

시약 및 표준용액

2021

(Chemicals and Standard Solutions)

1.0 개요

이 방법은 실험에서 사용하는 시약 및 표준용액 등의 규격과 조제 기준 등에 대해 규정한다.

2.0 시약

2.1 시약등급수 (reagent-grade water)

2.1.1 시약등급수의 종류 및 사용

2.1.1.1 분석에서 가장 중요한 것 중 하나가 시약의 회석과 바탕 시료 분석에 사용되는 시약등급수 (reagent-grade water)이다. 시약등급수라는 것은 분석하고자 하는 화합물 혹은 원소가 분석 방법의 검출한계에서 검출되지 않는 농도를 가진 유형 I (Type I), 혹은 세척과 정량 분석을 위한 유형 IV (Type IV)까지의 범위를 다루고 있다 (표 1).

2.1.1.2 시약 등급수의 수질에 대한 몇 가지 지침은 오염 물질의 정도에 따라 나눈다. 시험 방법에서 유형 I 은 최소의 간섭물질과 편향, 그리고 최대의 정밀도를 필요로 할 때 사용한다. 유형 II는 박테리아의 존재를 무시할 수 있는 분석에 사용된다. 유형 III과 유형 IV는 유리 기구의 세척과 예비 세척에 사용되고, 유형 III은 더 높은 등급수의 생산을 위한 원수 (feedwater)로 사용된다.

2.1.1.3 시약등급수에는 분석을 방해하는 물질이 없어야 한다. 따라서 시약등급수에 대해 요구되는 수질은 수행하고자 하는 분석 종류 및 사용되는 목적과 직접적으로 관련이 있다.

표 1. 시약등급수의 종류

	유형 I	유형 II	유형 III	유형 IV
전기전도도, 최대값, $\mu\text{S}/\text{cm}$ 298 K	0.056	1.0	0.25	5.0
전기 저항, 최소값, $\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 298 K	18	1.0	4.0	0.2
298 K에서 pH	¹⁾	¹⁾	¹⁾	5.0 ~ 8.0
총 유기 탄소 (TOC), 최대값, $\mu\text{g}/\text{L}$	50	50	200	no limit
소듐, 최대값, $\mu\text{g}/\text{L}$	1	5	10	50
염화 이온, 최대값, $\mu\text{g}/\text{L}$	1	5	10	50
총 실리카, 최대값, $\mu\text{g}/\text{L}$	3	3	500	no limit

¹⁾ 유형 I, II, III 시약등급수의 pH 측정은 이 표에서는 제거하였다. 이유는 이 등급수는 pH로 바꾸기에 충분한 값을 가지지 않기 때문이다.

2.1.2 시약 등급수의 준비 방법

2.1.2.1 시약등급수의 준비 방법은 요구되는 수질의 조건에 맞도록 제공되어야 하며 부적절한 시스템은 오염을 유발하게 된다. 역삼투 (reverse osmosis), 증류, 탈이온화 (deionization), 한외 여과 (ultrafiltration), 또는 자외선 처리를 통해 시약등급수를 만들 수 있다.

2.1.2.2 증류에 의해 정제된 물의 저항은 탈이온화에 의해 만들어진 저항보다 더 낮은 값을 가진다 (전도도는 더 큰 값을 가짐). 왜냐하면, 증류에 의해 정제된 물은 이산화탄소, 이산화황과 다른 이온화된 기체가 있을 수 있기 때문이다. 녹아있는 이온화된 고체의 저항은 원래 제공되는 물의 저항에 의존한다.

2.1.2.3 활성화 탄소는 흡착 (adsorption)에 의해 잔류염소를 제거한다. 다른 정제과정을 사용할 때, 활성화 탄소의 등급과 다른 합성 흡착제의 등급은 유기 오염물질을 제거하기 위한 능력을 가진 것을 사용한다. 한외 여과는 특정 유기 오염물질을 줄이는데 유용하고, 185 nm 자외선 산화는 전처리를 할 때 미량의 유기 오염물질을 제거하는데 효과적이다.

2.2 시약

2.2.1 시약 및 표준물질의 규정

2.2.1.1 시험에 사용하는 시약은 따로 규정이 없는 한 특급 또는 1급 이상 또는 이와 동등한 규격의 것을 사용하여야 한다. 단, 단순히 염산, 질산, 황산 등으로 표시하였을 때는 따로 규정이 없는 한 다음 표 2에 규정한 농도 이상의 것을 뜻한다.

표 2. 시약의 농도

명 칭	화학식	농 도(%)	비 중(약)
염 산	HCl	35.0 ~ 37.0	1.18
질 산	HNO ₃	60.0 ~ 62.0	1.38
황 산	H ₂ SO ₄	95.0 이상	1.84
아세트산 (Acetic Acid)	CH ₃ COOH	99.0 이상	1.05
인 산	H ₃ PO ₄	85.0 이상	1.69
암 모 니 아 수	NH ₄ OH	28.0 ~ 30.0 (NH ₃ 로서)	0.90
과 산 화 수 소	H ₂ O ₂	30.0 ~ 35.0	1.11
플 루 오 린 화 수 소	HF	46.0 ~ 48.0	1.14
아 이 오 딘 화 수 소	HI	55.0 ~ 58.0	1.70
브 로 민 화 수 소	HBr	47.0 ~ 49.0	1.48
과 염 소 산	HClO ₄	60.0 ~ 62.0	1.54

2.2.1.2 시험에 사용하는 표준물질은 원칙적으로 특급 시약을 사용하며 표준용액을 조제하기 위한 표준용 시약은 따로 규정이 없는 한 데시케이터에 보존된 것을 사용한다.

