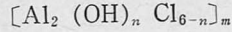


水道用포리鹽化알미늄(PAC)

(水道用鹽基性鹽化알미늄)



JWWA 規格

K114-1974

1. 適用範圍: 이 規格은 水道用포리鹽化알미늄에 대하여 規定한다.

2. 品 質: 水道用포리鹽化알미늄은 無色 乃至는 淡黃褐色의 透明한 液體이며 4. 試驗方法에 의하여 試驗하여 다음 規格에 適合하여야 한다.

比重(20°C)	1.19以上
酸化알미늄(Al ₂ O ₃)	10.0~11.0
鹽基度(%)	45~60
pH值(1% 溶液)	3.5~5
黃酸이온(SO ₄ ²⁻)(%)	3.5以下
암모니아性窒素(N)(ppm)	100以下
砒素(A _s)(ppm)	5以下
鐵(Fe)(%)	0.01以下
망강(Mn)(ppm)	25以下
카드뮴(Cd)(ppm)	2以下
鉛(Pb)(ppm)	10以下
水銀(Hg)(ppm)	0.2以下
크롬(Cr)(ppm)	10以下

3. 試料採取方法: 試料의 採取는 全體를 代表할 수 있도록 需給當事間의 協約에 따라 合理的인 方法을 택한다.

4. 試驗方法

4.1 一般事項

1) 이 試驗方法에 있어서 共通事項은 JIS k0050(化學分析通則), 吸光光度法에 있어서는 JIS K0115(吸光光度分析方法通則), 原子吸光光度法에 있어서는 JIS K0121(原子吸光分析方法通則)에 의거한다.

2) 化學分析通則中の 물은 이 試驗方法에 있어서는 精製水라고 부르고, 그것의 導電率은 3 μ v/cm以下로 한다.

3) 原子吸光光度法에서 使用하는 試藥은 原子吸光分析作用을 使用하는 것을 권장한다.

4.2 比重 이 方法은 試料를 20°C에서 比重計를 使用하여 測定한다.

1) 器 具

(1) 無色유리圓筒 높이 約 30cm의 것

(2) 標準比重計 No.9 (比重1, 180~1,240)

2) 試驗操作 試料의 適量을 無色유리 圓筒에 넣고 잘 混合하면서 液溫을 20°C로 유지한후 標準比重計를 조용히 띄우고 註¹ 比重計의 눈금과 液이 접촉하는 部分의 上部의 눈금을 읽어 註² 值를 比重으로 한다.

註 1. 이 경우 比重計의 위끝을 쥐고 液中에 천천히 띄우고 露出部에 液이 묻지 않도록 注意하여야 한다.

註 2. 눈금을 읽는 方法은 메니스커스(液面과의 接線)의 上部를 읽는것이고 下部는 읽지 않는다.

4.3 酸化알미늄. 이 方法은 酸을 加하여 重合알미늄을 알미늄이온으로 變化시키고 알미늄量에 對하여 餘分의 에티렌디아민 四酢酸-나트륨(EDTA)를 加하여 酢酸나트륨 緩衝液을 使用하여 pH值를 約 3으로 調整하고 加熱하여 키레트의 生成을 完結시킨후 冷却하여 pH를 5~6으로 調整한 뒤 키시레놀오렌지를 指示藥으로하여 餘分의 EDTA를 鹽化亞鉛溶液으로 逆滴定하여 決定한다.

1) 試 藥

(1) EDTA液(約 0.05M): 에티렌四酢酸-나트륨(2水鹽) 19g를 精製水에 녹여서 1l로 한다.

(2) 키시레놀오렌지指示藥: 키시레놀오렌지 0.1g를 精製水에 녹여 100ml로 한다.

(3) 酢酸나트륨 緩衝液: 酢酸나트륨(3水鹽) 272g를 精製水에 녹여 1l로 한다.

(4) 0.02M鹽化亞鉛溶液: 미리鹽酸(3N), 精製水, 아세톤을 使用하여 順次的으로 씻은 뒤 直時로 鹽化칼슘메시케타 또는 黃酸메스케타 中에서 24時間 保有한 亞鉛(標準試藥) 1,308g를 비카에 取하고 精製水 約 20ml 및 鹽酸 7ml를 加하여 水浴上에서 데워서 溶解시킨다. 冷却後 메스후라스크 1l에 옮기고 비카는 精製水로 잘 씻고 씻은물도 메스후라스크에 합쳐서 精製水로 全量을 1l로 한다.

