

알킬수은-기체크로마토그래피

2024

(Alkyl Mercury-Gas Chromatography)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 알킬수은 화합물을 기체크로마토그래피에 따라 정량하는 방법이다. 알킬수은화합물을 벤젠으로 추출하여 L-시스테인용액에 선택적으로 역추출하고 다시 벤젠으로 추출하여 기체크로마토그래프로 측정하는 방법이다.

1.2 적용범위

이 시험기준은 지표수, 지하수, 하·폐수 등에 적용할 수 있으며, 정량한계는 0.0005 mg/L이다.

2.0 용어정의

“내용 없음”

3.0 분석기기 및 기구

3.1 기체크로마토그래프 (gas chromatograph)

3.1.1 컬럼은 안지름 0.20 mm ~ 0.35 mm, 길이 15 m ~ 60 m의 모세관 컬럼이나 이와 동등한 분리능을 가지고 대상 분석 물질의 분리가 양호한 것을 택하여 시

험한다.

3.1.2 운반기체는 순도 99.999 % 이상의 질소 또는 헬륨으로서 유속은 30 mL/min ~ 80 mL/min, 시료주입부 온도는 140 °C ~ 240 °C, 컬럼온도는 130 °C ~ 180 °C로 사용한다.

3.1.3 검출기로 전자포획형 검출기 (ECD, electron capture detector)를 사용하고, 검출기의 온도는 140 °C ~ 200 °C로 한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 무수황산소듐 (sodium sulfate, Na_2SO_4 , 분자량 : 142.02)

4.1.2 벤젠 (benzene, C_6H_6 , 분자량 : 78.11)

4.1.3 L-시스테인-아세트산소듐용액

L-시스테인 염산염 (L-Cysteine Monohydrochloride, $\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_2\text{S}(\text{HCl})\cdot\text{H}_2\text{O}$, 분자량 : 175.64) 1 g, 아세트산소듐 (sodium acetate, $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{Na}$, 분자량 : 82.04) 0.8 g, 무수 황산소듐 (sodium sulfate, Na_2SO_4 , 분자량 : 142.02) 12.8 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.4 암모니아수 (ammonium hydroxide, NH_4OH , 분자량 : 35.05, 순도 28 % 이상)

4.1.5 염산 (hydrochloric acid, HCl , 분자량 : 36.46, 비중 : 1.18, 함량 : 36.5 % ~ 38 %)

4.1.6 염화소듐용액(20 %)

염화소듐 (sodium chloride, NaCl , 분자량 : 58.44) 20 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.2 표준용액

4.2.1 염화메틸수은 표준용액

4.2.1.1 염화메틸수은 표준원액(10 000 mg/L)

염화메틸수은 (methylmercury chloride, CH_3HgCl , 분자량 : 251.08) 0.125 g을 크로마토그래프용 벤젠에 녹여 10 mL로 한다.

4.2.1.2 염화메틸수은 표준용액(1 mg/L)

염화메틸수은 (methylmercury chloride, CH_3HgCl , 분자량 : 251.08) 표준원액 1.0 mL를 정확히 취하여 크로마토그래프용 벤젠을 넣어 정확히 100 mL로 한 다음 이 액 1 mL를 정확히 취하여 크로마토그래프용 벤젠을 넣어 정확히 100 mL로 한다.

4.2.2 염화에틸수은 표준용액

4.2.2.1 염화에틸수은 표준원액(10 000 mg/L)

염화에틸수은 (ethylmercury chloride, $\text{C}_2\text{H}_5\text{HgCl}$, 분자량 265.11) 0.132 g을 크로마토그래프용 벤젠에 녹여 10 mL로 한다.

4.2.2.2 염화에틸수은 표준용액(1 mg/L)

염화에틸수은 (ethylmercury chloride, $\text{C}_2\text{H}_5\text{HgCl}$, 분자량 265.11) 표준원액 1.0 mL를 정확히 취하여 크로마토그래프용 벤젠을 넣어 정확히 100 mL로 한 다음 이 액 1 mL를 정확히 취하여 크로마토그래프용 벤젠을 넣어 정확히 100 mL로 한다.

5.0 시료채취 및 관리

ES 04130.1f 시료의 채취 및 보존 방법에 따른다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

6.1 방법검출한계, 정량한계, 검정곡선, 검정곡선 검증, 정밀도 및 정확도의 측정방법과 내부정도관리 주기는 ES 04001.b 정도보증/정도관리에 따른다.

6.2 각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 표 1과 같다.

