

알킬수은-원자흡수분광광도법

2024

(Alkyl Mercury-Atomic Absorption Spectrometry)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 물속에 존재하는 알킬수은화합물을 벤젠으로 추출하고 알루미나 컬럼으로 농축한 후 벤젠으로 다시 추출한 다음 박층크로마토그래피에 의하여 농축분리하고 분리된 수은을 산화분해하여 정량하는 방법이다.

1.2 적용범위

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

1.3 간섭물질

“내용 없음”

2.0 용어정의

“내용 없음”

3.0 분석기기 및 기구

3.1 박층크로마토그래프용 실리카겔 박층판

박층크로마토그래프용 실리카겔 30 g에 정제수 60 mL를 넣어 흔들어 섞고 유리판 (200 mm × 200 mm)에 0.20 mm ~ 0.25 mm 범위의 균일한 두께로 도포한다. 105 °C ~ 110 °C로 약 3 시간 건조하고 건조용기 중에서 방냉 보존한다.

3.2 크로마토그래프용 알루미나 컬럼

그림 1과 같은 크로마토그래프용 알루미나 컬럼을 사용한다.

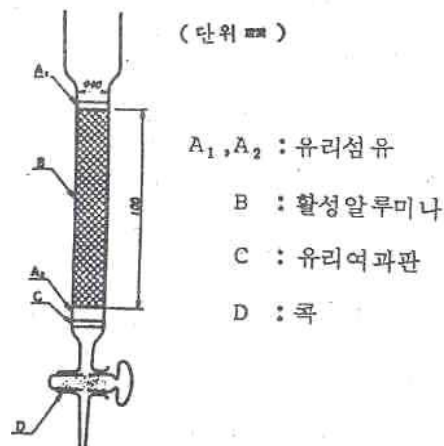


그림 1. 크로마토그래프용 알루미나 컬럼

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 벤젠 (benzene, C₆H₆, 분자량 : 78.11)

4.1.2 암모니아수 (ammonium hydroxide, NH₄OH, 분자량 : 35.05, 순도 28 % 이상)

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

4.1.4 염산(1 + 5)

염산과 정제수의 부피비를 1 : 5로 맞추어 잘 혼합한다.

4.1.5 염산(1 + 10)

염산과 정제수의 부피비를 1 : 10으로 맞추어 잘 혼합한다.

4.1.6 클로로폼 (chloroform, CHCl_3 , 분자량 : 119.38)

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 mL

를 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 염산으로 중화시킨 다음 염산을 넣어 약 2 M 염산산성으로 한다.

[주 1] 황화물, 티오황산염, 티오시아나산염, 시안화물이 시료 중에 함유되어 있을 때에는 약 2 M 염산산성에서 염화제일구리(분말) 100 mg을 넣어 흔들어 섞고 정치하여 침전을 여과하고, 침전을 물 소량씩으로 2회 ~ 3회 씻어준 다음 여액 및 씻은액을 합하여 ES 04504.1c 전처리에 따라 시험한다.

7.1.2 벤젠 50 mL를 넣어 약 2 분간 세계 흔들어 섞고 정치하여 수층을 다른 분별깔때기에 옮기고 벤젠층을 보존한다. 다시 수층에 벤젠 50 mL를 넣어 2분간 세계 흔들어 섞고 정치하여 벤젠층을 분리하고 수층을 버린다.

7.1.3 전체 벤젠층을 합하여 염산(1 + 50) 20 mL를 넣고 약 1 분간 흔들어 섞고 정치하여 수층을 버린다.

7.2 분석방법

7.2.1 벤젠층은 건조한 거름종이로 여과하여 수분을 제거하고 그림 1의 크로마토그래프용 알루미나컬럼에 넣어 매분 10 mL의 유속으로 흡인 조절하면서 벤젠을 유출시키고 벤젠 10 mL로 컬럼을 씻어준다.

7.2.2 크로마토그래프용 알루미나 컬럼의 상부 유리섬유를 제거하고 상부에서 약 2 cm두께의 알루미나를 취하여 50 mL 분별깔때기에 옮긴다.

7.2.3 염산(1 + 10) 5 mL와 클로로폼 3 mL를 넣어 약 3분간 세게 흔들어 섞고 정지하여 클로로폼층을 분리하고 건조한 거름종이로 여과하여 수분을 제거한다.

7.2.4 클로로폼층 1.5 mL를 분취하여 미리 준비한 박층크로마토그래프용 실리카겔 박층판의 하단에서 약 20 mm의 위치에서 폭 20 mm이상의 간격으로 100 μ L 마이크로 실린지를 사용하여 여러개로 나누어 점적한다.

[주 2] 하나의 점적넓이는 가능한 한 적게 하여야 한다.

7.2.5 같은 박층크로마토그래프용 실리카겔 박층판에 염화메틸수은 또는 염화에틸수은 표준용액(1 mg/L) 100 μ L를 시료용액과 같은 방법으로 확인용으로 점적한 다음 박층크로마토그래프용 실리카겔박층판을 노말헥산-클로로폼용액(1 + 9)을 전개용매로 넣어 둔 전개조안에 넣고 상승법에 따라 높이 약 150 mm까지 전개한다.

7.2.6 전개가 끝난다음 풍건하고 염화메틸수은 또는 염화에틸수은 표준액의 위치에 디티존·사염화탄소용액(0.005 %)을 분무하여 발색시키고 그 전개위치를 확인한다.

7.2.7 표준용액과 같은 Rf치에 상당하는 위치부분의 실리카겔을 유리판에서 박리하여 300 mL 분해플라스크에 옮기고 물을 넣어 약 200 mL로 한다.

7.2.8 이하 ES 04408.1c 수은-원자흡수분광광도법의 7.1 ~ 7.2 분석절차에 따라 시험하여 미리 작성한 검량선으로 부터 염화메틸수은 또는 염화에틸수은에 대응하는 수은의 양을 구하고 농도 (mg/L)를 산출한다.

7.3 검정곡선의 작성

7.3.1 분별갈때기에 염화메틸수은 표준용액(1 mg/L) 또는 염화에틸수은 표준용액(1 mg/L)를 단계적으로 취한다.

7.3.2 염산(1 + 10) 5 mL와 클로로폼 3 mL를 넣고 이하 시료의 시험방법에 따라 시험하여 염화메틸수은 또는 염화에틸수은에 대응하는 수은의 양과 흡광도와의 관계선을 작성한다.

[주 3] 시료 중에 알킬수은화합물의 벤젠추출을 방해하는 성분이 함유되어 있는 경우에는 ES 04416.1c 알킬수은-기체크로마토그래피 [주 3]에 따른다.

8.0 결과보고

8.1 검정곡선법

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

여기서, y : 시료의 흡광도

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	결정계수 (R^2) > 0.98
검정곡선검증	측정값의 $\pm 25\%$ 이내
정밀도	25 % 이내
정확도	75 % ~ 125 %