먹는물수질공정시험기준 ES 05302.2d

과망간산칼륨소비량-알칼리성법

2024

(Consumption of KMnO4-Alkali)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 염지하수의 과망간산칼륨 소비량을 측정하는 방법으로서, 시료를 알칼리성으로 조절한 후 일정한 부피의 과망간산칼륨용액을 넣고 끓인 다음 요오드칼륨 및 황산을 넣어 남아있는 과망간산칼륨을 적정하여 유리된 요오드의 양으로부터 과망간산칼륨소비량을 측정하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험기준은 염지하수 중 과망간산칼륨에 의해 산화되는 유기물질과 무기물질의 총량을 측정하는데 적용한다.

1.2.2 염지하수 중에 철(II)이온, 아질산이온, 황화수소 및 기타 환원성물질도 과망간산칼륨 소모량에 포함된다.

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

1.3 간섭물질

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

2.0 용어정의

2.1 과망간산칼륨소비량

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

3.0 분석기기 및 기구

3.1 적정용 뷰렛

일반 적정용 뷰렛을 사용한다.

3.2 자석교반기

자석을 이용하여 교반하는 장치로서 온도 조절이 함께 되는 것을 사용한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 황산 (2 + 1)

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

4.1.2 비등석

비등석은 과망간산칼륨을 소비하지 않는 것을 사용한다.

4.1.3 수산화나트륨용액 (10 %)

수산화나트륨 (sodium hydroxide, NaOH, 분자량 : 40.00) 10 g을 정제수에 녹여서 100 mL로 한다.

4.1.4 아자이드화나트륨용액 (4 %)

아자이드화나트륨 (sodium azide, NaN_3 분자량 : 65.01) 4 g을 정제수에 녹여서 100 mL로 한다.

4.1.5 요오드화칼륨용액 (10 %)

요오드화칼륨 (potassium iodide, KI, 분자량 : 166.00) 10 g을 정제수에 녹여서 100 mL로 한다.

4.1.6 전분 용액

전분 (starch) 1 g을 정제수 약 10 mL에 녹여서 열수 100 mL 중에 잘 교반하면서 약 1분간 끓인 후 방냉한다.

4.2 표준용액

4.2.1 과망간산칼륨용액 (0.002 M)

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

4.2.2 티오황산나트륨용액 (0.1 M)

4.2.2.1 티오황산나트륨 (sodium thiosulfate, $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$, 분자량 : 248.17) 24.817 g 및 무수탄산나트륨 0.2 g에 새로 끓여 식힌 물을 넣어 녹여 1 L로 한 후 갈색병에 보존한다. 이를 100 mL 정확히 취하여 새로 끓여 식힌 물을 넣어 정확히 1 000 mL로 한다.

4.2.2.2 농도계수 결정

4.2.2.2.1 요오드산칼륨(표준시약) (potassium iodide, KIO_3, 분자량 : 166.00)을 120 ℃ ~ 140 ℃에서 약 2 시간 건조한 다음 데시케이터 (실리카겔)에서 식혀 약 100 mg을 요오드병에 정확히 달아 정제수 25 mL를 넣어 녹이고 요오드화칼륨 2 g 및 10 % 염산용액 10 mL를 넣어 마개를 닫고 암소에 약 10 분간 방치한 다음 정제수 100 mL를 넣어 유리된 요오드를 조제된 티오황산나트륨용액으로 적정하여 농도계수 (f)를 계산한다.

4.2.2.2.2 적정의 종말점은 액의 종말점 부근에서 엷은 황색으로 되었을 때 전분용액 3 mL를 넣어 생긴 청색이 탈색될 때로 한다. 같은 방법으로 바탕시험을 하여 보정한다.

4.2.2.2.3 0.1 M 티오황산나트륨용액 1 mL = 3.5667 mg KIO_3

4.2.3 티오황산나트륨용액 (0.01 M)

4.2.3.1 0.1 M 티오황산나트륨용액 100 mL를 정확히 취하여 새로 끓여 식힌 물을 넣어 정확히 1 000 mL로 한다.

5.0 시료채취 및 관리

5.1 시료는 유리병 또는 폴리에틸렌병에 채취한다.

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

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

6.1 방법바탕시료의 측정

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

6.2 현장 이중시료의 측정

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

6.3 내부정도관리 주기 및 목표

6.3.1 방법바탕시료의 측정은 시료군 당 1 회를 실시하도록 한다.

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

7.0 분석절차

7.1 수개의 비등석을 넣은 삼각플라스크에 시료 50 mL를 넣고, 수산화나트륨용액 (10 %) 1 mL를 넣어 알칼리성으로 한다.

7.2 여기에 과망간산칼륨용액 (0.002 M) 10 mL를 넣어 10분간 끓인다.

7.3 10 % 요오드화칼륨용액 1 mL를 넣고 완전 방냉한다.

7.4 4 % 아자이드화나트륨 한 방울을 가하고 황산 (2 + 1) 5 mL를 넣는다.

7.5 유리된 요오드를 지시약으로 전분용액 2 mL를 넣고 0.01 M 티오황산나트륨용액으로 무색이 될 때까지 적정한다.

7.6 따로 시료량과 같은 양의 정제수를 사용하여 같은 조건으로 바탕시험을 행한다.

8.0 결과보고

8.1 계산

다음 식으로 시료 중의 과망간산칼륨소비량을 구한다.

$$과망간산칼륨소비량\ (mg/L) = (a-b)\times f\times\frac{1000}{50}\times 0.316 \qquad (식\ 2)$$

여기서, a : 바탕시험 적정에 소비된 0.01 M 티오황산나트륨용액 (mL)
b : 시료의 적정에 소비된 0.01 M 티오황산나트륨용액 (mL)
f : 4.2.2.2에서 구한 0.1 M 티오황산나트륨액의 농도계수

8.2 결과보고

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

9.0 참고자료

9.1 수질오염공정시험기준 ES 04415.2, “화학적 산소요구량-적정법-알칼리성과망간산칼륨법”, 국립환경과학원 (2017)

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

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