2.2.1.3 표준물질을 채취할 때 표준용액이 정수로 기재되어 있어도 실험자가 환산하여 기재수치에 “약”자를 붙여 사용할 수 있다.

2.2.1.4 “약”이란 그 무게 또는 부피 등에 대하여 $\pm 10\%$ 이상의 차가 있어서는 안 된다.

2.2.2 시약 및 제조 방법

2.2.2.1 폼산 [CH₂O₂]

2.2.2.2 과망간산포타슘 [KMnO₄]

2.2.2.3 과망간산포타슘 용액 (30 g/L)

과망간산포타슘 (KMnO_4) 3 g을 정제수에 녹여서 100 mL로 한다.

2.2.2.4 과산화수소 [H_2O_2]

2.2.2.5 과염소산 [HClO_4] (70 % ~ 72 %)

비중 : 약 1.54

2.2.2.6 과염소산 (1 + 2)

과염소산 (70 %) 1에 정제수 2를 가한다.

2.2.2.7 시트르산소듐 (2수화물) [$\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$]

2.2.2.8 시트르산이암모늄 [$\text{C}_6\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_7$]

2.2.2.8.1 시트르산이암모늄 용액 (중금속 시험용)

시트르산이암모늄 10 g을 정제수 약 80 mL에 녹인다. (1 + 1) 암모니아수를 떨어뜨려서 pH를 약 9로 조절한 다음, 정제수를 가하여 100 mL로 만들어 준다. 이것을 분별깔때기에 옮겨 담고 디티존·클로로폼 용액 (부피분율 0.005 %) 소량을 가한 다음 잘 흔들어 섞고 정치하여 클로로폼층을 분리한다. 이 조작을 클로로폼층이 녹색을 계속 유지할 때까지 반복한다. 다음에 정제 클로로폼 5 mL ~ 10 mL를 가하고 잘 흔들어 섞은 다음 정치하여 클로로폼층을 분리한다. 정제수 층을 마른 필터로 여과해서 클로로폼의 작은 입자를 제거한다.

2.2.2.8.2 시트르산이암모늄-EDTA 용액

시트르산이암모늄 ($\text{C}_6\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_7$) 20 g과 EDTA ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8$) 5 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다. 만일 이 용액에 구리가 존재할 때는 암모니아수로 약알칼리 (pH 9)로 한 다음 DDT 용액 0.1 mL 및 사염화탄소 10 mL를 가하여 잘 혼합하고, 정치하여 구리를 사염화탄소층에 추출 제거한다. 이 조작은 사염화탄소층이 무색이 될 때까지 반

복한다.

2.2.2.9 글리세롤 [$C_3H_7O_3$]

2.2.2.10 글리콘산포타슘 [$C_6H_{11}KO_7$]

2.2.2.10.1 글리콘산염-4붕산염-붕산 용액

글리콘산포타슘 0.305 g (1.3 mmol), 사붕산소듐십수화물 0.469 g (1.3 mmol), 붕산 1.855 g (30 mmol), 아세트나이트릴 100 mL 및 글리세롤 5 mL을 정제수로 녹인 후, 1 000 mL 부피플라스크에 옮기고 정제수를 가하여 표선까지 맞춘다.

2.2.2.11 나이트로벤젠 [$C_6H_5NO_2$]

2.2.2.12 네오틀린 [2-(1.8-다이하이드록시-3.6-다이설폰-2-나프틸 아조) 벤젠아르손산 2소듐, $C_{16}H_{11}AsN_2Na_2O_{11}S_2$]

2.2.2.12.1 네오틀린 용액 (0.5 g/L)

네오틀린 0.05 g을 정제수에 녹여서 100 mL로 한다. 약 1 개월간은 안전하다.

2.2.2.13 다이메틸글리옥심 [$(CH_3)_2C_2(NO_2)_2$]

2.2.2.13.1 다이메틸글리옥심 에탄올 용액 (10 g/L)

다이메틸글리옥심 1 g을 에탄올 (부피분율 95 %)에 녹여 100 mL로 한다. 불용물을 여과하여 사용한다.

2.2.2.13.2 다이메틸다이싸이오카르바민산소듐 (3 수화물) [$(C_2H_5)_2NNaCS_2 \cdot 3H_2O$]

2.2.2.13.3 다이메틸다이싸이오카르바민산소듐 용액 (10 g/L)

다이메틸다이싸이오카르바민산소듐 (3 수화물) 1.3 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

찬 곳에 보관하여야 하며 장기간 보관할 수 없으므로 사용할 때에 조제한다.

