

### 34. 색소레이크시험법

#### 가. 염산 및 암모니아불용물

검체 2g을 취하여 물 20mL를 가하여 섞은 다음 염산 20mL를 가하여 잘 저어 섞고 다시 열탕 300mL를 가하여 잘 흔들어 섞는다. 다음 시계접시로 덮고 수욕상에서 30분간 가열하여 정치하고 식힌 다음, 상징액을 미리 무게를 단 유리여과기(1G4)로 여과한 다음 물 약 30mL로 불용물을 여과기에 옮겨 물 5mL씩으로 2회 씻고, 다시 1% 암모니아용액으로 씻은 액이 거의 무색이 될 때까지 씻은 다음 1% 염산 10mL로 씻고, 씻은 액이 질산은시액으로 변하지 아니할 때까지 물로 씻는다. 유리여과기와 같이 135℃에서 3시간 건조한 다음 데시케이터 중에 방냉하고 평량한다.

#### 나. 비 소

검체 0.5g을 백금제, 석영제 또는 자제도가니에 취하여 질산마그네슘의 에탄올용액(1→10) 20mL를 넣고 에탄올에 점화하여 연소시킨 다음 서서히 가열하여 450~550℃로 회화한다. 만일 탄화물이 존재하면 소량의 질산으로 적신 다음 다시 강열하고 450~550℃로 회화한다.

식힌 다음 잔류물에 염산 6mL를 가하고 필요하면 물 약 10mL를 가하여 수욕상에서 가온하여 냉각시킨 후 물을 가하여 25mL로 한 것을 시험용액으로하여 비소시험법에 따라 시험할 때, 이에 적합하여야 한다.

다만, 표준용액은 비소표준용액 2mL를 취하여 검체의 경우와 같이 처리하여 만든다(4ppm 이하).

#### 다. 중 금 속

검체 2.5g을 취하여 강열잔류물시험법과 같은 방법으로 조작하여 완전히 회화하고 이에 염산 5mL 및 질산 1mL를 가하여 덩어리를 충분히 부수어 수욕상에서 증발건고한다. 다시 염산 5mL를 가하여 덩어리를 충분히 부수어 수욕상에서 증발건고한다.

잔류물에 묽은 염산 10mL를 가하여 가열하여 녹인다. 식힌 다음 정량분석용여과지(5종C)를 사용하여 여과하고, 여과지상의 잔류물을 묽은 염산 약 30mL로 씻고, 씻은 액을 여액에 합하여 수욕상에서 증발건고한다. 이어서 이 잔류물에 묽은 염산 10mL를 가하여 가열하여 녹이고 식힌 다음 여과한다. 용기 및 여과지를 소량의 물로 씻은 다음 여액 및 씻은 여액을 합치고, 물을 가하여 50mL로 한 액을 시험용액으로 한다. 따로 검체를 쓰지 아니하고 검체의 경우와 같이 처리하여 공시험용액을 만든다.

(1) 아연 : 시험용액 10mL에 염산(1→4) 10mL 및 물을 가하여 50mL로 한 액을 A액으로 한다. 따로, 공시험용액 10mL에 아연표준용액 2.5mL, 염산(1→4) 10mL 및 물을 가하여 50mL로 한 액을 대조액으로 한다. A액 및 대조액을 다음의 조작조건으로 원자흡광광도법에 따라 시험할 때, A액의 흡광도는 대조액의 흡광도보다 높아서는 아니

된다(50ppm 이하).

#### 조작조건

가연성가스 : 아세틸렌

조연성가스 : 공기

램프 : 아연중공음극램프

파장 : 213.9nm

(2) 철 : 시험용액 4mL에 염산(1→4) 10mL 및 물을 가하여 50mL로 한 액을 B액으로 한다. 따로 공시험용액 4mL에 철표준용액 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(250ppm 이하).

#### 조작조건

가연성가스 : 아세틸렌

조연성가스 : 공기

램프 : 철중공음극램프

파장 : 248.3nm

(3) 기타의 중금속 : 시험용액 40mL에 물을 가하여 50mL로 하여 이를 E액으로 한다. 따로 공시험용액 40mL 및 납표준용액 2mL에 물을 가하여 50mL로 하여 이를 F액으로 한다. 양 액에 황화나트륨시액 2방울씩을 가하여 흔들어 섞고 5분간 방치할 때, E액의 색은 F액의 색보다 진하여서는 아니 된다(20ppm 이하).

## 라. 바륨

검체 1g을 백금도가니에 취하여 강열잔류물시험법에 따라 회화하고 이에 무수탄산나트륨 5g을 가하여 잘 섞은 다음 마개를 막고 가열하여 녹인다. 다시 10분간 계속 가열하여 식힌 다음 물 20mL를 가하고 수욕상에서 가열하여 용해물을 녹인다.

식힌 다음 여과하고 여과지상의 잔류물을 씻은 액이 황산염의 반응을 나타내지 아니할 때까지 물로 씻고 여과지상의 잔류물을 여과지와 같이 비이커에 옮겨 묽은 염산 30mL를 가하여 잘 흔들어 섞은 다음 끓인다. 식힌 다음 여과하고 여과지상의 잔류물을 물 10mL로 씻고, 씻은 액을 여액에 합쳐 수욕상에서 증발건고한다. 잔류물에 물 5mL를 가하여 녹이고 필요하면 여과한 후 묽은 염산 0.25mL를 가하여 잘 섞어주고 이에 물을 가하여 25mL로 한 액을 시험용액으로 한다. 따로, 바륨 표준용액 0.5mL에 묽은 염산 0.25mL 및 물을 가하여 25mL로 한 액을 대조액으로 한다. 시험용액 및 대조액을 유도결합플라즈마발광광도법에 따라 시험할 때, 시험용액의 발광강도는 대조액의 발광강도보다 높아서는 아니 된다(500ppm 이하).

## 마. 정 량 법

(1) 규정량의 검체를 취하여 500mL 광구삼각플라스크에 넣고, 묽은 황산 20mL를 가하여 잘 흔들어 섞은 다음 열탕 50mL를 가하고 가열하

여 녹인다. 다시 열탕 150mL를 추가한 다음 구연산나트륨 15g을 가하고 액 중에 이산화탄소를 통하면서 동시에 격렬히 끓이면서 0.1N 삼염화티탄용액으로 적정한다. 종말점은 검체의 고유한 색이 없어진 때로 한다.

(2) 구연산나트륨 대신 주석산수소나트륨 15g을 써서 위 (1)과 같은 방법으로 시험한다.

(3) 구연산나트륨 대신 주석산수소나트륨 15g을 써서 위 (1)과 같은 방법으로 시험한다. 다만, 지시약으로서 **라이트그린SF옐로위시용액** (1→1,000) 10mL를 쓰며 따로 같은 방법으로 공시험을 한다.