

비소-수소화물생성-원자흡수분광광도법

2017

(Arsenic-Hydride Generation-Atomic Absorption
Spectrophotometry)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 폐기물 중에 비소를 측정방법으로, 전처리한 시료 용액 중에 아연 또는 나트륨붕소수화물을 넣어 생성된 수소화비소를 원자화시켜 193.7 nm에서 흡광도를 측정하고 비소를 정량하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험기준은 액상폐기물 또는 용출용액 중에 비소의 분석에 적용하며, 정량한계는 부록의 표 1에 따른다.

1.3 간섭물질

1.3.1 화학물질이 공기-아세틸렌 불꽃에서 분자상태로 존재하여 낮은 흡광도를 보일 때가 있다. 이는 불꽃의 온도가 너무 낮아 원자화가 일어나지 않는 경우와 안정한 산화물질로 바뀌어 불꽃에서 원자화가 일어나지 않는 경우에 발생한다.

1.3.2 염산 농도에 따라 전이금속에 의한 간섭 영향이 다르므로 저농도의 염산보다는 4 N ~ 6 N 염산을 사용하는 것이 좋다.

1.3.3 질산 분해에 의해 생기는 환원된 산화질소와 아질산염은 수소화비소의 발생을 저하시킬 수 있다.

2.0 용어정의

“내용 없음”

3.0 분석기기 및 기구

3.1 수소화물발생장치

비소 분석을 위하여 회분식 또는 연속흐름방식에 의해 수소화물을 발생시키는 장치로, 상용화된 수소화물 발생장치를 사용하거나, 원자흡수분광광도계(AAS, atomic absorption spectrophotometer)와 호환이 가능하여야 한다.

3.2 가스

3.2.1 원자흡수분광광도계에 불꽃을 만들기 위해 가연성 가스와 조연성 가스를 사용하는데, 일반적으로 가연성기체로 아세틸렌을 조연성기체로 공기를 사용한다.

3.2.2 가연성 가스와 조연성 가스의 혼합비는 감도에 크게 영향을 주므로 최적혼합비를 선택하여 사용한다.

3.2.3 운반 가스로 아르곤 가스(순도 99.99 % 이상)를 사용한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 질산 (nitric acid, HNO_3 , 분자량 : 63.01, 함량 70 %)

4.1.2 황산 (hydrogen sulfate, H_2SO_4 , 분자량 : 98.08, 함량 98 %)

4.1.3 염산 (hydrochloric acid, HCl , 분자량 : 36.46, 함량 36.5 % ~ 38 %)

4.1.4 요오드화칼륨용액

요오드화칼륨 (potassium iodide, KI, 분자량 : 166.00) 15 g을 정제수에 녹여 100 mL로 하며, 사용할 때에 만든다.

4.1.5 나트륨붕소수소화물용액(1 %)

수산화나트륨용액(0.1 M) 400 mL에 나트륨붕소수소화물 (sodium borohydride, NaBH_4 , 분자량 : 37.83) 4 g을 녹인다. 이 용액은 매일 만든다.

4.1.6 이염화주석용액(비소실험용)

이염화주석·2수화물(tin chloride dihydrate, $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 분자량 : 225.66) 40.0 g을 염산 100 mL에 녹여 만들며, 사용할 때에 만든다.

4.1.7 염화철(III)용액(비소실험용)

염화철(III)·6수화물(ferric chloride hexahydrate, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 분자량 : 270.32) 5 g을 염산(1 + 1)(비소실험용) 10 mL와 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.8 아연분말(zinc powder, Zn, 분자량 : 65.41)

지름이 150 μm 이하로서 비소를 함유하지 않은 것을 사용한다.

4.1.9 수산화나트륨용액(0.1 M)

수산화나트륨 (sodium hydroxide, NaOH, 분자량 : 40.00) 4 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

4.2 표준용액

모든 표준원액은 표준용액을 조제하는데 사용한다. 표준원액은 최대 1년까지 사용

할 수 있으나 10 mg/L 이하의 표준용액은 최소한 1개월 마다 새로 조제해야 한다.

4.2.1 비소 표준원액(1,000 mg/L)

ES 06400.2 금속류-유도결합플라즈마-원자발광분광법 4.2.3.1 비소 표준용액(1,000 mg/L)에 따른다.

4.2.2 비소 표준용액(10.0 mg/L)

비소 표준원액(1,000 mg/L) 1.0 mL를 100 mL 부피플라스크에 넣고 염산(1 + 1) 4 mL와 정제수를 표선까지 가하여 조제한다.

