

셀레늄-수소화물생성법-원자흡수분광광도법

2024

(Selenium-Hydride Generation-Atomic Absorption Spectrometry)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 셀레늄을 측정하는 방법으로, 소듐붕소수화물(NaBH_4)을 넣어 수소화 셀레늄으로 포집하여 아르곤(또는 질소)-수소 불꽃에서 원자화시켜 196.0 nm에서 흡광도를 측정하고 셀레늄을 정량하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 지표수, 지하수, 하·폐수 등에 적용할 수 있으며, 정량한계는 0.005 mg/L이다.

1.3 간섭물질

높은 농도의 크롬, 코발트, 구리, 수은, 몰리브덴, 은 및 니켈은 셀레늄 분석을 방해한다.

2.0 용어정의

“내용 없음”

3.0 분석기기 및 기구

3.1 수소화물 발생장치

수소화 발생장치는 상용화된 수소화물 발생장치를 사용하거나 아래 그림 1과 같은 수소화물 발생장치를 사용할 수 있다.

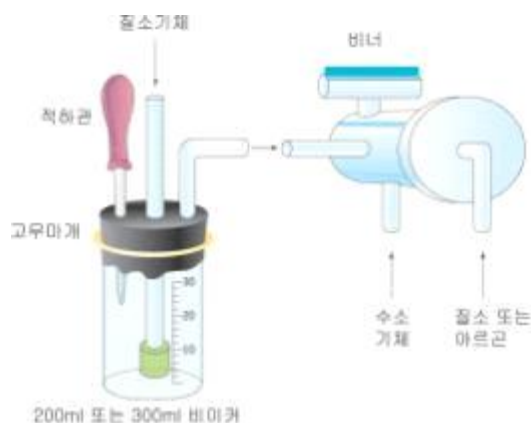


그림 1. 원자흡수분광광도계를 위한 수소화셀레늄 발생장치

3.2 기체

셀레늄 분석에 아르곤-수소 또는 질소-수소 기체를 사용한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 소듐붕소수소화물용액(1 %)

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

4.1.2 수산화소듐용액(0.1 M)

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

4.1.3 아연분말

지름이 150 μm 이하로서 셀레늄을 함유하지 않은 것을 사용한다.

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

4.1.5 요오드화포타슘용액

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

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

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

4.2 표준용액

ES 04400.1e 금속류-불꽃 원자흡수분광광도법의 4.2.6 셀레늄 표준용액에 따른다.

5.0 시료채취 및 관리

ES 04130.1f 시료의 채취 및 보존 방법에 따른다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

ES 04400.1e 금속류-불꽃 원자흡수분광광도법에 따른다.

7.0 분석절차

7.1 전처리

7.1.1 셀레늄으로써 2 $\mu\text{g Se/L}$ ~ 30 $\mu\text{g Se/L}$ 을 함유하는 시료 적당량을 취하여 100 mL로 묽힌 다음 진한질산 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.

[주 2] (갈색 기체의 발연에 의한 증거로써) 용액이 탁하게 되면 셀레늄이 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.

7.1.5 분해된 시료를 50 mL 부피플라스크에 옮긴다. 진한염산 20 mL를 가하고 정제수로 표선까지 채운다.

7.2 분석방법

7.2.1 전처리한 시료를 수소화 발생장치의 반응용기에 옮기고 요오드화포타슘용액 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 소듐붕소수화물(1 %) 용액 15 mL를 신속히 반응용기에 넣고 자석교반기로 교반하여 수소화 셀레늄을 발생시킨다.

7.2.4 수소화 셀레늄을 아르곤-수소불꽃 중에 주입하여 196.0 nm에서 흡광도를 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 셀레늄의 양을 구하고 농도 (mg/L)를 산출한다. 평균 회수율은 90 % 이상이어야 한다.

7.3 검정곡선의 작성

7.3.1 셀레늄 표준용액(10 mg/L) 0 mL, 0.5 mL ~ 2.5 mL를 단계적으로 취하여 100 mL 부피플라스크에 넣고 정제수로 표선까지 채운다. 이 중 50 mL를 취하여 7.1과 같은 방법으로 전처리한다.

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

8.0 결과보고

8.1 검정곡선법

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 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23rd ed, Part 3110. "Metals by flame atomic absorption spectrometry", APHA, AWWA, WEF, (2017)

9.2 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23rd ed,

Part 3010 B, "Metal Sampling and sample preservation", APHA, AWWA, WEF, (2017)

9.3 EPA Methods 7061A, Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes
"Arsenic-Method 7061A, (AA, Gaseous-Hydride)" US EPA, (1992)

9.4 EPA Methods 7741A, Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes
"Selenium-Method 7741A, (AA, Gaseous Hydride)" US EPA, (1994)

9.5 EPA Methods 206.4A, Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes
"Arsenic-Method 206.4, (Spectro photometric, SDDC)" US EPA, (1974)

9.6 EPA Methods 206.5, Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes
"Arsenic-Method 206.5, (Sample Digestion prior to Total Arsenic Analysis by Silver Diethyldithiocarbamate or Hydride Procedures)" US EPA, (1978)

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.005 mg/L
검정곡선	결정계수 (R^2) ≥ 0.99
검정곡선검증	측정값의 $\pm 15\%$ 이내
정밀도	25 % 이내
정확도	75 % ~ 125 %