

비탁법에 의한 물시료에서 미량의 류산이온정량

박경순, 홍철

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《공기와 물을 비롯한 환경을 보호하기 위한 연구사업도 강화하여야 합니다.》

(《김정일선집》 증보판 제11권 42페이지)

물속에 존재하는 류산이온의 분석방법에는 질량분석법, 적정법, 비색법, 이온크로마토그래프법, 원자흡광법 등이 있다.[1-4] 그가운데서 현장조건에서의 미량류산이온분석에는 장치에 대한 요구성이 적고 간편하면서도 감도가 높은 비탁법이 리용된다.

우리는 다기능광전비색계를 리용하여 비탁법으로 물속에서 미량의 류산이온을 정량하기 위한 분석조건을 확립하고 바다물을 비롯한 물분석에 적용하였다.

실험 방법

기구로는 다기능광전비색계(《HI83200》), 분석천평을, 시약으로는 분석순의 1mol/L HCl용액, 2.5% BaCl₂용액, 글리세린용액(체적비 1 : 1)을 리용하였다. 1mg/mL 류산이온표준용액은 해당한 량의 류산암모니움(분석순)을 저울질하여 증류수에 푼것이다.

물시료에 안정제를 첨가하고 염화바리움을 작용시키면 류산바리움의 미세한 침전물이 생기면서 용액이 흐려지는데 다기능광전비색계에서는 류산이온표준용액으로 미리 교정하여 용액의 흡광도대신 용액의 농도(mg/L)가 직접 현시된다.

물시료용액을 일정한 량 취하여 산도조절제와 분산안정제를 넣고 침전제인 염화바리움용액을 적하하면서 잘 흔들어주어 반응시킨 다음 25mL들이 눈금플라스크의 눈금을 맞추고 방치하였다가 다기능광전비색계로 용액의 농도를 측정한다.

실험결과 및 해석

산도조절제와 분산안정제를 선택하기 위하여 예비실험으로 산도조절제로는 염산을, 분산안정제로는 글리세린이 적합하다는것을 확정하였다.

염산첨가량의 영향 1mg/mL 류산이온표준용액 2.0mL에 글리세린용액 10mL, 2.5% BaCl₂용액 2.0mL 첨가할 때 1mol/L HCl용액의 첨가량에 따르는 류산이온의 농도변화는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 HCl용액의 첨가량이 많아짐에 따라 류산이온의 농도는 급격히 증

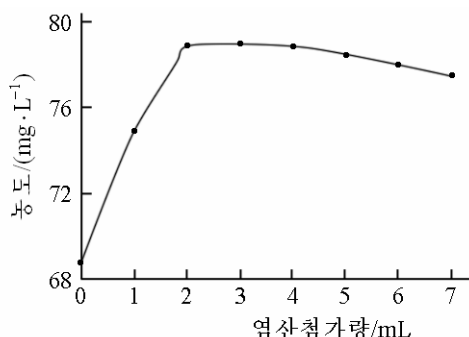


그림 1. 염산용액의 첨가량에 따르는 류산이온의 농도변화

가하다가 2.0~3.0mL에서 최대가 되며 그 이상에서는 약간 감소한다. 이것은 산도가 너무 높아지면 약전해질인 HSO_4^- 이 생기면서 침전물의 용해도가 커지기때문이다. 따라서 1mol/L HCl용액을 2.5mL 첨가하는것이 합리적이다.

글리세린첨가량의 영향 1mg/mL 류산이온표준용액 2.0mL에 1mol/L HCl용액 2.5mL, 2.5% BaCl_2 용액 2mL 첨가할 때 글리세린용액의 첨가량에 따르는 류산이온의 농도변화는 그림 2와 같다.

그림 2에서 보는바와 같이 글리세린용액의 첨가량이 많아짐에 따라 류산이온의 농도가 증가하다가 2mL이상에서는 변화가 거의 없다. 이것은 글리세린의 농도가 짙어짐에 따라 침전물의 겉면에 흡착되는 글리세린의 양이 많아지면서 침전물의 성장을 억제하고 침전물의 분산안정성을 좋게 하는것과 관련된다. 따라서 시료용액 2mL에 글리세린용액을 3mL정도 첨가하는것이 좋다.

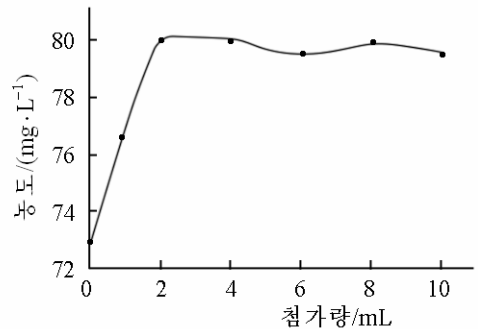


그림 2. 글리세린용액의 첨가량에 따르는 류산이온의 농도변화

염화바리움첨가량의 영향 1mg/mL 류산이온표준용액 2.0mL에 1mol/L HCl용액 2.5mL, 글리세린용액 3mL를 첨가할 때 2.5% BaCl_2 용액의 첨가량에 따르는 류산이온의 농도변화는 그림 3과 같다.

