

조제해수염화마그네슘

Crude Magnesium Chloride(Sea Water)

정 의 이 품목은 해수 및 염지하수(단, 염지하수의 경우, 「먹는물관리법」(환경부 법률)의 염지하수의 수질기준에 적합한 것)로부터 염화칼륨 및 염화나트륨을 석출·분리하여 얻어진 것으로서 주성분은 염화마그네슘이다.

함 량 이 품목은 염화마그네슘($MgCl_2=95.21$)으로서 12.0~30.0%를 함유한다.

성 상 이 품목은 무~옅은 황색의 액체로서 쓴맛이 있다.

확인시험 (1) 이 품목에 수산화나트륨시액을 가할 때, 백색의 겔상의 침전이 생기며, 이 액의 일부에 요오드시액을 가할 때, 침전은 암갈색으로 변한다. 또한, 나머지 액의 일부에 과량의 수산화나트륨시액을 가하여도 침전은 녹지 않는다.

(2) 이 품목은 확인시험법 중 염화물의 (가)의 반응을 나타낸다.

순도시험 (1) 황산염 : 이 품목 0.25g을 정밀히 달아 물을 가하여 녹인 다음 100mL로 한다. 이 액 2mL를 취하여 시험용액으로 하여 황산염시험법에 따라 시험할 때, 그 양은 0.01N 황산 0.5mL에 대응하는 양 이하이어야 한다.

(2) 브롬화물 : 이 품목 1.0g을 정밀히 달아 물을 가하여 500mL로 하고 이 액 10mL를 취한 다음 물을 가하여 100mL로 한다. 다시 이 액

2mL를 취하여 물 3mL, 희석페놀레드시액 2mL 및 클로라민T용액(1→10,000) 1mL를 가한 다음 즉시 혼합하고 2분간 방치한 후 0.1N 치오황산나트륨용액 0.15mL를 가하여 혼합한 후 물을 가해서 10mL로 한 액을 시험용액으로 한다. 따로, 브롬화칼륨을 110℃에서 4시간 건조한 후 2.979g을 정밀히 달아 물을 가하여 1,000mL로 하고, 다시 이 액 1mL를 정확히 취한 다음 물을 가하여 1,000mL로 한다. 이 액 5mL를 취하여 희석페놀레드시액 2mL 및 클로라민T용액(1→10,000) 1mL를 가해 주고 즉시 흔들어 섞는다. 이하 시험용액과 동일하게 조작하여 대조액으로 한다. 물을 대조액으로 하여 시험용액 및 대조액의 흡광도를 파장 590nm에서 측정할 때, 시험용액의 흡광도는 대조액의 흡광도보다 커서는 아니 된다.

희석페놀레드시액

제 1 액 : 페놀레드 0.033g에 수산화나트륨용액(2→25) 1.5mL 및 물을 가하여 녹이고 100mL로 한다.

제 2 액 : 황산암모늄 0.025g에 물 235mL를 가하여 녹이고, 수산화나트륨용액(2→25) 105mL 및 초산(3→25) 135mL을 가하여 잘 섞는다.

제 1 액 10mL과 제 2 액 190mL을 잘 섞고 필요하면 수산화나트륨용액(2→25) 또는 초산(3→25)을 가하여 pH 4.7로 조정한다.

(3) 아연 : 이 품목 4g을 정밀히 달아 물을 가하여 40mL로 한 액을 시험용액으로 한다. 시험용액 30mL를 취하여 초산 5방울 및 페로시아나화칼륨용액(1→20) 2mL를 가하여 흔들어 섞고 10분간 방치할 때, 이 액의

탁도는 아연표준용액 14mL를 달아 시험용액 10mL 및 물을 가하여 30mL로 한 다음 초산 5방울 및 페로시아안화칼륨용액(1→20) 2mL를 가하고 흔들어 섞고 10분간 방치한 액의 탁도 이하이어야 한다(아연으로서 70ppm 이하).

