

금속류-흑연로 원자흡수분광광도법

2024

(Metals-Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 금속류를 분석하기 위하여, 일정 부피의 시료를 전기적으로 가열된 흑연로 등에서 용매를 제거하고, 전류를 다시 급격히 증가시켜 2 000 K ~ 3 000 K 온도에서 원자화시킨 후 각 원소의 고유 파장에 대한 흡광도를 측정하여 시료 중의 원소농도를 정량하는 방법으로 분석이 가능한 원소는 구리, 납, 니켈, 망간, 바륨, 비소, 셀레늄, 수은, 아연, 주석, 철, 카드뮴, 크롬, 6가 크롬, 알킬 수은 등이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 지표수, 지하수, 하·폐수 등에 적용할 수 있으며, 금속의 분석 시 선택파장, 불꽃연료, 정량한계는 부록의 표 1을 참조한다.

1.3 간섭종류

1.3.1 매질 간섭

시료의 매질로 인한 원자화 과정상에 발생하는 간섭이다. 매질개선제 (matrix modifier) 및 수소(5 %)와 아르곤(95 %)을 사용하여 간섭을 줄일 수 있다.

1.3.2 메모리 간섭

고농도 시료분석 시 충분히 제거되지 못하고 잔류하는 원소로 인해 발생하는 간섭이다. 흑연로 온도 프로그램 상에서 충분히 제거되도록 설정하거나, 시료를 희석하고 바탕시료로 메모리 간섭 여부를 확인한다.

1.3.3 스펙트럼 간섭

다른 분자나 원소에 의한 파장의 겹침 또는 흑체 복사에 의한 간섭으로 발생한다. 매트릭스개선제 (matrix modifier)를 사용하여 간섭을 배제할 수 있다.

2.0 용어정의

2.1 매트릭스 개선제 (matrix modifier)

흑연로 원자흡수분광광도법으로 분석 시 감도 개선과 간섭현상 감소를 위하여 시료 및 표준물질에 첨가하는 화합물로서 부록의 표 2에 나타내었다.

2.2 속빈 음극램프

원자흡수 측정에 사용하는 가장 보편적인 광원으로 네온이나 아르곤가스를 1 torr ~ 5 torr의 압력으로 채운 유리관에 텅스텐 양극과 원통형 음극을 봉입한 형태의 램프이다.

3.0 분석기기 및 기구

3.1 원자흡수분광광도계 (AAS, atomic absorption spectrophotometer)

원자흡수분광광도계는 일반적으로 광원부, 시료원자화부, 파장선택부 및 측광부로 구성되어 있으며 단광속형과 복광속형으로 구분된다. 다원소 분석이나 내부표준물질법에 사용할 수 있는 다중 채널형 (multi-channel)도 있다.

3.1.1 가스

아르곤-공기 또는 질소-공기가 사용된다. 공기는 공기압축기 또는 일반 압축공기 실린더 모두 사용 가능하다. 99.999 % 이상의 고순도 아르곤 또는 고순도 질소가 사용된다.

3.1.2 램프

단일파장램프가 권장되나 다중파장램프도 사용가능하다.

3.1.3 원자화 장치

가로 또는 세로 형태의 흑연로 가열장치와 흑연로 튜브 (graphite tube)를 사용한다. 흑연로 가열장치는 초당 2 000 °C 이상 가열할 수 있는 것을 사용하여야 하며, 흑연로 튜브는 일정 회수(20회 ~ 30회)이상 사용하면 교체하여야 한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 일반시약

ES 04400.1e 금속류-불꽃 원자흡수분광광도법에 따른다.

4.1.2 매질개선제

4.1.2.1 일반적으로 많이 사용되는 매질개선제는 300 mg의 팔라듐 (Pd, palladium) 분말을 질산원액 1 mL(필요시 0.1 mL 염산 첨가)에 녹인 후 200 mg의 질산마그네슘 (magnesium nitrate, $Mg(NO_3)_2$, 분자량 : 148.31)을 정제수에 녹여 각 용액을 한 개의 100 mL 부피플라스크에 혼합하여 정제수로 희석하여 사용한다.

4.1.2.2 다른 종류의 매질개선제를 사용할 경우는 부록의 표 2를 참조하여 적절한 농도의 매질개선제를 제조하여 사용한다.

4.2 표준용액

ES 04400.1e 금속류-불꽃 원자흡수분광광도법에 따른다.

5.0 시료채취 및 관리

ES 04130.1f 시료의 채취 및 보존 방법에 따른다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

ES 04400.1c 금속류-불꽃 원자흡수분광광도법에 따른다.

7.0 분석절차

7.1 전처리

ES 04150.1c 시료의 전처리방법에 따른다.