7.0 분석절차

7.1 전처리

7.1.1 시료 200 mL를 500 mL 분별깔때기에 넣고 암모니아수 또는 염산을 넣어 약 2 M 염산산성으로 한다.

[주 1] 황화물, 티오황산염, 티오시안산염, 시안화물이 시료 중에 함유되어 있을 때에는 약 2 N 염산산성에서 염화제일구리(분말) 100 mg을 넣어 흔들어 섞고 정치하여 침전을 여과하고, 침전을 정제수 소량씩으로 2회 ~ 3회 씻어준 다음 여액 및 씻은액을 합하여 7.0 분석방법에 따라 시험한다.

7.1.2 크로마토그래프용 벤젠 50 mL를 넣고 2분간 흔들어 섞고 정치한 다음, 수층을 다른 500 mL 분별깔때기에 옮기고 벤젠층을 보존한다. 다시 수층에 크로마토그래프용 벤젠 50 mL를 넣고 2분간 흔들어 섞고 정치하여 수층은 버리고 전체 벤젠층을 합한다.

7.1.3 염화소듐용액(20 %) 20 mL를 넣어 1분간 세계 흔들어 섞어서 씻어 주고 벤젠층에 L-시스테인-아세트산소듐용액 8 mL를 넣어 3분간 흔들어 섞고 정치하여 수층을 20 mL ~ 30 mL 분별깔때기에 옮긴다.

7.1.4 염산 2 mL와 크로마토그래프용 벤젠 5 mL를 넣어 2분간 흔들어 섞고 정치하여 수층을 버린다. 벤젠층을 5 mL ~ 10 mL 공전시험관에 옮기고 크로마토그래프용 무수황산소듐을 넣어 탈수시킨다.

7.2 분석방법

7.2.1 전처리에서 얻은 시료 일정량을 미량주사기를 사용하여 기체크로마토그래프에 주입하여 분석한다.

7.2.2 크로마토그램을 기록하고 염화메틸수은 또는 염화에틸수은의 머무름시간에 해당하는 위치의 피크들로부터 피크 면적을 구한다.

[주 2] 시료 중에 알킬수은 화합물에 벤젠추출을 방해하는 성분이 함유되어 있는 경우에는 시료에 일정량의 염화메틸수은 또는 염화에틸수은 표준용액을 첨가하여 회수율을 구하고 정량 값에 보정한다.

[주 3] 크로마토그램에 나타난 염화메틸수은 또는 염화에틸수은 피크의 위치등에 의심이 있을 경우에는 다음과 같이 시험한다. 사용하고 남아있는 5 mL ~ 10 mL 공전시험관의 벤젠 1 mL(시료추출액)를 다른 공전시험관에 넣고 L-시스테인-아세트산소듐혼합액 1 mL를 넣어 2분간 흔들어 섞고 정치하여 벤젠층을 분리하고 크로마토그래프용 무수황산소듐을 넣어 탈수시킨 다음 7.1 전처리에서 투입한 양과 같은 양을 기체크로마토그래프에 주입한다. 이 결과 나타난 크로마토그램으로부터 시료의 시험방법에서 나타났던 피크가 없어지면 염화메틸수은 또는 염화에틸수은이 함유되어 있음을 나타낸다.

7.3 검정곡선의 작성

7.3.1 분별깔때기에 L-시스테인-아세트산소듐혼합용액 8 mL를 넣고 염화메틸수은 표준용액(1 mg/L) 또는 염화에틸수은 표준용액(1 mg/L)을 기체크로마토그래프의 검출감도에 따라 단계적으로 취한다.

7.3.2 이하 시료의 시험방법에 따라 시험하고 염화메틸수은 또는 염화에틸수은에 대응하는 수은의 양과 피크 높이 또는 피크 면적과의 관계선을 작성한다.

8.0 결과보고

8.1 검정곡선법

검정곡선은 농도에 대한 피크의 면적으로 작성한다. 시료의 농도는 표준용액의 피크 면적에 대한 시료의 피크면적을 비교하여 계산한다.

$$\text{농도 (mg/L)} = (y-b) / a$$

(식 1)

여기서, y : 시료의 피크면적
b : 검정곡선의 절편
a : 검정곡선의 기울기

9.0 참고자료

“내용 없음”

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.0005 mg/L
검정곡선	결정 계수 (R ²) > 0.98
검정곡선검증	측정값의 ± 25 % 이내
정밀도	25 % 이내
정확도	75 % ~ 125 %