2) 試驗操作: 試料 約 10g를 正確히 計量하여 메스후라스크 500ml에 넣고 精製水의 全量을 500ml로 만들고 그것 20ml를 正確히 三角후라스크 200ml에 取하여 鹽酸(1N) 2ml 註¹를 加하여 約 1分間 끓이고 식은후

EDTA溶液 20ml를 正確히 加한다. 다음에 酢酸나트륨緩衝液을 使用하여 pH值를 約 3 (Thymolblue pH 試驗紙로 確認)으로 한후 約 2分間 끓이고 식힌후 酢酸나트륨緩衝液 約5ml 註² 및 키시레놀 오렌지指示藥 2~5滴을 加하여 0.02M 鹽化亞鉛溶液을 滴加하여 溶液의 淡黃色이 약간 赤色으로 될때까지 滴定하여 여기에 所要된 鹽化亞鉛의 ml數 (a)를 求한다.

따라서 室試驗으로 精製水 約 20ml에 窒酸(1N) 2ml를 加하고 여기에 EDTA溶液 20ml를 正確히 加하여 上記한 바와 同一하게 處理하여 0.02M 鹽化亞鉛溶液으로 滴定하여 여기에 所要된 鹽化亞鉛溶液의 ml數(b)를 求하여 다음式에 의하여 酸化알미늄의 %를 算出한다.

$$\text{酸化알미늄}(Al_2O_3\%) = (b-a) \frac{1.02}{\text{試料}(g) \times \frac{20}{500} \times 1000} \times 100$$

註1. pH值를 1~2로 한다.

註2. pH值를 5~6으로 調整한다.

4.4 鹽基度 이 방법은 試料를 鹽酸으로 끓여서 分解시킨후 알미늄을 弗化카륨으로 沈澱시켜 靑닐프타렌을 指示藥으로 하여 水酸化나트륨 溶液으로 滴定하여 鹽基度を 求한다.

1) 試藥

(1) 0.5NHCl : HCl 45~50ml를 精製水로 1l를 만든다. 이 溶液의 Factor를 定할려면 미리 白金도가니에 넣어서 500~650°C에서 1時間 乾燥시킨후 테시케부中에서 放冷한 炭酸나트륨(標準試藥) 0.5~0.7g를 正確히 計量하여 精製水 20ml를 넣어서 녹이고 MR混合指示藥 數滴을 加한 후 上記 HCl으로 液相이 紫紅色으로 變할때 까지 滴定하고 여기에 所要된 HCl의 ml數(a)를 求하여 다음式에 의하여 HCl의 Factor를 算出한다.

$$F_{actor}(F) = \frac{1000 \times \text{炭酸나트륨의採取量}(g)}{26,497 \times a}$$

(2) 0.5水酸化나트륨溶液 : 精製水 約 100ml를 三角후레스크 200ml에 넣고 여기에 水酸化나트륨 約 100g를 發熱을 注意하면서 棼棼히 加하며 유리막대기로 잘 混合하면서 녹여 飽和溶液을 만들고 고무막개를 막아 하루밤 靜置한다. 그것의 上澄液 約 25ml를 無炭酸精製水로 1l를 만든다.

이 溶液의 Factor를 定할려면 0.5N HCl 25ml를 正確히 白磁접시에 取하고 靑닐프타렌指示藥 2~3滴을 加한후 上記 水酸化나트륨溶液을 滴加하여 그때 그때 유리막대기로 교반하면서 液相이 微紅色으로 될때 까지 滴定한다.

여기에 所要된 水酸化나트륨 溶液의 ml數(a)를 求하여 다음式에 의하여 Factor를 算出한다.

$$\text{Factor}(F) = \frac{25f}{a}$$

$$f = 0.5N \text{ HCl의 Factor}$$

(3) 弗化카륨溶液 : 弗化카륨(無水) 250g를 精製水에 녹여 500ml로 하고 이것을 여과지 (2種)으로 여과한다.

(4) MR混合指示藥 : mefhyrel 0.02g 및 Brom-cresclgreen 0.1g을 Ethylalcohol (95V/V%) 100ml에 용해시킨다.