7.2 분석방법

7.2.1 기기업체에서 제공하는 매뉴얼에 따라 분석하고자 하는 원소의 속빈 음극램프를 설치하고 프로그램 상에서 분석파장을 선택한다.

[주 1] 기기 제조회사에서 제시하는 파장의 조건을 따를 수 있다.

7.2.2 원자화과정에서 빛 산란에 의한 영향을 받기 쉬운 350 nm 이하의 파장선택시 바탕값 보정을 수행한다.

7.2.3 기기업체에서 제공하는 매뉴얼에 따라 최대 감도 및 최적의 바탕값을 얻도록 흑연로의 온도 프로그램을 설정한다.

7.2.4 시료 건조단계의 온도를 용매의 끓는점보다 약간 높게 설정하여, 끓어오름 없이 완전한 기화가 이루어지도록 한다.

7.2.5 표준용액을 사용하여 0.2 ~ 0.5 범위의 흡광도를 얻을 수 있도록 시료의 원자화 온도를 설정한 후 분석을 수행한다.

7.3 검정곡선의 작성

7.3.1 검정곡선법

7.3.1.1 항목별 표준용액을 시료의 농도에 따라 0 mL ~ 25 mL 범위 내에서 100 mL 부피플라스크에 단계적으로 취한다.

7.3.1.2 여기에 시료 용액과 동일한 조건이 되도록 산을 가한 후 정제수를 표선까지 채운다. 이 용액에 대해 표준용액의 농도와 흡광도에 대한 검정곡선을 작성한다.

7.3.1.3 정제수를 취하여 표준용액과 유사한 용매 조건이 되도록 정제수에 산을 가하여 조제한다. 이 용액에 대해 흡광도를 측정하여, 표준용액에 대해 얻은 흡광도를 보정하고 분석항목 각각의 농도와 흡광도와의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

7.3.2 표준물질첨가법

7.3.2.1 시료 적당량(75 mL 미만)을 3 개 ~ 5 개의 100 mL 부피플라스크에 동일한 양을 첨가한다.

7.3.2.2 항목별 표준용액을 시료의 농도에 따라 0 mL 부터 순차적으로 25 mL 까지 시료가 들어있는 부피플라스크에 단계적으로 첨가하고 정제수로 표선까지 채운다.

7.3.2.3 작성된 관계식으로부터 관계식의 기울기와 절편을 구하고 8.2 표준물질첨가법에 의한 계산식에 따라 농도를 구한다.

8.0 결과보고

8.1 검정곡선법

$$\text{농도 (mg/L)} = (y-b) / a \quad (\text{식 1})$$

여기서, y : 시료의 흡광도

b : 검정곡선의 절편

a : 검정곡선의 기울기

8.2 표준물질첨가법

$$\text{농도 (mg/L)} = (y-b) / a \quad (\text{식 2})$$

여기서, y : 표준물질이 첨가되지 않은 시료의 흡광도

b : 표준물질 첨가에 따른 관계식의 절편

a : 표준물질 첨가에 따른 관계식의 기울기

9.0 참고자료

9.1 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23rd ed, Part 3113. “Metals by electrothermal atomic absorption spectrometry”, APHA, AWWA, WEF, (2017)

9.2 EPA Methods 200.9, Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes “Trace Elements in Water by GFAA-Method 200.9 Revision 2.2”, US EPA, (1994)

10.0 부록

표 1. 흑연로 원자흡수분광광도법의 원소별 선택파장¹

원소명	선택파장 (nm)	정량한계 (mg/L)
Cu	324.7	0.005
Pb	283.3 / 217.0	0.005
Ni	232.0	0.005
Mn	279.5	0.001
Ba	553.6	0.01
As	193.7	0.005
Se	196.0	0.005
Sn	224.6	0.002
Fe	248.3	0.005
Cd	228.8	0.0005
Cr	357.9	0.005

¹ : US Standard Method 3113, Metals by Electrothermal Atomic Absorption Spectrometry (1999)

표 2. 흑연로 원자화법에 사용되는 원소별 매질개선제¹

매질개선제 (modifier)	해당 원소
1 500 mg Pd/L + 1 000 mg Mg(NO ₃) ₂ /L	As, Cu, Mn, Se, Sn,
500 ~ 2 000 mg Pd/L + 환원제	As, Cd, Cr, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb
5 000 mg Mg(NO ₃) ₂ /L	Cr, Fe, Mn
100 ~ 500 mg Pd/L	As, Sn
50 mg Ni/L	As, Se
2 % PO ₃ ⁴⁻ + 1 000 mg Mg(NO ₃) ₂ /L	Cd, Pb

¹ : US Standard Method 3113 Metals by Electrothermal Atomic Absorption Spectrometry (1999)