

도료 및 마감재 중 수은 -
원자흡수분광광도법
(Mercury of Paint and Finishing materials -
Atomic Absorption Spectrophotometry)

2024

1.0 개요

1.1 목적

이 시험방법은 도료 및 종이, 섬유, 목재, 합성수지, 고무 재질의 마감재 중에 함유된 수은을 습식분해하고 염화주석 용액과 같은 환원제를 가하여 수은을 환원시켜 발생하는 수은증기를 253.7 nm에서 냉증기 원자흡수분광광도법에 따라 정량하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 KS M 6956 “재활용 고무 분말의 유해화학물질 측정방법(2024)” 및 “포장재의 중금속 함량 권장기준 및 시험방법 등에 관한 고시(2015)”를 인용하였으며, 도료 및 마감재와 관련된 제품 중에 함유된 수은의 함량 분석에 적용한다.

1.2.2 이 시험에 의한 도료 및 마감재 중 수은의 정량한계는 표 2와 같다.

1.3 간섭 물질

1.3.1 시료 중 염화물이온이 다량 함유된 경우에는 산화 조작 시 유리염소를 발생하여 253.7 nm에서 흡광도를 나타낸다. 이때는 염산하이드록실아민용액을 과잉으로 넣어 유리염소를 환원시키고 용기 중에 잔류하는 염소는 질소 가스를 통기시켜 추출한다.

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

2.0 용어정의

2.1 마감재

“마감재”란 외부의 영향으로부터 건물을 보호하고 외향을 아름답게 하기 위해 사용하는 재료를 총칭하며 바닥재(비닐시트, 카펫, 장판, 원목, 후로링), 벽지, 주방 벽의 타일, 페인트, 흡음 보드 등이 있다.

2.2 바닥재

“바닥재”란 바닥 면을 아름답게 유지하고 편리하고 쾌적하게 생활하기 위해 바닥 면에 까는 재료로 실내 공간의 경우 PVC를 주원료로 만든 “틈 바닥재”와 강화마루, 합판, 원목마루, 종이 장판 등이 있으며, 실외 공간의 경우 충격 흡수를 위해 놀이터 바닥의 고무 등이 있다.

3.0 분석기기 및 기구

3.1 환류 냉각기가 부착된 분해 장치

마감재 등의 제품 중에 함유된 수은을 분해하기 위한 장치로 흡수용기, 환류냉각기, 반응용기, 가열블록으로 구성되어 있어야 한다.

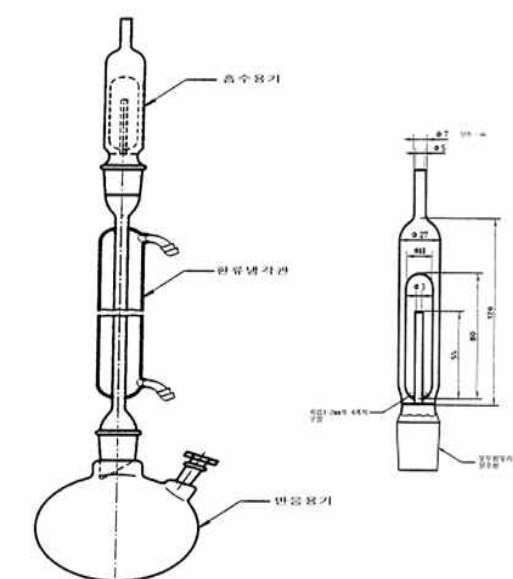
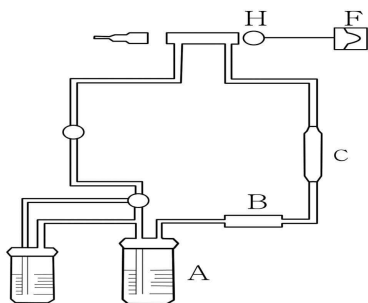


