

비소-자외선/가시선 분광법 (Arsenic UV/Visible Spectrometry)

2024

2026년 폐지 예정

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 비소를 측정하는 방법으로, 3가 비소로 환원시킨 다음 아연을 넣어 발생하는 수소화비소를 다이에틸다이티오카바민산은 (Ag-DDTC)의 피리딘 용액에 흡수시켜 생성된 적자색 착화합물을 530 nm에서 흡광도를 측정하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 지표수, 하·폐수 등에 적용할 수 있으며, 정량한계는 0.004 mg/L이다.

1.3 간섭물질

1.3.1 안티몬 또한 이 시험 조건에서 스티빈 (stibine, SbH_3)으로 환원되고 흡수용액과 반응하여 510 nm에서 최대 흡광도를 갖는 붉은 색의 착화합물을 형성한다. 안티몬이 고농도의 경우에는 이 방법을 사용하지 않는 것이 좋다.

1.3.2 높은 농도(> 5 mg/L)의 크롬, 코발트, 구리, 수은, 몰리브덴, 은 및 니켈은 비소 정량을 방해한다.

1.3.3 황화수소 (H_2S) 기체는 비소 정량에 방해하므로 아세트산납을 사용하여 제거하여야 한다.

2.0 용어정의

“내용 없음”

3.0 분석기기 및 기구

3.1 셀 (cells)

분광광도계용 클로로폼이나 피리딘 증발을 막기 위해 마개가 있는 10 mm 셀을 사용한다.

3.2 수소화비소 발생 및 흡수 장치

수소화비소 발생 및 흡수 장치는 아래 그림 1과 같다.

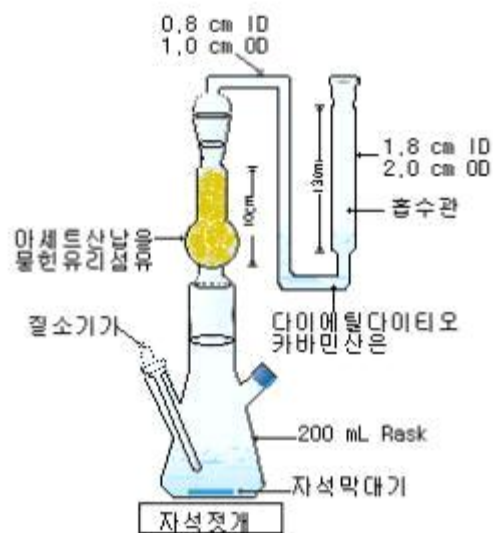


그림 1. 수소화비소 발생장치와 흡수관

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 다이에틸다이티오카바민산은용액 A

다이에틸다이티오카바민산은 (silver diethyldithiocarbamate, $(C_2H_5)_2NCS_2Ag$) 1 g을 피리딘 200 mL에 녹인다. 피리딘의 불쾌한 냄새가 난다고 느낀다면 다이에틸다이티오카바민산은 용액 B를 사용할 수 있다.

4.1.2 다이에틸다이티오카바민산은용액 B

다이에틸다이티오카바민산은 (silver diethyldithiocarbamate, $(C_2H_5)_2NCS_2Ag$) 1 g과 1-에페드린 (1-ephedrine) 0.330 g을 클로로폼에 녹여 200 mL가 되도록 한다.

4.1.3 수산화소듐용액 (10 %)

수산화소듐 (sodium hydroxide, NaOH, 분자량 : 40.00) 100 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

4.1.4 아세트산납(II)용액

아세트산납·3수화물 (lead(II) acetate trihydrate, $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$) 10 g에 아세트산 1 방울을 넣고 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.5 아연분말

지름이 150 μm 이하로서 비소를 함유하지 않은 것을 사용한다.

4.1.6 요오드화포타슘용액

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

4.1.7 염산 (hydrochloric acid, HCl, 분자량 : 36.45, 함량 : 36.5 % ~ 38.0 %)

4.1.8 이염화주석용액

이염화주석·2수화물 (tin(II)chloride dihydrate, $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 분자량 : 225.66) 40 g을 염산 100 mL에 녹이며, 사용할 때에 만든다.

4.1.9 질산 (nitric acid, HNO_3 , 분자량 : 63.02, 함량 : 70 %)

4.1.10 황산 (sulfuric acid, H_2SO_4 , 분자량 : 98.08 , 함량 : 95 % 이상)

4.2 표준용액

4.2.1 비소 표준원액 (1 000 mg /L)

삼산화비소 (arsenic trioxide, As_2O_3 , 분자량 : 197.84) 1.32 g을 1 L 부피플라스크에 넣고 수산화소듐용액(20 %) 5 mL에 녹이고, 정제수 약 400 mL를 넣고 황산 (1 + 19)으로 중화한 후 정제수를 넣어 1 L로 하여 사용하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

4.2.2 비소 표준용액(100 mg/L)

비소 표준원액(1 000 mg/L) 5.0 mL를 정확히 취하여 50 mL 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 가하여 제조한다.