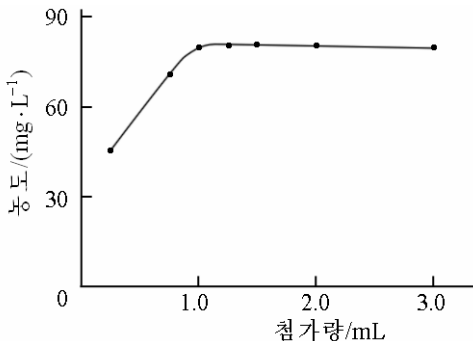


그림 3. BaCl_2 용액의 첨가량에 따르는 류산이온의 농도변화

그림 3에서 보는바와 같이 2.5% BaCl_2 용액의 첨가량이 많아짐에 따라 류산이온의 농도는 증가하다가 1.25mL이상에서는 일정해진다. 따라서 침전제의 첨가량은 1.25mL정도이면 충분하다.

방치시간의 영향 앞에서와 같은 조건에서 류산바리움을 침전시킨 다음 방치시간에 따르는 류산이온의 농도변화는 그림 4와 같다.

그림 4에서 보는바와 같이 방치시간 10min까지는 류산이온의 농도가 일정하지만 그 이후에는 서서히 감소한다. 즉 방치시간이 길어짐에 따라 분산평형이 파괴되면서 침전물이 침강되기 시작한다. 따라서 실험에서는 계의 분산안정성을 고려하여 류산이온의 농도를 10min동안에 측정하였다.

류산이온표준용액으로부터 얻은 류산이온의 검량선은 그림 5와 같다.

류산이온의 검량선은 류산이온농도가 0.014~0.800mg/mL일 때 선형성($y=39.39x+0.645$)을 만족시킨다. 류산이온의 검출한계와 정량한계는 각각 0.04, 0.12 $\mu\text{g/mL}$ 이며 공존이온들의 방해영향은 강물과 바다물의 농도범위에서 무시할수 있다.

대상물시료에서 류산이온의 농도를 측정할 결과는 표와 같다.

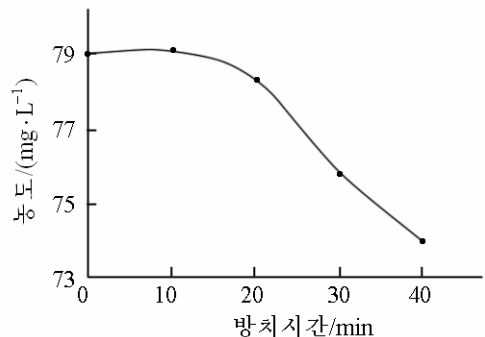


그림 4. 방치시간에 따르는 류산이온의 농도변화

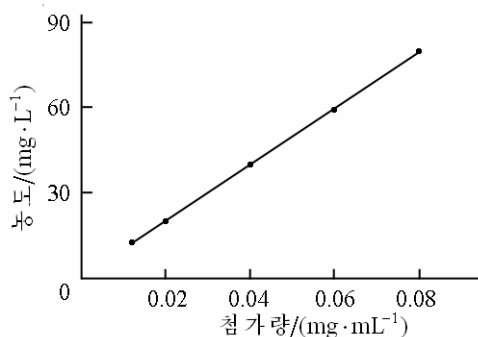


그림 5. 류산이온의 검량선

표. 바다물시료에서 류산이온의 농도분석결과

시료명	비탁법		침전법
	류산이온농도 /(mg·L ⁻¹)	상대표준편차 /%	
바다물시료-1	2 010	1.12	2 012
바다물시료-2	2 000	1.12	2 010
바다물시료-3	1 750	0.94	1 746
바다물시료-4	2 250	1.28	2 252
바다물시료-5	3 360	1.25	3 360

표에서 보는바와 같이 비탁법으로 정량한 류산이온의 농도는 침전법에서와 차이가 없다.

맺는말

물에서 미량의 류산이온을 정량하기 위한 비탁법을 확립하였다. 이 방법은 염산산성에서 글리세린을 분산안정제로 리용하며 감도가 높고 신속한것으로 하여 현장조건에 유리하다. 이 방법의 검출한계와 정량한계는 각각 0.04, 0.12 μ g/mL이다.

참고문헌

- [1] 서광송; 수질분석 및 물정화실험법, 고등교육출판사, 79, 1986.
- [2] 국규 3317-95.
- [3] 국규 11315-2005.
- [4] Eroupean Commission, SANCO/890/2000EN, 2000.

주체106(2017)년 3월 5일 원고접수

Nephelometric Method for Determination of Trace Sulphuric Ion in Water Sample

Pak Kyong Sun, Hong Chol

We established the method of the nephelometric analysis for determination of trace SO_4^{2-} in water. This method is high sensitive and rapid. The detection limit and determination limit of this method are 0.04, 0.12 μ g/mL respectively.

Key words: nephelometric analysis, sulphuric ion