2.2.2.13.4 다이에틸다이싸이오카르바민산은 [silver diethyl dithiocarbamate, $(C_2H_5)_2NCS_2Ag$]

2.2.2.13.5 다이에틸다이싸이오카바민산은-클로로폼 용액 (5 g/L)

다이에틸다이싸이오카바민산은 0.5 g과 부르신 (brucine, $C_{23}H_{26}N_2O_4$, 분자량 256.14, 98+%) 0.1 g을 클로로폼 ($CHCl_3$, 분자량 119.38, 99+%) 으로 녹여 100 mL로 한다.

2.2.2.14 디티존 [$C_6H_5NHNHCSN : NC_6H_5$]

2.2.2.14.1 디티존 · 클로로폼 용액 (0.1 g/L)

새로 정제한 디티존 (다이페닐싸이오카바존, $C_{13}H_{12}N_4S$) 0.61 g을 정제 클로로폼 200 mL에 잘 저어서 녹이고 필터로 거른다. 이 용액을 분별 깔때기에 옮겨 담고 (1 + 100) 암모니아수 400 mL를 가한 다음 흔들어준다. 그리고 디티존을 정제수층에 옮기고 정치하여 클로로폼층을 분리한다. 정제수층에 정제 클로로폼 50 mL를 가하고 흔들어 섞어서 씻는다. 정치 후 클로로폼층을 분리하고 이 조작을 클로로폼층이 옅은 녹색이 될 때까지 반복한다. 클로로폼으로 씻은 정제수층에 정제 클로로폼 500 mL와 (1 + 10) 염산 50 mL를 가하고 잘 흔들어 섞고, 디티존을 클로로폼층에 옮긴다. 남은 디티존을 재차 정제 클로로폼으로 추출하고 정치 후, 먼저의 디티존 용액에 가해 준다. 다음 다시 정제 클로로폼을 가하여 1 000 mL로 하여 착색병에 넣어 준다. 여기에 포화 아황산 수용액 100 mL를 가한 다음 뚜껑을 덮고 10 °C 이하에서 보관한다.

2.2.2.15 다이페닐카바자이드 [$C_{13}H_{14}N_4O$]

2.2.2.15.1 다이페닐카바자이드의 아세톤 용액 (10 g/L)

다이페닐카바자이드 0.5 g을 아세톤 25 mL에 녹이고 정제수 25 mL를 넣어 50 mL로 한다. 이 용액은 사용할 때마다 제조한다.

2.2.2.16 란타넘 용액

산화란타넘 0.163 g에 염산 (1 + 5) 10 mL를 가한 후 가열하여 용해한다.

2.2.2.17 메타-크레솔퍼플 에탄올 용액 (1 g/L)

메타-크레솔퍼플 (m-cresol purple, $C_{21}H_{18}O_5S$, 분자량 382.43, dye content 90 %) 0.1 g을 에탄올 (부피분율 95 %) 50 mL에 녹여 정제수로 100 mL로 한다.

2.2.2.18 메틸오렌지 [$C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$]

2.2.2.18.1 메틸오렌지 용액 (1 g/L)

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

2.2.2.19 플루오린화소듐 [NaF]

2.2.2.20 붕산 [H_3BO_3]

2.2.2.21 붕산소듐 (10수화물) [$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$]

2.2.2.22 붕산소듐 (무수) [$Na_2B_4O_7$]

2.2.2.23 브로민산포타슘 [$KBrO_3$]

2.2.2.24 브로민화포타슘 [KBr]

2.2.2.25 산화란타넘 [La_2O_3]

2.2.2.26 수산화소듐 [NaOH]

2.2.2.26.1 수산화소듐 용액 (0.1 mol/L)

150 °C ~ 200 °C에서 약 1 시간 건조하고 황산 데시케이터에서 식힌 수산화소듐 4.00 g을 정제수에 녹여 1 000 mL로 한다.

2.2.2.26.2 수산화소듐 (5 mol/L)

수산화소듐 약 200.0 g을 정확히 잴 후 정제수에 녹여서 전량을 1 L로 한다.

2.2.2.26.3 수산화소듐 (0.1 mol/L)

수산화소듐 약 4.0 g을 정확히 잴 후 정제수에 녹여서 전량을 1 L로 한다.

2.2.2.27 4-아미노안티피린 [$C_{11}H_{13}N_3O$]**2.2.2.27.1 4-아미노안티피린 용액 (2 g/L)**

4-아미노안티피린 0.2 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다. 사용할 때 조제한다.

2.2.2.28 2-아미노-2-하이드록시메틸-1.3-프로페인다이올 [$H_2NC(CH_2OH)_3$]**2.2.2.29 아세톤 [CH_3COCH_3]****2.2.2.30 아세토나이트릴 [CH_3CN]****2.2.2.31 아세트산납(II) 용액 (100 g/L)**

아세트산납(II) [$Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$, 분자량 379.33, 99.99+%] 12 g을 아세트산 1 방울 ~ 2 방울을 가한 후 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

2.2.2.32 아연 (Zn, 원자량 65.39, 99.99+%)

비소 분석용으로서 시험용 체로서 체거름하여 눈금크기 1 400 μm 체를 통과하고 1 000 μm 체에 남아있는 것.