(5) Phenolphtalein指示藥 : Phenolphtalein 0.5g을 Ethylalcohol (50V/V%) 100ml에 녹여서 液相이 微紅色으로 될때 까지 NaoH 溶液 (0.02N)를 滴加한다.

(6) 無炭酸精製水 : 再蒸溜한 精製水를 끓여서 CO기타의 揮發物을 除去한후 空氣中에서 CO₂를 吸收하지 않도록 常溫까지 放冷한 精製水.

2) 試驗操作 : 試料 約 2g를 正確히 計量하여 精製水 20~30ml로 Cornical becher 200ml에 옮긴다. 여기에 0.5NHCl 25ml를 正確히 加하여 시계접시로 덮고 水浴上에서 10分間 加熱한다.

다음에 室溫까지 冷却하고 KF 溶液 25ml를 단번에 加하여 混合한 후 Phenolphtalein 指示藥 約 5滴을 加하고 直時 0.5N NaoH 溶液으로 液相이 微紅色이 될때까지 滴定하고 여기에 所要된 0.5N NaoH 溶液의 ml數(a)를 求한다.

따로 空試驗液으로서 精製水 25ml에 대하여 試料와 同一하게 處理하여 0.5N NaoH 溶液의 ml數(b)를 求하여 다음式에 의하여 鹽基度を 算出한다.

$$\text{水酸基當量} = \frac{(b-a)F}{2000}$$

$$F = 0.5N \text{ NaoH 溶液의 Factor}$$

$$\text{Aluminium當量} = \frac{\text{試料}(g) \times \frac{Al_2O_3\%}{100} \times 0.5293}{8.994}$$

$$\text{鹽基度}(\%) = \frac{\text{水酸基當量}}{\text{Aluminium當量}} \times 100$$

4.5 pH值 : 試料의 1W/V% 溶液에 대한 pH值를 求한다.

1) 器具

pH計 : 그라스電極 pH計(型式 II)

2) 試驗操作 : 試料 1g를 正確히 計量하여 messflask 100ml에 넣고 精製水로 全量을 100ml로 하고 잘 混合하여 이것을 檢液으로 한다. 이 檢液을 Beacher에 取하고 약 20°C를 유지하면서 pH計로 測定한다.

4.6 硫酸이온 : 이 방법은 試料에 黃酸을 加하여 加熱分解하여 30~40%의 Ethylalcohol 溶液으로 하여 加溫, 이것에 窒酸鉛溶液을 넣어서 生成되는 黃酸鉛의 沈澱을 酢酸 Ammonium 酢酸緩衝液에 溶解시켜 Cu-PAN을 指示藥으로서 EDTA 溶液으로 滴定하여 黃酸 Ion의 量을 求한다.

1) 試藥

(1) 窒酸鉛溶液 : 窒酸鉛 17g를 精製水에 녹여서 1l로 한다.

(2) 酢酸 Ammonium, 酢酸緩衝液 酢酸 Ammonium 15.42g를 取하여 精製水 약 500ml에 녹이고 이것에 酢酸 (99~100%) 35ml를 加하고 다시 精製水를 넣어서 1l로 만든다. (이 溶液의 pH値는 約 4.2이다)

(3) Cu-PAN指示藥 1-(2-Pyridylazo)-2-Naphtol와 Ethylenediamine 四酢酸=Natrium銅 (4水鹽)을 1:11.1의 比率로 混合한것 1g를 Ethylalcohol (60~70V/V%)에 녹여서 100ml로 하여 그 上澄液을 使用한다.

(4) 0.05 M·EDTA溶液 Ethylenediamine四酢酸=Natrium(2水鹽) 19g를 精製水에 녹여서 1l로 만든다.

이 溶液의 Factor를 定하려면 0.02M 鹽化亞鉛液 50ml를 正確히 Becher 300ml에 取하고 이것에 酢酸 Ammonium 酢酸緩衝液 約 80ml를 加하여 加熱하고 Cu-PAN指示藥 4~5滴을 加한 후 0.05M EDTA 溶液으로 赤色이 黃色으로 變할 때까지 滴定하여 여기에 所要되는 EDTA溶液의 ml數(a)를 求하여 다음式에 의하여 0.05M EDTA溶液의 Factor를 算出한다.

$$\text{Factor}(F) = \frac{50}{a} \times \frac{0.02M}{0.05M}$$

0.05M EDTA溶液 1ml는 黃酸이온 4,803mg에 相當한다.

