산화규소 0.2 g과 탄산나트륨 3 g을 백금도가니에 넣고, 용융시킨 후 물에 녹이고 여과한 뒤, 여액에 물을 넣어 약 200 mL로 한 것을 원액으로 하여 폴리에틸렌병에 보관한다. 원액 20 mL를 취하여 다음의 중량법을 이용하여 정량하여 이 원액 1 mL 중의 이산화규소의 함량 S(%)를 구한다. 계속하여 원액 1000/S mL를 취하여 물을 가하여 전량 1 L가 되게 한 후 폴리에틸렌병에 보관한다. 이 용액 1 mL는 이산화규소(SiO_2) 0.1 mg을 함유한다.

이산화규소의 함량 : 원액 20 mL를 백금접시에 취하고 염산을 넣어 산성으로 한 다음 수욕상에서 증발 건조하고 계속하여 120 °C에서 약 1시간 건조한다. 식힌 후 염산으로 충분히 적시어 다시 수욕상에서 증발 건조하고 잔류물에 염산을 넣어 가온하고, 물로 씻은 시계접시로 뚜껑을 덮은 뒤 잠시 끓인다. 상층액을 기울여서 여지위에 붓고, 계속하여 침전물을 뜨거운 물을 이용하여 여지위에 붓는다. 침전물을 세척한 여액이 염소이온(Cl^-)의 반응이 없을 때까지 뜨거운 물로 잘 세척한다. (여액 한 방울에 5% 질산은(AgNO_3)용액으로 염소이온을 확인한다) 만일 시료 중에 황산과 칼슘이 다량 함유되어 있을 경우에는 규산과 함께 황산칼슘이 석출되는 경우가 있으므로, 이 경우에는 백금접시내의 불용성물질을 즉시 여지위에 붓지 않고, 상층액을 기울여서 여지위에 붓고 난 뒤, 백금접시에 염산을 함유한 뜨거운 물을 넣는다. 이어서 이것을 수욕상에서 가온하면서 유리막대로 저어주고 정치한 뒤 따뜻한 상태에서 상층액을 앞의 여지위에 붓는다. 위의 조작을 반복하여 황산칼슘을 완전히 제거한 후 침전물을 뜨거운 물을 이용하여 앞의 여지위에 모으고, 침전물을 앞과 동일한 방법으로 뜨거운 물로 잘 씻는다. 침전물을 여지와 함께 105°C에서 건조한 후, 백금도가니에

넣고 처음에는 저온에서 여지를 회화한 후, 계속하여 1200℃로 강열하고 데시케이터 안에서 식힌 후 칭량하여 잔류물의 양(a(mg))을 구한다. 계속하여 잔류물에 황산 2방울과 불화수소 10mL를 넣은 뒤 증발 건조하고 다시 1200℃로 강열하고 데시케이터 안에서 식힌 후 칭량하여 그 잔류물의 양(b(mg))을 구한다. 별도로 앞에서 사용한 황산과 불화수소를 같은 양 백금도가니에 취하여 증발 건조하고 다시 1200℃로 강열하고, 데시케이터 안에서 식힌 후 칭량하여 그 잔류물의 양(c(mg))을 구한다. 다음 식에 따라 이산화규소(SiO₂)의 양을 산정한다.

$$\text{이산화규소의 함량 (\%)} = \frac{(a - b + c)}{20(\text{mg})} \times 100$$

인 표준용액 : 110 ℃에서 건조한 제1인산칼륨 439 mg을 물에 녹여 100 mL로 한다. 이 용액 5 mL를 취하여 100배 희석한다. 이 용액 1 mL는 인 10 µg을 함유한다.

페놀 표준용액 : 페놀 1g을 물에 녹여 1L로 하여 페놀표준원액으로 한다. 페놀표준원액은 만들 때 마다 다음 방법에 따라 이 용액에 함유된 페놀의 농도를 측정한다. 10mg에 상당하는 페놀이 함유된 페놀표준원액을 취하여 물을 넣어 1L로 하며 쓸 때에 만든다 이 용액 1mL는 페놀 0.01 mg을 함유한다.

페놀의 농도 : 이 용액 50 mL를 마개달린 삼각플라스크에 넣고, 물 약 100 mL를 넣은 후 브롬산칼륨·브롬칼륨용액 50 mL와 염산 5 mL를 넣어 백색 침전을 생성시킨다. 마개를 막아 조용히 흔들어 10분간 둔 다음 요오드칼륨 1 g을 넣고 0.1 N 티오황산나트륨용액으로 적정하여 액의 황색이 없어질 때에 전분용액 2~3mL를 지시약으로 넣은 후 액의 청색이 없어질 때까지 다시 적정하여 0.1N 티오황산나트륨용액의 소비량(a(mL))을 구한다. 따로 증류수 100 mL에 브롬산칼륨·브롬 칼륨용액 25mL를 넣은 용액에 대하여 같은 방법으로 시험하여 0.1N 티오황산나트륨용액의 소비량(b(mL))을 구하여, 다음 식에 따라 이 용액 중 함유된 페놀의 양(mg/mL)을 산출한다.

$$\text{페놀(mg/mL)} = \frac{2b - a}{50} \times f \times 1.569$$

f : 0.1 N 티오황산나트륨용액의 규정도계수

제2편 표시기준

1.0 표시대상

1.1 먹는물관리법 제21조제2항의 규정에 의하여 수처리제 제조업의 등록을 받고 제조한 수처리제

1.2 먹는물관리법 제26조제1항의 규정에 의하여 수입신고를 하고 판매하고자 하는 수처리제

2.0 표시사항 및 기준

2.1 일반사항

2.1.1 표시는 포장된 제품에 한하여 표시하여야 한다.