2.2.2.33 아질산소듐 [$NaNO_2$]

2.2.2.33.1 아질산소듐 용액 (50 g/L)

아질산소듐 5 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다. 사용할 때 조제한다.

2.2.2.34 알리자린설펜산 [$C_{14}H_7NaO_7S$]

2.2.2.34.1 알리자린설펜산 용액 (0.4 g/L)

알리자린설펜산소듐 (1,2-다이옥시아안트라퀴논 설펜산소듐, Sodium Alizarine Sulfonate) 40 mg을 정제수에 녹여서 전량을 100 mL로 한다.

2.2.2.35 알리자린 콤플렉손 [1, 2-다이하이드록사이안트라키노닐-3-메틸아민-N-N-이아세트산, Alizarin complexone (=1,2-Dihydroxyanthraquinonyl-3)-methylamine-N, N-diacetic acid dihydrate, $C_{19}H_{15}NO_8 \cdot 2H_2O$]

2.2.2.35.1 알리자린 콤플렉손 용액

알리자린 콤플렉손 0.192 g을 암모니아수 (1 + 10) 4 mL와 아세트산암모늄 용액 4 mL에 녹인다. 이 용액을 아세트산소듐 용액 100 mL 중에 휘저어 섞으면서 가한다. 이 용액에 아세톤 400 mL를 휘저어 섞으면서 서서히 가하고, 거기에 란타넘 용액 10 mL를 가하고 휘저어 섞는다. 방치하여 냉각한 후 아세트산 또는 암모니아수로 pH 4.7로 조절한다. 1 000 mL 부피플라스크에 정제수로 세정하여 옮긴 후 정제수를 표선까지 가한다.

2.2.2.35.2 란타넘-알리자린 콤플렉손 용액으로는, 시판하는 알파손 2.5 g을 정제수에 녹여서 50 mL로 한 용액을 사용해도 된다. 사용 시에 조제한다.

2.2.2.36 알파손 (La-ALC + Buffer)

2.2.2.37 암모니아수 [NH_4OH] (부피분율 28 % 이상)

비중 : 0.90

2.2.2.37.1 암모니아수(1 + 10)

정제수 100 mL 에 암모니아수를 조금씩 10 mL를 가한다.

2.2.2.37.2 암모니아수 (1 + 2)

정제수 50 mL에 암모니아수 25 mL를 첨가한 다음 혼합하여 제조한다.

2.2.2.38 염산 [HCl] (부피분율 35.0 % 이상)**2.2.2.38.1 염산 용액 (0.1 mol/L)**

1 000 mL 부피플라스크에 정제수를 반 이상 채우고 순도 36 (부피분율 %)인 염산을 조금씩 10.1 mL을 가한 후 표선까지 정제수로 채운다.

2.2.2.38.2 염산 (1 + 1)

정제수 50 mL에 염산을 조금씩 50 mL를 가한다.

2.2.2.38.3 염산 (1 + 5)

정제수 50 mL에 염산을 조금씩 10 mL를 가한다.

2.2.2.38.4 염산 (2 + 98)

정제수 98 mL에 염산을 조금씩 2 mL를 가한다.

2.2.2.39 염산하이드록실아민 [NH₂OH·HCl]**2.2.2.39.1 염산하이드록실아민 (100 g/L)**

염산하이드록실아민 10 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

2.2.2.40 염화금산 [$\text{HAuCl}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$]**2.2.2.41 염화소듐 [NaCl]****2.2.2.42 염화브로민 [BrCl]****2.2.2.43 염화암모늄 [NH_4Cl]****2.2.2.44 염화주석(II) (2 수화물) [$\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$]****2.2.2.44.1 염화주석(II) 용액 (비소 시험용)**

염화주석(II) ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 분자량 225.65, 99.99+%) 40 g을 염산에 녹여 100 mL로 한다. 여기에 주석입자 2 개 ~ 3개를 넣은 다음 색깔 있는 유리병에 보관한다. 사용할 때 적당량을 취하여 정제수로 10 배 묽힌다.

2.2.2.45 염화포타슘 [KCl]**2.2.2.45.1 염화포타슘 포화용액**

염화포타슘 80 g 이상을 정제수 200 mL에 녹여 침전물이 생기면 상층액을 이용한다.

2.2.2.46 요소 [NH_2CONH_2]**2.2.2.46.1 요소 용액 (200 g/L)**

요소 20 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

2.2.2.47 아이오딘화포타슘 [KI , 분자량 166.00, 99.99+%]**2.2.2.48 아이오딘화포타슘 용액 (200 g/L)**

아이오딘화포타슘 20 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

2.2.2.49 이트륨 용액 (50 ppm)

산화이트륨(III) 0.318 g을 취해 염산 5 mL을 가해 가열시켜 용해시킨다. 이를 냉각시킨 후 부피플라스크 250 mL에 옮겨 넣고 정제수를 표선까지 가한다. 이 용액 10 mL를 200 mL 부피플라스크에 취하고 정제수를 표선까지 가한다.

2.2.2.50 질산 [HNO₃] (부피분율 60 %)

비중: 약 1.42

2.2.2.50.1 질산 (1 + 1)

정제수 50 mL에 질산을 조금씩 50 mL를 가한다.