4.2.3 비소 표준용액(1.0 mg/L)

비소 표준용액(100 mg/L) 1.0 mL를 정확히 취하여 100 mL 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 가하여 제조한다. 이 용액은 사용 시 항상 새로 조제한다.

5.0 시료채취 및 관리

ES 04130.1f 시료의 채취 및 보존 방법에 따른다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

ES 04401.2d 구리-자외선/가시선 분광법에 따른다.

7.0 분석절차

7.1 전처리

7.1.1 비소로써 2 μg As ~ 30 μg As를 함유하도록 시료 적당량 취한 다음 진한 질산 10 mL와 황산(1 + 1) 12 mL를 가한다.

7.1.2 후드 속에서 가열판 (hot plate) 위에 시료를 놓고 삼산화황 (SO_3) 기체가 관찰될 때까지(약 20 mL의 부피가 될 때까지) 증발시킨다.

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

7.1.3 질산을 과량으로 유지시키기 위해서 소량씩 계속 가한다. (갈색 기체의 발연에 의한 증거로써) 용액이 탁하게 되면 비소가 환원되거나 손실의 원인이 될 수 있다. 시료는 무색 또는 삼산화황 (SO_3) 기체가 발생하는 동안에 옅은 노란색을 유지하면, 분해가 완전하게 이루어진 것이다.

7.1.4 시료를 식히고, 정제수 약 25 mL를 가하고, 다시 질소산화물을 방출시키기 위해서 삼산화황 (SO_3) 기체가 발생할 때까지 증발시킨다. 분해된 시료를 50 mL 부피플라스크에 옮긴다. 진한염산 20 mL를 가하고 정제수로 표선까지 채운다.

7.2 분석방법

7.2.1 전처리에서 얻은 시험용액을 수소화비소 발생병 (A)에 옮기고, 요오드화포타슘용액 15 mL를 넣어 2 분 ~ 3 분간 방치한 다음 이염화주석 (SnCl_2) 용액 5 mL를 넣어 섞고, 10 분간 방치한다.

7.2.2 아세트산납 용액에 유리섬유 (또는 솜)를 담근 다음 꺼내어 짜고 거름종이 사이에 유리섬유 (또는 솜)를 넣고 압착한 후 데시케이터에서 건조시킨다. 황화수소 (H_2S) 제거관에 건조된 유리섬유 (또는 솜)를 채운다. 그리고 수소화 비소 발생장치

를 연결한 다음 다이에틸다이티오카바민산은 용액 5 mL를 흡수관에 넣는다.

7.2.3 질소 기체를 수소화 비소 발생장치에 연결하고 60 mL/min의 속도로 불어 넣는다. 질소 기체를 불어넣으면서 아연 분말 약 3 g을 넣고 상온에서 30분 동안 수소가스를 발생시킨다. 이때 부수적으로 발생하는 수소화비소를 다이에틸다이티오카바민산은용액에 흡수시킨다.

7.2.4 이 흡수용액의 일부를 흡수셀(10 mm)에 넣고 분광광도계를 사용하여 다이에틸다이티오카바민산은 용액 A (또는 다이에틸다이티오카바민산은 용액 B)를 대조액으로 한다. 다이에틸다이티오카바민산은 용액 A를 위해서는 파장 530 nm부근에서 흡광도를 측정하고, 다이에틸다이티오카바민산은 용액 B를 위해서는 파장 510 nm에서 흡광도를 측정한다. 7.2에 따라 작성한 검량곡선으로부터 시험용액 중의 비소의 양을 구하여 시료 중의 비소의 농도를 측정한다.

7.3 검정곡선의 작성

7.3.1 비소 표준용액 (1.0 mg/L) 0 mL, 2 mL ~ 10 mL를 단계적으로 취하여 100 mL가 되도록 한 다음 7.1과 같은 방법으로 전처리한다.

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

8.0 결과보고

검정곡선은 농도에 대한 흡광도로 작성한다. 시료의 농도는 표준용액의 흡광도에 대한 시료의 흡광도를 비교하여 계산한다.

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

여기서, y : 시료의 흡광도

b : 검정곡선의 절편

a : 검정곡선의 기울기

9.0 참고자료

9.1 EPA Methods 206.4, Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes
“Arsenic (Spectrophotometric, SDDC)” US EPA, (1974)

9.2 EPA Methods 206.5, Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes
“Arsenic(Sample Digestion prior to Total Arsenic Analysis by Silver
Diethyldithiocarbamate or Hydride Procedures)” US EPA, (1978)

9.3 JIS K 0102 : 2016 Testing methods for industrial wastewater, 61, “Arsenic(As)”,
Japanese Standards Association, (2016).

9.4 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23rd ed,
3500-As C, “Silver Diethyldithiocarbamate Method”, APHA, AWWA, WEF, (2017)

9.5 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23rd ed,
3010 B, “Metal Sampling and sample preservation”, APHA, AWWA, WEF, (2017)

9.6 먹는물공정시험기준 ES 05405.c, “비소”, 국립환경과학원, (2023)

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.004 mg/L
검정곡선	결정계수 (R^2) ≥ 0.98
정밀도	25 % 이내
정확도	75 % ~ 125 %