2.1.2 표시항목은 용기 또는 포장의 보기 쉬운 곳에 알아보기 쉽고 지워지지 아니하는 방법으로 표시하여야 한다. 다만 용기 또는 포장이 투시할 수 있는 것인 때에는 그 내부에 표시할 수 있다.

2.1.3 표시는 한글로 함을 원칙으로 하여야 하며 외국어 표시를 함께 하는 경우에는 한글보다 크게 할 수 없다. 다만, 수출품의 경우에는 그 수출 대상국의 공용어로 이를 표시할 수 있다.

2.1.4 용기 또는 포장을 다시 포장함으로써 본래의 용기 또는 포장의 표시가 투시되지 아니하는 때에는 다시 포장한 것에 대하여 이를 표시하여야 한다.

2.1.5 용기나 포장은 다른 제조업소의 표시가 있는 것은 사용하여서는 안 된다.

2.2 개별사항

2.2.1 업종명, 제품명

2.2.1.1 “수처리제” 및 세부업종명을 표시하여야 한다.

2.2.1.2 제품명은 등록된 명칭을 표시하여야 한다.

2.2.2 제조업소명, 소재지 및 전화번호

2.2.2.1 제조업소명, 소재지 및 전화번호를 표시하여야 한다.

2.2.2.2 제조업소명 외에 판매업소명을 병기하여 표시하고자 할 때에는 제조업소명과 같거나 작은 크기의 활자로 판매업소명 및 소재지를 표시하여야 한다.

2.2.3 제조 연월일

2.2.3.1 제품명 가까운 곳에 지워지지 아니하는 잉크 또는 각인을 사용하여 “○○년 ○○월 ○○일” 또는 “○○. ○○. ○○”로 표시하여야 한다.

2.2.3.2 자동포장기의 사용으로 인하여 제품명 가까운 곳에 표시하기가 곤란할 때에는 알아보기 쉬운 면에 표시하여야 한다.

2.2.4 등록번호

등록관청명 및 등록번호를 표시하여야 한다.

2.2.5 중량·용량 또는 수량

내용물에 대하여 중량·용량 또는 수량을 표시하여야 한다.

2.2.6 원재료명

원재료명과 사용용도를 표시하여야 한다.

2.2.7 보관상 주의사항

보관상 주의를 요하는 제품은 그 사항을 표시하여야 한다.

2.2.8 반품 또는 교환

변질·파손 등으로 반품 또는 교환이 요구되는 경우를 위하여 그 장소를 표시하여야 한다.

2.2.9 자가기준 및 규격표시

자가기준 및 규격의 검정을 받은 경우 그 검정기관명과 검정번호를 표시하여야 한다.

제3편 행정사항

1.0 재검토기한

환경부장관은 「훈령·예규 등의 발령 및 관리에 관한 규정」에 따라 이 고시에 대하여 2017년 7월 1일 기준으로 매 3년이 되는 시점(매 3년째의 6월 30일까지를 말한다)마다 그 타당성을 검토하여 개선 등의 조치를 하여야 한다.

수처리제의 기준과 규격 및 표시기준

부칙

2017

부 칙(1995. 5. 1)

제1조(시행일) 이 고시는 1995. 5. 1로부터 시행한다.

부 칙(1997. 2. 6)

이 고시는 고시한 날부터 시행한다.

부 칙(1998. 11. 12)

이 고시는 고시한 날부터 시행한다.

부 칙(1999. 11. 1)

이 고시는 고시한 날부터 시행한다.

부 칙(2002. 12. 9)

이 고시는 고시한 날부터 시행한다.

부 칙(2004. 6. 28)

이 고시는 고시한 날부터 시행한다.

부 칙(2007. 6. 4)

이 고시는 고시한 날부터 시행한다.

부 칙(2008. 5. 8)

이 고시는 고시한 날부터 시행한다.

부 칙(2009. 8. 27)

이 고시는 고시한 날부터 시행한다.

부 칙(2013. 12.)

이 고시는 고시한 날부터 시행한다. 다만 차아염소산나트륨 및 현장제조염소의 성분규격 기준에 대한 개정사항은 2015년 1월 1일부터 적용한다.

부 칙(2017. 6. 15)

이 고시는 발령한 날부터 시행한다.

부 칙(2017. 10. 23)

이 고시는 발령한 날부터 시행한다.