

33. 색소시험법

가. 물불용물

검체 2g에 열탕 200mL를 가하여 잘 흔들어 섞은 다음 방냉하고 불용물을 미리 무게를 단 도가니형 유리여과기(1G4)로 여과하여 씻은 액이 무색이 될 때까지 물로 씻고 유리여과기와 같이 135°C에서 3시간 건조한 다음 데시케이터에서 식히고 평량한다.

나. 염화물 및 황산염

검체 약 0.1g을 정밀히 달아 물을 가하여 녹이고 정확히 100mL로 한 것을 시험용액으로 한다. 별도로 500~600°C에서 1시간 건조한 염화나트륨(표준시약) 0.165g을 정밀히 달아 물을 가하여 녹여 1,000mL로 한 것을 염화물이온표준원액으로 한다. 또한 100°C에서 2시간 건조한 황산나트륨 0.148g을 정밀히 달아 물을 가하여 녹여 1,000mL로 한 것을 황산이온표준원액으로 한다. 이 염화물이온 및 황산이온의 표준원액 각각 0.2mL, 1mL, 10mL 및 50mL를 취하여 각각에 물을 가하여 정확히 100mL로 한 것을 표준용액으로 한다. 시험용액 및 표준용액 각각 20 μ L 취하여 다음의 조작조건으로 이온크로마토그래피를 행한다. 먼저 각각의 표준용액의 염화물이온 및 황산이온의 피크면적을 측정하여 검량선을 작성한 후 시험용액의 염화물이온 및 황산이온의 피크면적을 측정하여 검량선으로부터 각각의 이온량을 구하고, 여기에서 얻어진

이온량에 염화물이온은 1.65, 황산이온은 1.48을 곱하여 시험용액 중 염화나트륨 및 황산나트륨의 농도를 구하여 검체 중 함량을 산출한다.

조작조건

검 출 기 : 전기전도도검출기

칼럼충진제 : 전다공성음이온교환체

칼 럼 : 내경 2~4mm, 길이 20~25cm의 스테인레스관 또는 플라스틱관

용 리 액 : 1.8mM 탄산나트륨용액

1.7mM 탄산수소나트륨용액

유 속 : 1.0~1.5mL/min

다. 중 금 속

검체 2.5g을 취하여 강열잔류물시험법과 같이 처리하여 완전히 회화시키고 이에 염산 3mL를 가하여 저어 섞고, 다시 물 7mL를 가하여 흔들어 섞은 다음 정량분석용여과지(5종C)로 여과한다. 여과지상의 잔류물을 묽은염산 5mL 및 물 5mL로 씻고 그 씻은 액을 여액에 합쳐 A액으로 하고 이에 물을 가하여 50mL로 한 액을 시험용액으로 한다. 다만, 크롬 및 망간을 시험할 경우에는 다음 조작을 추가한다. 앞의 여과지상의 잔류물을 여과지와 같이 105℃에서 건조한 다음, 백금도가니에 넣어 약 450℃로 가열하여 회화시킨다. 이에 무수탄산나트륨 1~2g을 가하여 마개를 덮고 가열하여 녹인다.

식힌 다음 물 10mL를 가하고 염산 3~6mL를 적가하여 산성으로 한 다음, 이를 소량의 물을 써서 비이커에 옮기고 세게 저어 섞은 다음 A액과 합치고 물을 가하여 50mL로 하여 시험용액으로 한다. 따로 검체를 쓰지 아니하고 검체의 경우와 같이 처리하여 공시험용액을 만든다.

(1) 아연 : 시험용액 2.5mL에 염산(1→4) 10mL 및 물을 가하여 50mL로 한 액을 B액으로 한다. 따로, 공시험용액 2.5mL에 아연표준용액 2.5mL, 염산(1→4) 10mL 및 물을 가하여 50mL로 한 액을 대조액으로 한다. B액 및 대조액을 다음의 조작조건으로 원자흡광광도법에 따라 시험할 때, B액의 흡광도는 대조액의 흡광도보다 높아서는 아니 된다 (200ppm 이하).