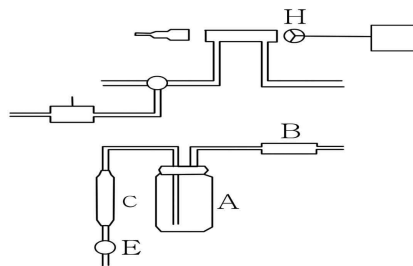
그림 1. 반응용기, 환류 장치, 흡수기 장착도

3.2 수은 환원기화 장치

회분식 또는 자동화된 연속 흐름 방식에 의해 시료와 환원용액인 염화주석(II) 용액 또는 수소화붕소나트륨 용액과 반응하여 수은 증기를 발생시키는 장치로서 발생된 수은 증기를 원자흡수분광광도계로 운반하기 위해 불활성기체인 아르곤 또는 질소 가스를 사용한다. 원자흡수분광광도계에 적합한 규사 셀을 갖춘다. 냉증기 발생장치의 운영은 사용 장비의 매뉴얼에 따른다.



<밀폐식 환원기화 장치>



<개방식 환원기화 장치>

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

그림 2. 수은 환원기화 장치의 구성

3.3 원자흡수분광광도계

원자흡수분광광도계 (AAS, atomic absorption spectrophotometer)는 일반적으로 광원부, 시료원자화부, 파장선택부 및 측광부로 구성되어 있으며 단광속형과 복광속형으로 구분된다. 다원소 분석이나 내부표준물질법을 사용할 수 있는 복합 채널형 (multi-channel)도 있다.

3.3.1 광원램프

원자흡수분광광도계에 사용하는 광원으로 좁은 선폭과 높은 휘도를 갖는 스펙트럼을 방사하는 속빈음극램프 전극 없는 방전램프가 사용 가능하며, 단일파장램프가 권장되나 다중파장램프도 사용 가능하다.

3.3.2 가스

3.3.2.1 원자흡수분광광도계에 불꽃을 만들기 위해 가연성 가스와 조연성 기체를 사용하는데, 일반적으로 가연성 가스로 아세틸렌을 조연성가스로 공기를 사용한다.

3.3.2.2 수소-공기와 아세틸렌-공기는 거의 대부분의 원소 분석에 유효하게 사용할 수 있으며 특히 수소-공기는 원자 외 영역에서 불꽃자체에 의한 흡수가 적기 때문에

이 과장영역에서 흡수선을 갖는 원소의 분석에 적당하다.

3.3.2.3 어떠한 종류의 불꽃이라도 가연성 가스와 조연성 가스의 혼합비는 감도에 크게 영향을 주므로 금속의 종류에 따라 최적혼합비를 선택하여 사용한다.

3.4 마이크로파 분해장치

마이크로파 분해장치는 시료 홀더와 고압 변형된 폴리테트라플루오로에틸렌/테트라플루오로에틸렌 (PTFE/TFM) 또는 변형된 과플루오로알콕실알케인 수지/테트라플루오로에틸렌 (PFA/TFM) 용기를 포함하고 있으며, 약 700 W 이상의 출력을 가진 것으로 진행단계에 따른 가열온도와 시간의 설정이 가능한 것을 사용한다.

3.5 유리기구

250 mL, 500 mL, 1000 mL 등을 용도에 맞게 사용하며, 'KS L ISO 1042 실험실용 유리제품 - 원마크 용량 플라스크'의 규격에 맞는 내열 및 내산, 내알칼리성을 가진 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌 (PTFE, polytetrafluoroethylene) 제품을 용도에 맞게 사용한다.

3.6 거름종이

0.45 μm 직경의 셀룰로오스 또는 폴리카보네이트 막 거름종이를 사용한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

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

진한 질산(4.1.1)을 사용한 바탕시험 결과에서 금속류가 검출되어서는 안 된다.

4.1.2 50 % 질산

1 L 부피플라스크에 정제수를 약 500 mL를 넣은 다음 진한 질산(nitric acid, HNO_3 , 63.01) 250 mL를 넣고 정제수로 정확히 1 L가 되도록 채운다.

4.1.3 염산 (hydrochloric acid, HCl 분자량 : 36.46)

진한 염산 (hydrochloric acid, HCl, 36.46)을 사용한 바탕시험결과에서 금속류가 검출되어서는 안 된다.