4.2.3 비소 표준용액(0.1 mg/L)

비소 표준용액(10.0 mg/L) 1.0 mL를 100 mL 부피플라스크에 넣고 염산(1 + 1) 4 mL와 정제수를 표선까지 가하여 조제한다.

5.0 시료채취 및 관리

폐기물시료 채취 및 관리는 ES 06130.c 시료의 채취에 따른다.

6.0 정도보증/정도관리(QA/QC)

ES 06400.1 금속류-원자흡수분광광도법에 따른다.

7.0 분석절차

7.1 전처리

7.1.1 비소로써 2 µg As/L ~ 30 µg As/L을 함유하는 액상폐기물 또는 용출용액 적당량을 취하여 100 mL로 묽힌 다음 질산 10 mL와 황산(1 + 1) 12 mL를 가한다.

7.1.2 후드(hood) 내에서 가열판 (hot plate) 위에 시료를 놓고 백연 기체가 관찰 될 때까지 (약 20 mL의 부피가 될 때까지) 증발시킨다.

[주 1] 시료가 검게 타지 않아야 한다. 만일 검게 타면 즉시 가열을 중지하고 식힌 다음 질산 3 mL를 가한다.

7.1.3 질산을 과량으로 유지시키기 위해서 소량씩 계속 가한다.

[주 2] (갈색 기체의 발연에 의한 증거로써) 용액이 탁하게 되면 비소가 환원되거나 손실의 원인이 될 수 있다. 시료는 무색 또는 백연 기체가 발생하는 동안에 옅은 노란색을 유지하면, 분해가 완전하게 이루어진 것이다.

7.1.4 시료를 식히고, 정제수 약 25 mL를 가하고, 다시 질소산화물을 방출시키기 위해서 백연 기체가 발생할 때까지 증발시킨다. 분해된 시료를 50 mL 부피플라스크에 옮긴다. 염산 20 mL를 가하고 정제수로 표선까지 채운다.

7.1.5 별도로 7.1.1 ~ 7.1.4 의 조작을 하여 바탕시험 용액을 만든다.

7.2 분석방법

7.2.1 전처리한 시료를 수소화 발생장치의 반응용기에 옮기고 요오드화칼륨용액 5 mL를 넣어 흔들어 섞고 약 30분간 방치하여 시료용액으로 한다.

7.2.2 수소화 발생장치를 원자흡수분광분석장치에 연결하고 전체 흐름 내부에 있는 공기를 아르곤가스로 치환시킨다.

7.2.3 아연분말 약 3 g 또는 나트륨붕소수소화물(1 %) 용액 15 mL를 신속히 반응용기에 넣고 자석교반기로 교반하여 수소화 비소를 발생시킨다.

7.2.4 수소화 비소를 아르곤-수소불꽃 중에 주입하여 193.7 nm에서 흡광도를 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 비소의 양을 구하고 농도(mg/L)를 산출한다.

7.3 검정곡선의 작성

7.3.1 비소 표준용액(0.1 mg/L) 0 mL, 5 mL ~ 50 mL를 단계적으로 취하여 100

mL 부피플라스크에 넣고 정제수로 표선까지 채운다. 이 중 50 mL를 취하여 7.1과 같은 방법으로 전처리 한다.

7.3.2 7.2와 같은 방법으로 시험하여 비소의 양과 흡광도와의 관계를 구한다.

8.0 결과보고

8.1 농도계산

최종 용액 중에 비소 측정값으로부터 다음의 식을 사용하여 폐기물 중에 비소의 농도를 계산한다.

$$\text{폐기물 중 비소의 농도(mg/L)} = \frac{(C_1 - C_0)}{V_0} \times V_s \quad (\text{식 1})$$

여기서,

C_1 : 검정곡선에서 얻어진 분석시료의 비소 농도(mg/L)

C_0 : 검정곡선에서 얻어진 바탕시험용액의 비소 농도(mg/L)

V_0 : 전처리에 사용된 시료량(mL)

V_s : 전처리 후 표선맞춘 시료량(mL)

9.0 참고자료

9.1 US EPA Method 7000A, 1992, Atomic Absorption Methods.

9.2 Standard Method 3110, 1993, Metals by atomic absorption spectrometry.

9.3 Standard Method 3010 B, 1993, Metal Sampling and sample preservation.

9.4 US EPA Method 7000B, 1992, Flame Atomic Absorption Spectrophotometry.

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.005 mg/L
검정곡선	결정계수(R2) $\geq$ 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 < 20 %
정밀도	상대표준편차가 25 % 이내
정확도	75 % ~ 125 %