2) 試驗操作 : 試料 약 10g를 正確히 計量하여 mess-flask 500ml에 넣고 精製水로 全量을 500ml로 만들고 그것의 20ml를 正確히 Becher 200ml에 取하고 이것에 窒酸(1N) 2ml를 加하여 加熱한다. 다음에 精製水를 넣어서 약 40ml로 하고 80°C의 水浴中에 浸漬하고 이것에 Ethylalcohol (99~100%) 30ml, 窒酸 鉛溶液 約 10ml를 淸淨히 넣어 黃酸鉛의 白色沈澱을 生成시키고 約 10分間 保溫하여 沈澱을 熟成시킨다.

다음에 물로 冷却시킨후 여과지 (No.6)로 걸르고 Ethylalcohol (20V/V%) 20~30ml를 使用하여 沈澱을 씻는다. 이 操作을 3回 반복한 후 沈澱을 全部 여과지 위에 모은다.

다음에 沈澱을 여과지와 함께 저음Becher속에 넣고

이것에 酢酸 Ammonium 酢酸緩衝液 80~100ml를 加하고 加熱하여 沈澱을 完全히 녹인 후 Cu-PAN 指示藥 4~5滴을 加하여 液溫을 80~100°C로 유지하면서 0.05MEDTA溶液으로 液相의 赤色이 黃色으로 變할때 까지 滴定한다. 여기에 所要된 EDTA溶液의 ml數(a)를 求하여 다음式에 의하여 黃酸의 Ion (SO₄²⁻)의 %를 算出한다.

$$\begin{aligned} \text{黃酸 Ion}(SO_4^{2-} \%) &= \\ aF \times \frac{4.803}{\text{試料}(g) \times \frac{20}{500}} &\times 100 \\ F &= 0.05M \text{ EDTA 溶液의 Factor} \end{aligned}$$

4.7 Ammonia : 性窒素 : 이 방법은 Aluminium을 水酸化物로서 沈전시키고 그 上澄液에 Nessler 試藥을 加하면 黃褐色으로 된다. 이 色相을 同一하게 處理한 標準液의 色相과 比較하여 Ammonia性 窒素의 量을 求한다.

1) 試藥

(1) Rossel 鹽溶液 酒石酸 : Kaliun-Natrium 100g을 精製水 200ml에 녹이고 GlaseFilter 3G로 여과한 후 Nessler試藥 10ml를 加한다. 이 溶液을 褐色병에 저장하여 그 上澄液을 使用한다.

(2) Nessler試藥 : 活化水銀 35g을 精製水 50~70ml와 함께 乳體 中에서 잘 混合하여 여기에 jodka-liun 25g을 加하여 녹인후 水酸化 Natrium 200g를 精製水 약 800ml에 녹여 10°C以下로 冷却한 液을 淸淨히 넣은후 精製水로 全量을 1l로 만든다. 이 試藥을 褐色병에 저장하여 그것의 上澄液을 使用한다.

(3) 炭酸 Natrium溶液 : 炭酸 Natrium 6g을 精製水에 녹여 200ml로 한다.

(4) Ammonia性 窒素標準原液 : 鹽化 Ammonium 0.382g를 messflask 1l에 取하여 精製水에 녹여 全量을 1l로 하고 그것의 50ml를 다른 messflask 1l에 正確히 取하여 全量을 精製水로 1l를 만든다.

이 溶液 1ml는 Ammonia性窒素 (N) 0.005ml를 含 有한다.

2) 器 具

(1) 光度計 : 光電光度計 또는 光電分光光度計

3) 試驗操作 試料 약 10g를 正確히 計量하여 mess-flask에 넣고 精製水로 全量을 500ml로 하고 그것의 25ml를 正確히 共栓 messcylinder 100ml에 取하여 黃酸 (1N) 1.5ml를 加하여 混合한후 炭酸Natrium 溶液 5ml를 加하여 精製水로 全量을 100ml로 하고 淸淨히 混和한다. 靜置하여 水酸化物을 沈전시켜 그 上澄液 50ml를 淸淨히 比色管에 옮기고 이것에 Rossel鹽 溶液

>67페이지에 계속<