4.1.4 수산화나트륨 (sodium hydroxide, NaOH)

4.1.5 수소화붕소나트륨 (sodium borohydride, NaBH_4)

4.1.6 염화제일주석·2수화물 ((tin(II)chloride dihydride, $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 분자량 : 225.65)

4.1.7 환원제

4.1.7.1 알칼리성 수소화붕소나트륨 용액

1 L 부피플라스크에 수산화나트륨 10 g과 수소화붕소나트륨 30 g을 넣고 정제수 약 500 mL를 넣어 녹인 후 정제수로 표선을 맞추어 조제한다. 사용하는 냉증기 발생 장치의 매뉴얼에 따라 농도를 다르게 할 수 있으며, 이 시약은 사용 시 매일 조제하여야 한다

4.1.7.2 염화제일주석용액

100 mL 부피플라스크에 이염화주석·2수화물 (tin(II)chloride dihydride, $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 분자량 : 225.65) 10 g에 황산(1 + 20) 60 mL를 넣어 섞으면서 가열하여 녹이고 냉각시킨 다음 정제수를 넣어 100 mL로 한다. 사용하는 냉증기 발생 장치의 매뉴얼에 따라 농도를 다르게 할 수 있으며, 이 시약은 사용 시 매일 조제하여야 한다.

4.1.8 황산 (sulfuric acid, H_2SO_4 , 분자량 : 98.08, 함량 : 95 % 이상)

진한 황산을 사용한 바탕시험 결과에서 금속류가 검출되어서는 안 된다.

4.1.9 황산(1 + 1)

4.1.10 과염소산(perchloric acid, HClO_4 , 분자량 100.46, 함량 : 70 % 이상)

진한 과염소산을 사용한 바탕시험 결과에서 금속류가 검출되어서는 안 된다.

4.1.11 30 % (m/m) 과산화수소수(H_2O_2)

4.1.12 수소화붕소칼륨 (KBH_4)

4.1.13 정제수

시약용 정제수를 사용하며 바탕시험 할 때 분석물질이 검출되지 않아야 한다.

4.2 표준용액

모든 표준원액은 표준용액을 조제하는데로 사용한다. 표준원액은 최대 1년까지 사용할 수 있으나 1 mg/L 이하의 표준용액은 사용할 때마다 새로 조제해야 한다.

4.2.1 수은표준원액(1 000 mg/L)

비커에 시계접시를 덮고 (100 ± 0.4) mg 수은 금속(99.99 % 이상)을 질산 17 mL에 녹인다. 물로 희석하고, 질산화물을 방출하기 위하여 약하게 끓인 후 냉각하고, 100 mL 부피플라스크로 옮긴 후 정제수로 표선까지 맞추어 조제하여 사용하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

4.2.2 수은표준용액(20 mg/L)

수은 표준원액(1 000 mg/L) 2 mL를 정확히 취하여 100 mL 부피플라스크에 넣고 10 mL 질산(1 + 4)을 가하고 혼합한 후 정제수로 표선까지 채운다. 이 용액은 사용하는

당일에 준비한다.

4.2.3 수은표준용액(0.2 mg/L)

수은 표준용액(20.0 mg/L) 1 mL를 정확히 취하여 100 mL 부피플라스크에 넣고 10 mL 질산(1 + 4)을 가하고 혼합한 후 정제수로 표선까지 채운다. 이 용액은 사용하는 당일에 준비한다.

5.0 시료채취 및 관리

5.1 시료채취 대상시설 및 채취 지점의 선정

5.1.1 도로

5.1.1.1 어린이 활동공간의 각 시설에 시공된 도로를 용도^[1] 및 색상에 따라 분류하여 점검대상 시설을 선정한다.

5.1.1.2 점검 대상 시설 내 도포된 도로의 색상 및 재질^[2]을 고려하여 각 점검 지점을 선정하되 어린이가 접촉할 수 있는 범위(높이 160 cm 이내)를 고려하여 시험분석 결과의 신뢰도에 영향을 미치지 않은 적절한 시료 채취 지점을 선정한다.

