

수은-자외선/가시선 분광법
(Mercury-UV/Visible Spectrometry)

2024

2026년 폐지 예정

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 수은을 정량하기 위하여 사용한다. 수은을 황산 산성에서 디티존·사염화탄소로 일차 추출하고 브롬화포타슘 존재하에 황산산성에서 역추출하여 방해성분과 분리한 다음 인산-탄산염 완충용액 존재하에서 디티존·사염화탄소로 수은을 추출하여 490 nm에서 흡광도를 측정하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 지표수, 하·폐수 등에 적용할 수 있으며, 정량한계는 0.003 mg/L 이다.

2.0 용어정의

“내용 없음”

3.0 분석기기 및 기구

“내용 없음”

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 디티존 · 사염화탄소용액(0.01 %)

디티존 (5-Amino-2-benzimidazolethiol, $C_7H_7N_3S$, 분자량 : 165.22) 0.111 g을 사염화탄소 (carbon tetrachloride, CCl_4 , 분자량 : 153.82, 분광계용) 400 mL에 잘 저어주면서 녹이고 거른다. 이 용액을 깔때기에 옮겨 암모니아수(1 + 100) 400 mL를 넣어 흔들어 섞어 디티존을 수층에 옮기고 정치하여 사염화탄소층을 분리한다. 수층에 사염화탄소 50 mL를 넣어 흔들어 씻어주고 정치한다. 사염화탄소층을 분리하고 사염화탄소층이 옅은 녹색이 될 때까지 수층을 반복하여 씻는다. 수층에 사염화탄소 500 mL와 염산(1 + 10) 50 mL를 넣어 흔들어 섞고 디티존을 추출하고 정치하여 전체 사염화탄소층을 합치고 사염화탄소를 넣어 1 000 mL로 한다. 이 용액을 착색병에 넣고 아황산수(포화) 100 mL를 넣어 표면을 덮고 10 °C 이하의 어두운 곳에 보관한다.

4.1.2 디티존 · 사염화탄소용액(0.005 %)

디티존 · 사염화탄소용액(0.01 %)을 사염화탄소로 2 배 희석한다.

4.1.3 디티존 · 사염화탄소용액(0.001 %)

디티존 · 사염화탄소용액(0.005 %)을 사염화탄소로 정확히 5 배 희석한다.

4.1.4 브롬화칼슘 (calcium bromide, $CaBr_2$, 분자량 : 199.89)

4.1.5 암모니아수(1 + 100)

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

4.1.6 염산(1 + 10)

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

4.1.7 인산-탄산염 완충용액

인산일수소소듐 · 12수화물 (disodium hydrogen phosphate, $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, 분자량 : 358.14) 150 g과 무수탄산포타슘 (potassium carbonate anhydrous, K_2CO_3 , 분자량 : 138.21) 38 g을 정제수에 녹여 1 000 mL로 한다. 이 액을 분별깔때기에 옮기고 사이트르산이암모늄용액(10 %)과 같은 방법으로 디티존 · 사염화탄소용액 (0.005 %)으로 씻은 다음 사용한다.

4.1.8 황산용액(0.25 N)

황산 (sulfuric acid, H_2SO_4 , 분자량 : 98.08) 7.5 mL를 정제수 500 mL에 섞으면서 천천히 식혀 1 L로 한다.

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 04401.2d 구리-자외선/가시선 분광법에 따른다.

7.0 분석절차

7.1 전처리

ES 04408.1d 수은-냉증기-원자흡수분광광도법에 따른다.

7.2 분석방법

7.2.1 시료 적당량(수은 0.025 mg/L 이하 함유)을 비커에 취하여 이하 수은분석법(원자흡수분광광도법)의 전처리 방법에 따라 시험하고 정제수를 넣어 일정량(250 mL ~ 500 mL)으로 한다.

7.2.2 전처리한 시료를 분별깔때기에 옮기고 디티존·사염화탄소용액(0.005 %) 20 mL를 넣어 약 2 분간 세게 흔들어 섞고 정치하여 사염화탄소층을 분리한다.

7.2.3 다시 수층에 디티존·사염화탄소(0.005 %) 20 mg씩을 넣고 2 회 이상 반복 추출하여 사염화탄소층을 합한다.

7.2.4 사염화탄소층을 황산용액(0.25 N) 50 mL로 씻어주고 사염화탄소층을 다른 분별깔때기에 옮겨 새로운 황산용액(0.25 N) 50 mL와 브롬화포타슘용액(40 %) 10 mL를 넣고 세게 흔들어 섞은 다음 정치하여 사염화탄소층을 분리하여 버린다.

7.2.5 수층을 정제 사염화탄소 소량으로 씻어주고 수층에 인산-탄산염 완충용액(수은 시험용) 20 mL와 디티존·사염화탄소용액(0.001 %) 10 mL를 넣고 세게 흔들어 섞은 다음 정치하여 사염화탄소층을 분리한다.

7.2.6 사염화탄소층을 건조거름종이로 걸러내어 수분을 제거하고 층장 10 mm 흡수셀에 옮겨 시료용액으로 한다.

7.2.7 따로 시료와 같은 양의 정제수를 비커에 취하여 시료의 전처리 및 시험방법에 따라 시험하여 바탕시험액으로 한다. 바탕시험액을 대조액으로 하여 490 nm에서 시료의 흡광도를 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로 부터 수은의 양을 구하여 농도(mg/L)를 산출한다.

7.3 검정곡선의 작성

7.3.1 수은 표준용액(1.0 mg/L) 0 mL ~ 25 mL를 단계적으로 취하여 황산 (1 + 1) 20 mL와 정제수를 넣어 시료와 같은 양으로 한다.

7.3.2 단계적으로 제조한 검정곡선용 표준용액을 7.2 분석방법에 따라 시험한다.

7.3.3 각 표준용액의 농도에 해당하는 흡광도를 측정하고 각각 표준용액 농도와 흡광도 간의 관계식을 작성한다.

8.0 결과보고

검정곡선은 농도에 대한 흡광도 높이로 작성한다. 시료의 농도는 표준용액의 흡광도 높이에 대한 시료의 흡광도 높이를 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 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	0.003 mg/L
검정곡선	결정계수 (R^2) ≥ 0.98
정밀도	25 % 이내
정확도	75 % ~ 125 %