조작조건

가연성가스 : 아세틸렌

조연성가스 : 공기

램프 : 아연중공음극램프

파장 : 213.9nm

(2) 크롬 : 따로 규정이 없는 한, 시험용액 10mL에 염산(1→4) 10mL 및 물을 가하여 50mL로 한 액을 C액으로 한다. 따로, 공시험용액 10mL에 크롬표준용액 10mL, 염산(1→4) 10mL 및 물을 가하여 50mL로 한 액을 대조액으로 한다. C액 및 대조액을 다음의 조작조건으로 원자흡광광도법에 따라 시험할 때, C액의 흡광도는 대조액의 흡광도보다 높아서는 아니 된다(50ppm 이하).

조작조건

가연성가스 : 아세틸렌

조연성가스 : 공기

램프 : 크롬중공음극램프

파장 : 357.9nm

(3) 철 : 시험용액 2mL에 염산(1→4) 10mL 및 물을 가하여 50mL로 한 액을 D액으로 한다. 따로, 공시험용액 2mL에 철표준용액 5mL, 염산(1→4) 10mL 및 물을 가하여 50mL로 한 액을 대조액으로 한다. D액 및 대조액을 다음의 조작조건으로 원자흡광광도법에 따라 시험할 때, D액의 흡광도는 대조액의 흡광도보다 높아서는 아니 된다(500ppm 이하).

조작조건

가연성가스 : 아세틸렌

조연성가스 : 공기

램프 : 철중공음극램프

파장 : 248.3nm

(4) 망간 : 따로 규정이 없는 한, 시험용액 4mL에 염산(1→4) 10mL 및 물을 가하여 50mL로 한 액을 E액으로 한다. 따로, 공시험용액 4mL에 망간표준용액 1mL, 염산(1→4) 10mL 및 물을 가하여 50mL로 한 액을 대조액으로 한다. E액 및 대조액을 다음의 조작조건으로 원자흡광광도법에 따라 시험할 때, E액의 흡광도는 대조액의 흡광도보다 높아서는 아니 된다(50ppm 이하).

조작조건

가연성가스 : 아세틸렌

조연성가스 : 공기

램프 : 망간중공음극램프

파장 : 279.5nm

(5) 기타의 중금속 : A액에 물을 가하여 50mL로 한다. 이 액 20mL를 취하여 네슬러관에 넣고 페놀프탈레인시액 1방울을 가하여 액이 홍색을 나타날 때까지 암모니아시액을 가한 다음, 초산(1→4) 2mL를 가하고 필요시 여과한다. 여과지를 물로 씻은 다음 물을 가하여 50mL로 한 것을 H액으로 한다.

따로 공시험용액 20mL를 정량하여 네슬러관에 넣고 납표준용액 2.0mL 및 페놀프탈레인시액 1방울을 가하여 H액과 마찬가지로 조작한 것을 I액으로 한다.

양 액에 황화나트륨시액을 2방울씩을 가하여 흔들어 섞고 5분간 방치할 때, H액의 색은 I액의 색보다 진해서는 아니 된다(20ppm 이하).

라. 부정색소

표준원액 5.0mL, 2.0mL 및 1.0mL을 달아 초산암모늄 액을 가하여 각각 정확히 100mL로 한 것을 표준용액으로 한다. 시험용액 및 표준용액 각각 20 μ L씩을 취하여 아래의 조작조건으로 액체크로마토그래피를 하여 시험용액의 부정색소의 피크면적을 측정하고 검량선으로 부터

각각의 색소량을 구하여 그 합계치를 구한다.

조작조건

검출기 : 가시부흡수검출기

칼 럼 : 5 μ m의 화학결합형 C₁₈칼럼(내경 4~6mm, 길이 15~30cm) 또는 이와 동등한 것

유 속 : 1mL/min

측정파장 : 515nm

이 동 상 : A : 초산암모늄용액(7.7→1,000)

B : 아세토니트릴 : 메탄올(70 : 30)

A액 : B액(100 : 0)→A액 : B액(30 : 70) 25분

마. 미반응원료 및 반응중간체

표준원액 5.0mL, 2.0mL 및 1.0mL을 달아 따로 초산암모늄 용액을 가하여 각각 정확히 100mL로 한 것을 표준용액으로 한다. 시험용액 및 표준용액 각각 20 μ L씩을 달아 각각의 액에 대하여 아래의 조작조건으로 액체크로마토그래피를 하여 시험용액의 미반응원료 및 반응중간체의 피크면적을 측정하여, 검량선으로부터 그 양을 구한다.