5.1.1.3 재질 특성상 1개의 시료 채취 지점이 시험분석 결과 신뢰도에 영향을 미칠 것으로 판단 될 경우에는 2곳 이상의 지점에서 시료를 채취하여도 좋다.

5.1.2 마감재 및 합성고무 바닥재

5.1.2.1 어린이활동공간의 각 시설에 시공된 마감재 및 바닥재는 용도별 및 재질별로 분류하여 점검대상 시설을 선정한다.

[1] 용도별 도로의 분류는 도로를 칠하게 되는 기체에 따라 콘크리트·시멘트·모르타르용, 철재용, 목재용, 목재 보호용 등으로, 재질에 따라서는 유성 또는 수성으로 구분할 수 있다.

[2] 도로중 중금속은 주로 안료 성분에 기인하기 때문에 적색, 노란색, 빨간색, 청색의 색상을, 재질별로는 유성 페인트 제품을 우선 선정한다.

5.1.2.2 점검 대상 시설 내 마감재^[3] 및 바닥재^[4]는 용도별, 재질을 고려하여 각 점검 지점을 선정하되 어린이가 접촉할 수 있는 범위(높이 160 cm 이내)를 고려하여 시험 분석 결과의 신뢰도에 영향을 미치지 않은 적절한 시료 채취 지점을 선정한다.

5.1.3 재질 특성상 1개의 시료 채취 지점이 시험분석 결과 신뢰도에 영향을 미칠 것으로 판단 될 경우에는 2곳 이상의 지점에서 시료를 채취하여도 좋다.

5.2 시료채취 및 관리

5.2.1 도료

5.2.1.1 도료는 칼을 사용하여 선정된 시료 채취 지점의 점검대상 표면을 기재 부분의 재료가 혼입되지 않도록 조심스럽게 긁어내어 약 2 g 정도 채취한 후 유리 용기 또는 폴리에틸렌 용기에 담아 시험분석용 시료로 한다.

5.2.1.2 어린이활동공간 관리자 또는 소유자가 점검대상 재료에 대한 제조업체명, 품목명 등 세부 증빙자료를 제시하는 경우에는 동일한 품목을 시험분석용 시료로 사용할 수 있다.

6.0 정도보증/정도관리(QA/QC)

6.1 방법검출한계 및 정량한계

6.1.1 방법검출한계 (method detection limit) 및 정량한계 (limit of quantification)는 'ES 07001 정도보증/정도관리'에 따라 산정한다. 해당 금속류가 없는 것으로 확인된 동일 재질의 시료에 표 2의 정량한계 부근의 농도가 되도록 해당 금속류의 표준용액을 첨가한 시료 7개를 준비하여 각 시료를 7.0 항의 시험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

[3] 마감재료의 품목분류는 인테리어 시트, 금속판, 원목·합판, 직물 카펫, 부직포, 벽지 등으로 구분할 수 있으며, 동일 품목이라도 환경안전관리기준에 대한 측정결과에 영향을 미칠 수 있다고 판단되는 경우 별도의 품목으로 구분하여 시료채취 한다.

[4] 바닥재는 재질별로 볼 때 합성수지, 합성고무, 목재 등으로 구분할 수 있으며, 표면 색상이 다른 경우 색상별로 구분하여 점검 대상을 선정한다.

6.1.2 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 검출한계와 정량한계는 표 2에서 제시한 정도관리목표값 이하여야 한다.

6.2 시약바탕시료의 분석

‘ES 07001 정도보증/정도관리’에 따라 시료군마다 1개의 시약바탕시료 (reagent blank) 를 분석한다. 시약바탕시료는 7.0 항의 시험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

6.3 검정곡선의 작성 및 검증

6.3.1 검정곡선의 작성 및 검증은 ‘ES 07001 정도보증/정도관리’에 따른다.

6.3.2 7.2 항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수 (R^2)가 0.99 이상 또는 감응계수 (RF)의 상대표준편차가 20 % 이내이어야 하며 결정계수 또는 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하여야 한다.

