

수은-냉증기-원자흡수분광광도법

2024

(Mercury-Cold Vapor-Atomic Absorption Spectrometry)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 수은을 측정하는 방법으로, 시료에 이염화주석(SnCl_2)을 넣어 금속수은으로 환원시킨 후, 이 용액에 통기하여 발생하는 수은증기를 원자흡수분광광도법으로 253.7 nm의 파장에서 측정하여 정량하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 지표수, 하·폐수 등에 적용할 수 있으며, 정량한계는 0.0005 mg/L로 저농도 수은분석시 사용한다.

1.3 간섭물질

1.3.1 시료 중 염화물이온이 다량 함유된 경우에는 환원 조작시 유리염소를 발생하여 253.7 nm에서 흡광도를 나타낸다. 이때는 염산하이드록실아민용액을 과잉으로 넣어 유리염소를 환원시키고 용기 중에 잔류하는 염소는 질소가스를 통기시켜 추출한다.

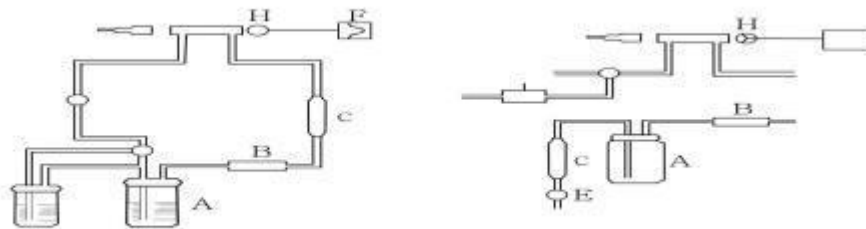
1.3.2 벤젠, 아세톤 등 휘발성 유기물질도 253.7 nm에서 흡광도를 나타낸다. 이때에는 과망간산포타슘 분해 후 헥산으로 이들 물질을 추출 분리한 다음 시험한다.

2.0 용어정의

“내용 없음”

3.0 분석기기 및 기구

3.1 수은 환원기화 장치



<밀폐식 환원기화 장치>

<개방식 환원기화 장치>

- A : 환원용기(300 mL ~ 350 mL의 유리병)
 B : 건조관(입상의 과염소산 마그네슘 또는 염화칼슘으로 충전한 것)
 C : 유량계(0.5 L/min ~ 5 L/min의 유량측정이 가능한 것)
 D : 흡수셀(길이 10 cm ~ 30 cm 석영제)
 E : 송기펌프(0.5 L/min ~ 3 L/min의 송기 능력이 있는 것)
 F : 기록계
 G : 수은속빈 음극램프
 H : 측광부
 I : 세척병 (또는 수은 제거 장치)

그림 1. 수은 환원기화 장치의 구성

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 과망간산포타슘용액(5 %)

과망간산포타슘 (potassium permanganate, KMnO_4 , 분자량 : 158.03) 50 g을 정제수에 녹여 1 L로 한다.

4.1.2 과황산포타슘용액(5 %)

과황산포타슘 (potassium persulfate, $K_2S_2O_8$, 분자량 : 270.32) 50 g을 1 L 정제수에 녹여 조제한다.

4.1.3 암모니아수(1 + 100)

암모니아수 (ammonium hydroxide, NH_4OH , 분자량 : 35.05)와 정제수를 1 : 100 비율로 한다.

4.1.4 염산(1 + 10)

염산 (hydrochloric acid, HCl , 분자량 : 36.46, 함량 : 36.5 % ~ 38.0 %)을 정제수와 부피비 1 : 10이 되도록 혼합한다.

4.1.5 염산하이드록실아민(10 %)

염산하이드록실아민 (hydroxylamine hydrochloride, $NH_2OH \cdot HCl$, 분자량 : 69.49) 10 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.6 이염화주석용액

이염화주석 · 2수화물 (tin(II)chloride dihydrate, $SnCl_2 \cdot 2H_2O$, 분자량 : 225.65) 10 g에 황산(1 + 20) 60 mL를 넣어 섞으면서 가열하여 녹이고 냉각시킨 다음 정제수를 넣어 100 mL로 한다.

