

POP UV-VIS 분광광도계를 이용한 토양 속 육가크롬 (Cr(VI)) 정량 분석 - ES 07408.1b 디페닐카르바지드 발색법 적용 사례



개요

토양 중 6가 크롬(hexavalent chromium, Cr(VI))은 산업 활동과 관련하여 토양으로 유입될 수 있는 성분으로, 토양오염 여부를 판단하고 관리 수준을 평가하는 과정에서 분석 대상 물질로 활용된다. 이에 따라 토양 중 6가 크롬의 정량을 위한 표준화된 분석 방법이 제시되어 있다.

토양오염공정시험기준(ES 07408.1b)에서는 디페닐카르바지드(diphenylcarbazide, DPC) 발색 반응을 이용한 자외선/가시선 분광법을 6가 크롬의 정량 분석 방법으로 제시하고 있으며, 산성 조건에서 형성되는 Cr(VI)-DPC 착화합물의 흡광도를 측정하여 6가 크롬을 정량하도록 규정하고 있다.

본 어플리케이션 노트에서는 해당 시험기준에 제시된 분석 원리와 측정 조건을 참고하여, Cr(VI) 표준용액(0.0125-0.2003 mg/L)을 대상으로 검정곡선을 작성하고 POP UV-Vis 분광광도계를 이용해 흡광도 측정을 수행하였다. 검정곡선의 선형성(상관계수, R^2)과 응답인자(Response factor, RF)의 반복정밀도(%RSD)를 평가함으로써, 디페닐카르바지드 발색 반응을 이용한 6가 크롬의 흡광 기반 정량 분석에서 POP UV-Vis 분광광도계의 적용 가능성을 확인하고자 한다.

국내 분석장비 산업을 선도하는 케이랩 주식회사, 연구 및 제조까지 전 과정을 한 곳에서 책임지는 국내의 유일한 전문 연구·제조 기업입니다.

주소
(34014) 대전광역시 유성구 테크노 2로 94-23

홈페이지
www.klab.im

전화번호
(+82)042-932-7586

문의
marketing@klab.im



[그림 1]. POP UV-Vis 분광광도계 - 자외선/가시선 영역의 흡광도 측정을 지원하는 싱글빔(single-beam) 분광광도계로, 다양한 흡광 기반 정량 분석에 적용할 수 있다.

실험

시약 및 재료

- Potassium dichromate ($K_2Cr_2O_7$, Merck)
- sym-Diphenylcarbazide (1,5-diphenylcarbazide, 삼전순약)
- Sulfuric acid
- acetone
- Deionized water (DI water)

Cr(VI) 표준원액 및 표준용액 제조

Cr(VI) 표준원액은 potassium dichromate를 사용하여 제조하였다. 시약 0.2833 g을 칭량한 후, 증류수로 100 mL 정용하여 약 1001.54 mg/L의 표준원액을 준비하였다. 이를 단계적으로 희석하여 약 1.0015 mg/L의 표준용액을 제조하였다.

해당 표준용액을 이용하여 0.0125-0.2003 mg/L 범위의 표준용액(STD1-STD5)을 조제하였으며, 각 농도 조건은

[표 1]에 정리하였다.
[표 1]. Cr(VI) 표준용액 제조 조건

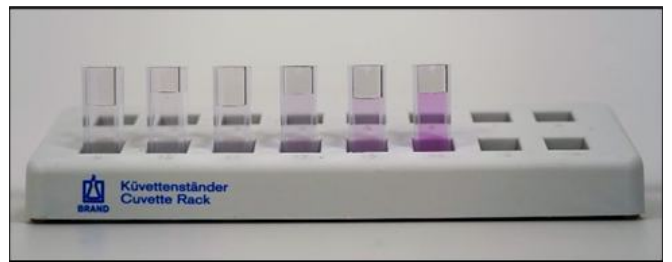
샘플명	1.0015 mg/L 표준용액 사용량 (mL)	DW 사용량 (mL)	실제 농도 (mg/L)
STD1	0.5	39.5	0.0125
STD2	0.8	39.2	0.0200
STD3	2.0	38.0	0.0501
STD4	4.0	36.0	0.1002
STD5	8.0	32.0	0.2003

디페닐카르바지드(DPC) 및 황산 용액 제조

Cr(VI)의 발색 반응을 위해 디페닐카르바지드 (diphenylcarbazide, DPC) 시약과 산성 조건을 준비하였다. sym-Diphenylcarbazide 시약 0.500 g을 정확히 칭량한 후 아세톤을 100 mL 정용하여 0.5% (w/v) DPC 용액을 제조하였다. 해당 시약은 사용 직전에 제조하여 차광 조건에서 보관하였다. 또한 산성 조건을 형성하기 위해 95% 황산을 사용하여 약 20% (v/v) 황산 용액을 제조하였다. 황산 희석 시 발열이 발생하므로 충분히 냉각한 후 정용하였다.