6.4 정밀도 및 정확도

6.4.1 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)는 ‘ES 07001 정도보증/정도관리’에 따라 산정한다. 동일한 매질의 인증표준시료 또는 표 2 정량한계의 (1 ~ 10) 배의 같은 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여 7.0 항의 절차에 따라 분석하여 평균값과 표준편차를 구한다.

6.4.2 정밀도는 측정값의 상대표준편차 (% RSD)로 산출하며, 정확도는 첨가한 표준물질의 농도에 대한 측정 평균값의 상대 백분율로써 나타낸다. 산출한 정확도와 정밀도는 표2의 정도관리 목표값 이내이어야 한다.

6.5 내부정도관리 주기 및 목표

6.5.1 방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다.

6.5.2 검정곡선 검증 및 시약바탕시료의 분석은 각 시료 군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 시약바탕시료를 측정하여 오염 여부를 점검한다.

6.5.3 각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표값은 표 2와 같다.

7.0 분석절차

7.1 전처리

7.1.1 습식 분해

7.1.1.1 질산분해법

종이 및 섬유, 목재 재질의 마감재와 바닥재, 도료 중에 함유된 수은 농도를 측정하기 위한 시료 중의 유기물을 질산으로 분해하는 전처리 방법이다.

7.1.1.1.1 분해 장치의 반응용기에 시료 (약 1g)을 1mg 단위까지 정확히 달아 넣고, 흡수용기, 환류냉각기, 반응용기를 그림 3과 같이 조립한 후 흡수용기에 0.5 N 질산 10 m L를 채운다.

7.1.1.1.2 조립된 반응용기에 마개를 열고 진한 질산 30 m L를 넣고 상온에서 1시간 동안 방치하여 시료를 분해한다.

7.1.1.1.3 그 후 반응용기 하단의 가열기(맨틀)의 온도를 올려 90 ℃에서 2시간 분해한 후 실온에서 방냉한 다음 흡수용기의 내용물을 반응용기에 옮긴다.

7.1.1.1.4 5 % 질산을 사용하여 흡수용기, 냉각기를 세척한 후 그 세척한 여액을 반응용기에 모은다.

7.1.1.1.5 반응용기 내 전처리 된 시료를 100 mL 부피 플라스크에 거름종이를 사용하여 시료를 거른 후 정제수를 사용하여 거름종이와 비커를 세척하고 최종 액량을 100 mL로 한다.

7.1.1.1.6 따로 시험 시료를 넣지 않은 상태로 7.1.1.1.1 ~ 7.1.1.1.5에 따라 시험하여 바탕시험 용액을 조제한다.

7.1.1.2 황산-질산-과염소산 분해법

합성고무 또는 합성수지(비닐, PVC 등) 재질의 마감재 및 바닥재에 함유된 수은 농도를 측정하기 위해, 시료중의 유기물질을 황산, 질산 등 혼합산을 사용하여 전처리하는 방법이다.

7.1.1.2.1 분해 장치의 반응용기에 시료 (약 1g)을 1 mg 단위까지 정확히 달아 넣고, 흡수용기, 환류냉각기, 반응용기를 그림 3과 같이 조립한 후 흡수용기에 1 % 황산 20 mL를 채운다.

7.1.1.2.2 조립된 반응용기에 마개를 열고 진한 황산 5 mL를 넣고 가열하여 시료를 탄화시킨다.

7.1.1.2.3 탄화가 시작되면 진한 질산 5 mL를 반응용기의 마개를 열고 (0.2 ~ 0.3) mL씩 반복해서 넣어준다.

7.1.1.2.4 황산 백연이 발생하거나, 시료 용액의 색이 무색 또는 황색으로 변하면 가열을 중지하고 반응용기를 식힌다.

7.1.1.2.5 반응용기가 식은 후 마개를 열고 진한 과염소산 3 mL를 넣고 시료 용액의 색이 투명하게 될 때까지 가열한다.

7.1.1.2.6 분해가 완료되면 방냉한 다음 흡수용기의 내용물을 반응용기에 옮긴다.