조작조건

검 출 기 : 자외부흡수검출기

칼 럼 : 5 μ m의 화학결합형 C₁₈칼럼(내경 4~6mm, 길이 15~30cm) 또는 이와 동등한 것

유 속 : 1mL/min

측정파장 : 290nm

이 동 상 : A : 초산암모늄용액(7.7→1,000)

B : 아세트니트릴 : 메탄올(70 : 30)

A액 : B액(100 : 0)→A액 : B액(30 : 70) 50분

바. 비술포화방향족제1급아민

(1) 아닐린으로서

검체 약 2g을 정밀히 달아, 물 100mL가 들어간 분액깔때기에 넣고 물 50mL를 가하여 녹이고, 수산화나트륨용액(4→100) 5mL 및 초산에틸 50mL를 가하여 흔들어 혼합추출한다. 초산에틸층을 분취한 후 물층에 초산에틸 50mL를 가하여 흔들어 섞고 혼합하여 추출한다. 초산에틸추출액을 합하여 수산화나트륨용액(4→1,000)으로 빛깔이 없어질 때까지 수세한다. 이 초산에틸추출액을 염산(3→10) 10mL로 3회 추출하고 염산추출액을 합하여 물을 가하여 정확히 100mL로 한 것을 A액으로 한다. A액 10mL를 시험관에 넣고 10분간 얼음 속에서 냉각하고 브롬화칼륨용액(1→2) 1mL 및 아질산나트륨용액(1→30) 0.05mL를 가하여 혼합하고 10분간 얼음 속에서 방치한다.

이 혼합액을 0.05mol/L 3-히드록시-2,7-나프탈렌술포산이나트륨용액 1mL 및 탄산나트륨용액(1→10) 10mL를 미리 넣은 25mL의 메스플

라스크에 옮겨 물을 가하여 정확히 25mL로 하여 15분간 그늘에서 방치하여 시험용액으로 한다.

따로 아닐린 10mg를 달아 염산(3→10) 30mL를 가하여 녹이고, 여기에 물을 가하여 정확히 100mL로 한다. 이 용액 2.0mL를 달아 염산(1→10)을 가하여 100mL로 한다. 이 액을 A액과 마찬가지로 조작하여 비교액으로 하여 흡광도를 측정한다.

시험용액의 경우에는 A액 10mL를 25mL의 메스플라스크에 넣고 0.05mol/L 3-히드록시-2,7-나프탈렌술폰산이나트륨용액 1mL 및 탄산나트륨용액(1→30) 10mL를 가하고 물을 가하여 정확히 25mL로 한 것을 대조액으로 하여 비교액의 경우에는 염산(1→10) 10mL에 0.05mol/L 3-히드록시-2,7-나프탈렌술폰산이나트륨용액 1mL 및 탄산나트륨용액(1→30) 10mL를 가하고 물을 가하여 정확히 25mL로 한 것을 대조액으로 하여 각각의 액에 대하여 510nm에서 흡광도를 측정할 때 시험용액의 흡광도는 비교액의 흡광도 이하이어야 한다.

사. 정 량 법

(1) 삼염화티탄법

(가) 규정량의 시험용액을 취하여 500mL 삼각플라스크에 넣고 구연산나트륨 15g 및 물을 가하여 약 200mL로 한 다음 이 액 중에 이산화탄소를 통하면서 동시에 세계 끓이면서 0.1N 삼염화티탄용액으로 적정한다. 종말점은 검체의 고유색이 없어진 때로 한다.

(나) 구연산나트륨 대신 주석산수소나트륨 15g을 써서 (가)와 같이 시험한다.

(다) 구연산나트륨 대신 주석산수소나트륨 15g을 써서 (가)와 같이 시험한다.

다만, 지시약으로서 식용색소녹색제2호용액(1→1,000) 10mL를 쓰며 따로 같은 방법으로 공시험을 한다.

(2) 중량법

규정량의 시험용액을 취하여 500mL 비이커에 넣고 끓인 다음 염산(1→50) 25mL를 가하여 다시 끓인다. 다음 비이커의 내벽을 물 약 5mL로 씻고 시계접시로 덮어 수욕상에서 약 5시간 가열한 다음 방냉하고, 침전을 미리 무게를 단 유리여과기(1G4)로 여과한 다음 염산(1→200) 10mL씩으로 3회 씻고, 다시 물 약 10mL씩으로 2회 씻는다.

이 침전을 유리여과기와 같이 135℃에서 3시간 건조한 다음 데시케이터에서 식히고 평량한다.