2.2.2.50.2 질산 (1 + 4)

정제수 40 mL에 질산을 조금씩 10 mL를 가한다.

2.2.2.50.3 질산 (1 + 5)

정제수 50 mL에 질산을 조금씩 10 mL를 가한다.

2.2.2.50.4 질산 (2 + 98)

정제수 98 mL에 질산을 조금씩 2 mL를 가한다.

2.2.2.50.5 질산 (0.1 mol/L)

순도 60 (부피분율 %)인 질산 10.8 mL에 정제수를 가하여 전량을 1 L로 한다.

2.2.2.51 질산소듐 [NaNO₃]

2.2.2.52 질산마그네슘 $[\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$, 분자량 256.41]

순도 99.999 % 이상

2.2.2.53 질산은 $[\text{AgNO}_3]$ **2.2.2.53.1 질산은 용액 (0.1 mol/L)**

질산은 (AgNO_3) 17.0 g을 정제수에 녹여 1 L로 하고 갈색병에 보관한다.

2.2.2.54 질산제이수은 $[\text{Hg}(\text{NO})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ **2.2.2.55 질산포타슘 $[\text{KNO}_3]$** **2.2.2.55.1 질산포타슘 용액 (1 mol/L)**

질산포타슘 10 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

2.2.2.56 질산토륨 $[\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ **2.2.2.56.1 질산토륨 용액 (0.1 mol/L)**

질산토륨 13.80 g을 정제수에 녹여서 전량을 1 L로 한다.

2.2.2.57 철(III) 용액 (비소 시험용)

염화철(III) ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 분자량 270.30, 98+%) 5 g 또는 황산철(III)암모늄 [철명반, $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4) \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, 분자량 482.18, 99+%) 9 g을 염산 5 mL와 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

2.2.2.58 아세트산 $[\text{CH}_3\text{COOH}]$ (부피분율 99 % ~ 부피분율 100 %)**2.2.2.58.1 아세트산소듐 (3수화물) $[\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$**

2.2.2.58.2 아세트산암모늄 [$\text{CH}_3\text{COONH}_4$]**2.2.2.58.3 아세트산 완충용액**

아세트산소듐-3수화물 100 g과 질산포타슘 50 g을 500 mL 비커에 취하고 정제수를 가하여 약 300 mL가 되게 만든 후, 아세트산을 가하여 pH 5.1 ~ pH 5.2로 조정 한 후 정제수를 가하여 500 mL로 한다.

2.2.2.59 크로모소브 P (Chromosorb P)

박막을 입히기 위한 소재로 사용한다. 30 메쉬 ~ 40 메쉬 (mesh)의 산처리가 된 재질의 제품 (acid washed: AW)을 사용한다.

2.2.2.60 크로뮴산포타슘 [K_2CrO_4]**2.2.2.61 타타르산 용액 (부피분율 2 %)**

타타르산 (tartaric acid) 20 g을 정제수에 녹여서 1 L로 한다. 이 용액을 디티존·클로로폼 용액 (부피분율 0.005 %)을 가하여 씻는다.

2.2.2.62 탄산소듐 [Na_2CO_3]**2.2.2.62.1 탄산수소소듐 [NaHCO_3]****2.2.2.62.2 탄산수소염-탄산염제일 용액 (이온크로마토그래피용)**

탄산수소소듐 0.336 g (4 mmol)와 탄산소듐 (무수) 0.424 g (4 mmol)을 정제수로 녹인 후, 1 000 mL 부피플라스크에 옮기고 정제수를 가하여 표선까지 맞춘다.

2.2.2.62.3 탄산수소염-탄산염제이 용액 (이온크로마토그래피용)

탄산수소소듐 0.143 g (1.7 mmol)과 탄산소듐 (무수) 0.191 g (1.8 mmol)을 정제수로

녹인 후, 1 000 mL 부피플라스크에 옮기고 정제수를 가하여 표선까지 맞춘다.

2.2.2.63 싸이오사이안산암모늄 [NH_4SCN]

2.2.2.63.1 싸이오사이안산암모늄 용액 (0.1 mol/L)

싸이오사이안산암모늄 8 g을 정제수에 녹여 1 L로 만들고 갈색병에 보관한다.

2.2.2.63.2 싸이오사이안산제이수은 [$\text{Hg}(\text{SCN})_2$]

2.2.2.63.3 싸이오사이안산포타슘 [KSCN]

2.2.2.64 팔라듐 금속 (Pd, 원자량 106.42)

순도 99.999 (질량분율 %) 이상의 분말 형태

2.2.2.64.1 팔라듐/질산마그네슘 혼합용액

300 mg의 팔라듐 분말 (2.2.2.64)을 질산 (1 mL, 필요한 경우 염산 0.1 mL를 첨가한다)에 용해한 용액과 질산마그네슘 350 mg을 정제수에 용해한 용액을 혼합한 다음 100 mL 부피가 되도록 정제수로 묽힌다.

2.2.2.65 페놀프탈레인 [$\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4$]

변색범위 : pH 8.0 (무색) ~ pH 10.0 (홍색)

2.2.2.65.1 페놀프탈레인 에탄올 용액 (5 g/L)

페놀프탈레인 0.5 g을 에탄올 (부피분율 95 %) 50 mL에 녹이고 정제수를 넣어 100 mL로 한다.