아연표준용액 : 황산아연 4.4g을 정밀히 달아 물에 녹여 1,000mL로 하고, 이 액 10mL에 물을 가하여 1,000mL로 한다. 이 액 1mL는 Zn 0.01mg을 함유한다.

(4) 칼슘 : 정량법의 시험용액 20mL를 정확하게 취한 다음 물을 가하여 100mL로 한 다음 주석산용액(1→5) 0.2mL를 가해 주고 다시 트리에탄올아민용액(3→10) 10mL, 수산화칼륨용액(1→10) 10mL를 가해 주고 5분간 방치한 후 즉시 0.01M 이.디.티.에이.용액으로 적정하여[지시약 : 2-옥시-1-(2'-옥시-4'-설포-1'-나프틸아조)-3-나프토엔산시약 0.1g] 그 소비량을 b(mL)로 한다. 종말점은 액의 적자색이 완전히 소실하여 청색으로 되는 때로 한다.

다음 계산식에 따라 칼슘의 양을 구할 때, 그 양은 칼슘으로서 4.0% 이하이어야 한다.

$$\text{칼슘(Ca)의 양(\%)} = \frac{b \times 0.4008}{\text{검체의 채취량(g)}}$$

(5) 나트륨 : 이 품목 1.0g을 정밀히 달아 물을 가하여 녹여 1,000mL로 한 후 다시 이 액 10mL를 취하고 물을 가하여 200mL로 한 액을 시험용액으로 한다. 따로, 염화나트륨을 130℃에서 2시간 건조한 다음 2.542g을 정밀히 달아 물을 가하여 1,000mL로 하고, 이 액 2mL를 정확히

취해 물을 가하여 1,000mL로 한 액을 대조액으로 한다. 시험용액 및 대조액을 다음의 조작조건으로 원자흡광광도법의 화염방식에 의해 시험할 때 또는 별도로 유도결합플라즈마발광광도법에 따라 시험할 때, 그 양은 4.0% 이하이어야 한다.

조작조건

광 원 램 프 : 나트륨중공음극램프

파 장 : 589.0nm

조연성가스 : 공기

가연성가스 : 아세틸렌

(6) 칼륨 : 순도시험 (5)의 시험용액을 사용하여 시험한다. 따로, 염화칼륨을 105℃에 2시간 건조한 다음 1.907g을 정밀히 달아 물을 가하여 1,000mL로 한다. 이 액 3mL를 취해 물을 가하여 정확히 1,000mL로 한 액을 대조액으로 한다. 시험용액 및 대조액을 다음의 조작조건으로 원자흡광광도법의 화염방식에 의해 시험할 때 또는 별도로 유도결합플라즈마발광광도법에 따라 시험할 때, 그 양은 6.0% 이하이어야 한다.

조작조건

광 원 램 프 : 칼륨중공음극램프

분석선파장 : 766.5nm

조연성가스 : 공기

가연성가스 : 아세틸렌

(7) 비소 : 이 품목을 비소시험법에 따라 시험할 때, 그 양은 4.0ppm

이하이어야 한다.

(8) 납 : 「메타인산나트륨」의 순도시험 (2)에 따라 시험한다(4.0ppm 이하).

정 량 법 이 품목 약 2g을 정밀히 달아 물을 가하여 200mL로 한 액을 시험용액으로 한다. 이 액 5mL를 취하여 물 50mL 및 암모니아·염화암모늄완충액(pH 10.7) 5mL를 가해 주고 0.01M 이.디.티.에이.용액으로 적정하여 소비량 a(mL)를 구한다(지시약 : 에리오크롬블랙T 시액 2방울). 종말점은 액의 적색이 청색으로 되는 때로 한다. 순도시험 (4)에서 구한 소비량 b(mL)를 이용하여 다음 계산식에 따라 함량을 구한다.

$$\text{염화마그네슘 (MgCl}_2\text{)의 함량(\%)} = \frac{(a - 0.25b) \times 0.952 \times 200}{\text{검체의 채취량(g)} \times 5 \times 1,000} \times 100$$

$$0.01\text{M 이.디.티.에이.용액 } 1\text{mL} = 0.952\text{mg MgCl}_2$$