4.1.7 황산(1 + 1)

황산 (sulfuric acid, H_2SO_4 , 분자량 : 98.08)과 수은을 함유하지 않은 정제수를 사용하여 각각 부피비가 1 : 1이 되도록 조제한다.

4.1.8 황산(1 + 4)

황산과 수은을 함유하지 않은 정제수를 사용하여 각각 부피비가 1 : 4가 되도록 조제한다.

4.2 표준용액

ES 04400.1e 금속류-불꽃 원자흡수분광광도법의 4.2.7 수은 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 시료 적당량(수은 0.002 mg이하 함유)을 삼각플라스크에 넣고 정제수를 넣어 200 mL로 하고 황산(1 + 1) 20 mL와 질산 5 mL 및 과망간산포타슘용액(5 %) 20 mL를 넣어 흔들어 섞고 약 15 분간 색이 지속될 때까지 반복한다.

7.1.2 과황산포타슘용액(5 %) 10 mL를 넣고 약 95 °C 물중탕으로 2 시간 가열한다. 실온으로 냉각하고 염산하이드록실아민용액(10 %)을 한 방울씩 넣어 과잉의 과망간산포타슘을 분해한 다음 정제수를 넣어 250 mL로 한다.

7.1.3 유기물 및 기타 방해물질을 함유하지 않는 시료는 시료의 전처리를 생략하고 시료를 직접 환원용기에 넣고 황산(1 + 1) 20 mL와 정제수를 넣어 250 mL로 하여 분석시료로 한다.

7.2 분석방법

7.2.1 전처리한 시료 전량을 그림 1의 환원용기에 옮기고 환원기화 장치와 원자흡수분광분석장치를 연결한 다음 환원용기에 이염화주석용액 10 mL를 넣고 송기펌프를 작동시켜 발생한 수은증기를 흡수셀로 보낸다.

[주 1] 유기물 및 기타 방해물질을 함유하지 않는 시료는 시료의 전처리를 생략하고 시료를 직접 환원용기에 넣고 황산(1 + 1) 20 mL와 정제수를 넣어 약 250 mL로 한다음 시료의 시험방법에 따라 시험한다.

7.2.2 253.7 nm에서 흡광도가 상승하여 일정할 때의 값을 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 수은의 양을 구하여 농도를 산출한다. 바탕시험을 행하여 보정한다. 시료의 측정이 끝나면 배기콧을 열고 과망간산포타슘을 함유한 황산(1 + 4)이 들어있는 세척병을 통과시켜 대기 중에 방출한다.

7.2.3 환원기화 장치가 개방식인 경우에는 이염화주석 용액을 넣은 다음 밀폐하여 약 2 분간 세게 흔들어 섞고 펌프의 작동과 동시에 콧을 열어 수은 증기를 흡수셀에 보낸다. 이때에는 흡광도 대신 피크의 높이 또는 면적을 측정하여 계산한다.

7.3 검정곡선의 작성

수은 표준용액(1 mg/L) 0 mL ~ 25 mL를 단계적으로 취하여 황산(1 + 1) 20 mL와 정제수를 넣어 시료와 같은 양으로 하고 분별깔때기에 옮긴 다음 7.2 분석방법에 따라 시험한다.

8.0 결과보고

ES 04400.1e 금속류-불꽃 원자흡수분광광도법에 따른다.

9.0 참고자료

9.1 EPA Methods 245.2, Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes

“Mercury in Water by Automated Cold Vapor Atomic Absorption–Method 245.2”,
US EPA, (1974)

9.2 EPA Methods 200.7, Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes
“Determination of Metals and Trace Elements in Water and Wastes by
Inductively Coupled Plasma–Atomic Emission Spectrometry –Method 200.7”, US
EPA, (1994)

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.0005 mg/L
검정곡선	결정계수 (R^2) ≥ 0.99
검정곡선검증	측정값의 $\pm 15\%$ 이내
정밀도	25 % 이내
정확도	75 % ~ 125 %