2.2.2.66 헥사사이아노철(III)산포타슘 [$\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$]

2.2.2.66.1 헥사사이아노철(Ⅲ)산포타슘 용액 (4 g/L)

헥사사이아노철(Ⅲ)산포타슘 (potassium ferricyanide) 0.4 g을 정제수에 녹여 100 mL로 조절하고 필요할 때 거른다. 이 용액은 1 주일간 사용할 수 있으나 암적색으로 변색한 것은 사용해서는 안 된다.

2.2.2.67 플루오린화수소산 [HF]**2.2.2.68 프탈산 [$C_6H_4(COOH)_2$]****2.2.2.68.1 프탈산-2-아미노하이드록시메틸-프로테인다이올 용액**

프탈산 0.415 g (2.5 mmol)과 2-아미노-2-하이드록시메틸-1.3-프로테인다이올 0.303 g (2.5 mmol)을 정제수로 녹인 후, 1 000 mL 부피플라스크에 옮기고 정제수를 가하여 표선까지 맞춘다.

2.2.2.69 염산하이드록실아민 [$NH_2OH \cdot HCl$]**2.2.2.70 *p*-하이드록시안식향산 [HOC_6H_4COOH]****2.2.2.70.1 *p*-하이드록시안식향산-2-하이드록시에틸-하이드록시메틸-메테인 용액**

p-하이드록시안식향산 1.105 g (8.0 mmol)과 2-하이드록시에틸-하이드록시메틸-메테인 0.669 g (3.2 mmol)을 정제수로 녹인 후, 1 000 mL 부피플라스크에 옮기고 정제수를 가하여 표선까지 맞춘다.

2.2.2.71 2-하이드록시에틸-하이드록시메틸-메테인 [$C_8H_{19}NO_5$]**2.2.2.72 황산 [H_2SO_4] (95.0 % 이상, 비중 20 °C에서 약 1.84)****2.2.2.72.1 황산 (1 + 1)**

정제수 50 mL를 저어주면서 황산 50 mL를 서서히 첨가한 다음 혼합하여 제조한다.

2.2.2.72.2 황산 (1 + 3)

정제수 30 mL를 저어주면서 황산 10 mL를 서서히 첨가한 다음 혼합하여 제조한다.

2.2.2.73 황산구리 (5수화물) $[\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}]$

2.2.2.73.1 황산구리 용액 (10 g/L)

황산구리 (5수화물) 1 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

2.2.2.74 황산철(II)암모늄 (12수산화물) $[\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$

2.2.2.74.1 황산철(II)암모늄 용액

황산철(II)암모늄 $(\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O})$ 6.0 g을 과염소산 (1 + 2) 100 mL에 녹이고 갈색병에 보관한다.

3.0 표준물질

3.1 적정 용액의 표준화

3.1.1 적정분석에서 적정용액의 정확한 농도를 정하는 것 (표준화)은 매우 중요하며, 2가지 절차에 의해서 적정용액을 표준화할 수 있다. 첫 번째 방법은 일차 표준 고체 화학물질을 사용하는 것으로 상세한 표준화 절차는 실험실 표준작업절차서(SOP)에 작성되어 있어야 한다. 사용한 적정용액의 양 및 화학물질의 정확한 무게를 결정하여, 적정용액의 올바른 규정 농도를 계산한다. 최종 규정 농도는 3 번의 실험 및 계산을 통한 평균값을 사용한다.

3.1.2 표준화의 두 번째 방법은 정확한 농도를 가진 표준용액으로 적정용액의 규정 농도를 표준화 할 때 사용하는 것이다. 사용하는 표준용액의 양, 표준용액의 규정 농도 및 사용한 적정용액의 양을 결정하여, 정확한 규정 농도를 계산할 수 있다. 정확한 규정 농도는 3 번의 실험을 통한 결과의 평균을 사용한다.

3.2 교정용 저장용액 (stock solution, 표준원액) 및 표준용액

3.2.1 상업적으로 구매한 교정용 저장 용액 (표준원액)

기록지에 이름, 농도, 화학등급 혹은 순도, 일련번호, 공급처 (또는 제조사), 받은 날짜, 만료날짜, 기록날짜, 기록인 서명 등을 명시하여야 한다.

3.2.2 실험실에서 준비한 교정용 저장용액 (표준원액)

저장용액을 조제하여 준비한 시간을 기록한다. 기록지에는 교정용 저장용액의 이름 및 농도, 화학식, 화학등급, 공급처, 일련번호, 받은 날짜, 개봉한 날짜, 저장용액을 준비하기 위해 사용된 화학물질의 유효날짜를 기록한다. 준비된 용액의 부피, 사용한 양, 상세한 준비 단계와 같은 준비에 대한 정보도 기록한다.

3.2.3 교정 및 수시검증 표준용액 (CCS, continuing calibration standard)

저장용액의 농도, 원하는 농도에 대한 희석방법, 준비한 날짜와 서명, 필요한 경우, 표준용액의 보유시간 및 저장상태 등을 기록지에 명시하여야 한다.