발색 및 측정 절차

각 Cr(VI) 표준용액에 20% (v/v) 황산 용액을 첨가한 뒤, 0.5% (w/v) DPC 용액을 첨가하였다. 혼합 후 실온에서 약 5분간 반응시켜 자주색 Cr(VI)-DPC 착화합물을 형성하였다.

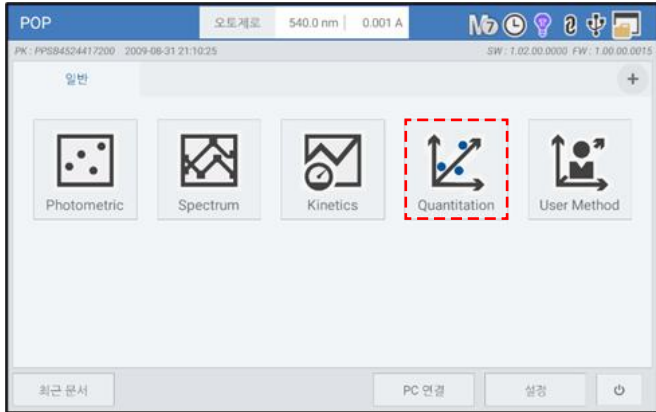


[그림 2]. Cr(VI) 표준용액의 발색 결과 - 농도 증가에 따라 자주색 발색 강도가 증가한다.

측정 장비 및 조건

Cr(VI)-디페닐카르바지드 착화합물의 흡광도 측정은 POP UV-Vis 분광광도계를 사용하여 수행하였다. 장비는 측정 전 약 30분간 예열한 후 사용하였으며, 발색 반응에 의해 형성된 착화합물의 최대 흡수 파장인 540 nm에서 흡광도를 측정하였다.

흡광도 측정은 POP UV-Vis 분광광도계의 Quantitation 모드를 사용하여 수행하였으며, 검정 곡선 작성에 적용하였다.



[그림 3]. POP UV-Vis 분광광도계의 메인화면 - 본 실험에서는 Quantitation 모드를 사용하여 540 nm에서 흡광도를 측정하고, 검정곡선을 작성하였다.

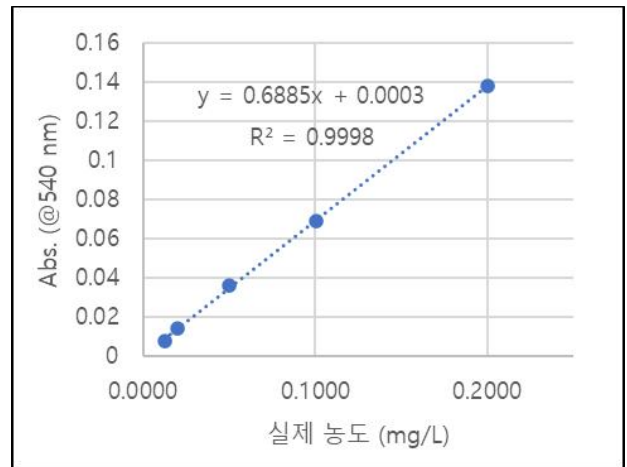
결과

Cr(VI) 표준용액(0.0125-0.2003 mg/L)을 대상으로 토양오염 공정시험기준(ES 07408.1b)의 디페닐카르바지드 발색 조건을 참고하여 540 nm에서 흡광도를 측정하였다. 각 농도 수준에서 계산한 응답인자(Response factor, RF)는 [표 2]와 같다.

[표 2]. Cr(VI) 표준용액의 흡광도 및 응답인자(RF)

샘플명	실제 농도 (mg/L)	Abs. (540 nm)	RF
STD1	0.0125	0.008	0.639
STD2	0.0200	0.014	0.699
STD3	0.0501	0.036	0.719
STD4	0.1002	0.069	0.689
STD5	0.2003	0.138	0.689

검량 데이터에 선형 회귀를 적용한 결과, 검정곡선의 회귀식은 $y = 0.6885x + 0.0003$, 결정계수(R^2)는 0.9998로 나타났다.



[그림 4]. Cr(VI) 표준용액(0.0125-0.2003 mg/L)의 검정곡선

결론

Cr(VI) 표준용액(0.0125-0.2003 mg/L)에 대해 작성한 검정곡선은 결정계수(R^2) 0.9998로 나타났으며, 응답인자(RF)의 상대표준편차는 1.75%로 계산되었다. 해당 결과는 토양오염공정시험기준(ES 07408.1b)에서 제시한 직선성 기준($R^2 \geq 0.98$) 및 감응계수 변동 기준($\leq 20\%$)을 모두 만족하였다.

*참고문헌(자료출처):

- 국립환경과학원, 「토양오염공정 시험기준 정도보증·정도관리(QA/QC)」, ES 07001.a.
- 국립환경과학원, 「토양오염공정 시험기준 6가크롬(hexavalent chromium, Cr(VI))」, ES 07408.1b.