3.3 수시 교정용 표준물질

분석하는 동안 교정 정확도를 확인하기 위하여 사용된다. 중간점 초기 교정용 표준물질의 값을 대신해서 사용한다. 원래 값과의 편차는 5 % 이내여야 한다.

3.4 교정검증 표준물질

값을 알고 있는 표준물질을 사용하여 표준물질과 교정물질이 정확하고 교정 곡선이 맞는 것인지 검증하기 위해 사용한다. 100 % 회수율로부터 편차가 ± 10 % 이내 값만 허용한다.

3.5 준비 바탕시료와 실험실 관리 표준시료 (laboratory control standard, LCS)

시료를 실제 분석하기 전에 어떤 전처리를 실시한 경우, 이를 검증하고 시료 준비로부터 결과를 모니터링해야 한다. 이를 검증하기 위해 바탕시료와 표준물질을 준비하고 시료와 함께 분석한다. 준비 바탕시료는 시료 준비 과정에 정제수를 이용한다. 실험실 관리 표준물질은 교정용 검정 표준용액과 같은 농도의 것을 사용한다. 정확도는 100 % 회수율로부터 편차가 ± 15 %이다.

3.6 준비할 표준용액 유효날짜와 저장

교정용 표준용액은 주기적으로 바뀌주거나 유효날짜를 적어놓아 교정을 실시할 때는 신선한 용액으로 사용한다. 표준용액 저장은 시험법의 권고사항 혹은 공급자의 설명서에 따라 행한다.

3.7 표준용액 및 제조 방법

3.7.1 구리 (Cu) 표준원액 (0.1 mg/mL)

금속구리 (순도 99.9 % 이상) 0.100 g에 질산 (1 + 2) 20 mL를 넣어 녹이고 가열하여 질소산화물을 추출한 다음 방치하여 냉각하고 정제수를 넣어 정확히 1 000 mL로 한다. 또한 황산구리 (5 수화물) (표준시약) 0.393 g을 질산 (1 + 1) 20 mL에 녹이고 정제수를 넣어 정확히 1 000 mL로 한다.

3.7.2 구리 (Cu) 표준용액 (0.05 mg/mL, 0.01 mg/mL, 0.001 mg/mL)

구리 (Cu) 표준원액 (0.1 mg/mL) 500 mL, 100 mL, 10 mL씩을 정확히 취하여 정제수를 넣어 정확히 1 000 mL로 한다.

3.7.3 납 (Pb) 표준원액 (0.1 mg/mL)

납 (99.9 % 이상) 0.100 g을 취해, (1 + 1) 질산 40 mL에 용해시킨다. 끓여서 질소산화물을 추출하여 방치하고 냉각한 후 1 L 부피플라스크에 옮겨 정제수를 표선까지 채운다. 또는 질산납 0.160 g을 정제수에 녹이고 (1 + 1) 질산 1 mL를 가한 다음 1 000 mL 부피플라스크에 넣고 정제수를 표선까지 가한다.

3.7.4 납 (Pb) 표준용액 (0.01 mg/mL)

납 (Pb) 표준원액 (0.1 mg/mL) 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 넣고, 정제수를 표선까지 가한다. 이 용액은 사용 시 항상 새로 조제한다.

3.7.5 니켈 (Ni) 표준원액 (0.1 mg/mL)

니켈 (99.9 % 이상) 0.100 g을 질산 (1 + 1) 20 mL에 녹이고 가열하여 질소산화물을 추출한 다음 방치하여 냉각하고 정제수를 넣어 정확히 1 000 mL로 한다. 또는 황산니켈암모늄육수화물 (표준시약) 0.673 g을 정제수와 질산 10 mL를 넣어 녹이고 정제수를 넣어 정확히 1 000 mL로 한다.

3.7.6 니켈 (Ni) 표준액 (0.05 mg/mL , 0.01 mg/mL, 0.005 mg/mL)

니켈 (Ni) 표준원액 500 mL, 100 mL, 10 mL씩을 정확히 취하여 정제수를 넣어 정확히 1 000 mL로 한다.

3.7.7 플루오린화 이온 (F⁻) 표준원액 (0.1 mg/mL)

플루오린화소듐 (표준시약)을 백금접시에 넣어 500 °C ~ 550 °C에서 40 분 ~ 50 분간 가열하고 황산 데시케이터 안에서 방치하여 냉각한 다음 100 % NaF로서 0.221 g을 정확하게 달아 정제수에 녹여 정확히 1 000 mL로 하고 폴리에틸렌병에 보관한다.

3.7.8 플루오린화 이온 (F⁻) 표준액 (0.002 mg/mL)

플루오린화 이온 (F⁻) 표준원액 (0.1 mg/mL) 10 mL를 정확히 취하여 500 mL 부피플라스크에 넣고 표선까지 정제수를 넣어 정확히 500 mL로 한다.

3.7.9 비소 (As) 표준원액 (0.1 mg/mL)

삼산화비소 (표준시약) 0.133 g에 수산화소듐 용액 (40 g/L) 2 mL를 넣어 녹이고 정제수를 넣어 약 500 mL로 한 다음 황산 (1 + 10)을 넣어 약산성으로 하고 정제수를 넣어 정

확히 1 000 mL로 한다.

3.7.10 비소 (As) 표준액 (0.001 mg/mL)

비소 (As) 표준원액 10 mL를 정확히 취하여 정제수를 넣어 정확히 1 000 mL로 한다.

3.7.11 비소 (As) 표준액 (0.0001 mg/mL)

비소 (As) 표준액 (0.001 mg/mL) 10 mL를 정확히 취하여 염산 (1 + 1) 2 mL와 정제수를 넣어 정확히 100 mL로 한다.

3.7.12 아연 (Zn) 표준원액 (0.1 mg/mL)

금속아연 (순도 99.9 %이상) 0.100 g을 정확히 달아 염산 (1 + 3) 5 mL에 녹인 후 1 000 mL 부피플라스크에 넣고 정제수를 표선까지 채운다.

3.7.13 아연 (Zn) 표준용액 (0.01 mg/mL, 0.002 mg/mL)

아연 표준원액 100 mL, 20 mL씩을 정확히 취하여 정제수를 넣어 정확히 1 000 mL로 한다.

3.7.14 염화 이온 (Cl⁻) 표준용액

100 °C ~ 105 °C로 건조한 염화소듐 (표준시약, NaCl) 0.261 g을 1 L 부피플라스크에 취하여 정제수에 녹여 1 L로 한다.

3.7.15 염화 이온 (Cl⁻) 표준원액 (1 mg/mL)

염화소듐을 미리 약 600 °C에서 약 1 시간 가열한 후, 건조용기에서 방치하여 냉각한다. 이것을 1.648 g을 정확히 취하여 소량의 정제수로 녹인 후, 1 000 mL 부피플라스크에 옮기고 정제수를 가하여 표선까지 맞춘다.

3.7.16 염화 이온 (Cl⁻) 표준용액 (0.1 mg/mL)

부피플라스크 100 mL에 3.7.15에서 제조한 염화 이온 (Cl^-) 표준원액 (1 mg/mL)을 정확히 10 mL을 취해 정제수를 가하여 표선까지 맞춘다.

3.7.17 염화 이온 (Cl^-) 표준용액 (0.01 mg/mL)

부피플라스크 100 mL에 3.7.16에서 제조한 염화 이온 (Cl^-) 표준원액 (0.1 mg/mL)를 정확히 10 mL 취해 정제수를 가하여 표선까지 맞춘다. 사용 시에 제조한다.

3.7.18 염화수소 바탕기체 (zero air)

고순도 질소나 외기를 솟이나 3 % H_2O_2 가 담긴 흡수관에 통과시킨 정화된 공기를 사용하며 어느 경우에도 염화수소가 최고 관측농도의 0.25 %를 넘지 말아야 한다.

3.7.19 염화수소 표준기체

100 ppm ~ 200 ppm 정도의 염화수소 표준기체를 준비한다.

3.7.20 철 (Fe) 표준원액 (1.0 mg/mL)

황산철(II)암모늄육수화물 (표준시약) 7.02 g을 염산 (1 + 1) 20 mL와 소량의 정제수에 녹이고 정제수를 넣어 정확히 1 000 mL로 한다. 또는 금속 철 (순도 99.9 % 이상) 1.000 g을 정확히 달아 6 mol/L HNO_3 50 mL에 녹이고, 1 L 부피플라스크에 넣어 (부피분율 2 %) HNO_3 으로 표선까지 채운다.

3.7.21 철 (Fe) 표준용액 (0.1 mg/mL, 0.01 mg/mL)

철 (Fe) 표준원액 100 mL, 10 mL를 정확히 취하여 정제수를 넣어 정확히 1 000 mL로 한다.

3.7.22 카드뮴 (Cd) 표준원액 (0.1 mg/mL)

금속 카드뮴 (99.9 % 이상) 0.100 g을 질산 (1 + 1) 20 mL에 녹이고 가열하여 질소산화

물을 추출한 다음 정제수를 넣어 정확히 1 000 mL로 한다.

3.7.23 카드뮴 (Cd) 표준액 (0.01 mg/mL, 0.001 mg/mL)

카드뮴 (Cd) 표준원액 100 mL, 10 mL씩을 정확히 취하여 정제수를 넣어 정확히 1 000 mL로 한다.

3.7.24 크로뮴 (Cr) 표준원액 (1 mg/mL)

다이크로뮴산포타슘 (표준시약) 0.283 g을 정제수에 녹여 정확히 100 mL로 한다.

3.7.25 크로뮴 (Cr) 표준용액 (0.1 mg/mL)

크로뮴 (Cr) 표준원액 (1 mg/mL) 100 mL씩을 정확히 취하여 정제수를 넣어 정확히 1 000 mL로 한다.

3.7.26 페놀 (C_6H_5OH) 표준원액 (약 1 g/L)

페놀 1 g을 정제수에 녹여 정확히 1 000 mL로 하고 냉암소에 보관한다.

3.7.27 페놀 (C_6H_5OH) 표준용액 (50 mg/L)

페놀 50 mg에 대응하는 페놀 표준원액의 mL 수를 정확히 취하여 정제수를 넣어 정확히 1 000 mL로 한다. 사용할 때 조제한다.