7.1.1.2.7 정제수를 사용하여 흡수용기, 냉각기를 세척한 후 그 세척한 여액을 반응용기에 모은다.

7.1.1.2.8 반응용기 내 전처리 된 시료를 100 mL 부피 플라스크에 거름종이를 사용하여 시료를 거른 후 정제수를 사용하여 거름종이와 비커를 세척하고 최종 액량을 100 mL로 한다.

7.1.1.2.9 따로 시험 시료를 넣지 않은 상태로 7.1.1.2.1 ~ 7.1.1.1.8에 따라 시험하여 바탕 시험 용액을 조제한다.

7.1.2 마이크로파 분해법

7.1.2.1 질산 - 마이크로파분해법

종이류, 섬유류, 목재류, 금속류 재료의 마감재 또는 도료 중에 함유된 수은 농도를 측정하기 질산과 마이크로파를 사용하는 전처리 방법이다.

7.1.2.1.1 PFA 또는 TFM 재료의 분해용기에 시료 (0.2 ~ 0.5) g을 1 mg 단위까지 정확히 달아 넣은 후 진한 질산 10 mL를 가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 방치한다.

7.1.2.1.2 반응이 완료되면 밀폐형 분해용기의 뚜껑을 닫고 마이크로파 분해장치에 장착한다.

7.1.2.1.3 마이크로파 분해 장치에 장착된 용기의 압력이 (7.5 ± 0.7) atm (110 psi), 600 W가 되게 하여 170 °C에서 5.5분 동안 분해한다. 분해프로그램 선택 시 사용하는 마이크로파 오븐 제조사에 따른 설명서를 참조하여 적절한 프로그램을 선택하여 사용할 수도 있다.

7.1.2.1.4 분해가 끝난 후 충분히 냉각시킨 후 용기 안에 남아 있는 질산 가스를 제거한다.

7.1.2.1.5 냉각된 시료를 100 mL 부피 플라스크에 거름종이를 사용하여 시료를 거른 후 정제수를 사용하여 거름종이와 비커를 세척하고 최종 액량을 100 mL로 한다.

7.1.2.1.6 따로 시험 시료를 넣지 않은 상태로 7.1.2.1.1 ~ 7.1.2.1.5까지의 과정을 반

복하여 바탕 시험 용액을 조제한다.

7.1.2.2 혼합산 - 마이크로파분해법

합성수지, 고무 등의 재료의 마감재 중에 함유된 수은 농도를 측정하기 위해 질산, 염산 등 혼합산과 마이크로파를 이용한 전처리 방법

7.1.2.2.1 PFA 또는 TFM 재료의 분해용기에 시료 (0.2 ~ 0.5) g을 1 mg 단위까지 정확히 달아 넣은 후 진한 질산 5 mL와 50 % 플루오르붕산 (HBF_4) 1.5 mL, 30 % 과산화수소수 (H_2O_2) 1.5 mL를 넣는다.

7.1.2.2.2 밀폐형 분해용기의 뚜껑을 닫고 마이크로파 분해 장치에 장착한다.

7.1.2.2.3 마이크로파 분해 장치에 장착된 용기의 압력이 (7.5 ± 0.7) atm (110 psi), 600 W가 되게 하여 170 °C에서 5.5분 동안 분해한다. 분해프로그램 선택 시 사용하는 마이크로파 오븐 제조사에 따른 설명서를 참조하여 적절한 프로그램을 선택하여 사용할 수도 있다.

7.1.2.2.4 분해가 끝난 후 충분히 냉각시킨 후 용기 내에 남아 있는 산 가스를 제거한 후 한다.

7.1.2.2.5 냉각된 시료를 100 mL 부피 플라스크에 거름종이를 사용하여 시료를 거른 후 정제수를 사용하여 거름종이와 비커를 세척하고 최종 액량을 100 mL로 한다.

7.1.2.2.6 따로 시험 시료를 넣지 않은 상태로 7.1.2.2.1 ~ 7.1.2.2.5까지의 과정을 반복하여 바탕 시험 용액을 조제한다.

7.2 검정곡선의 작성

7.2.1 검정곡선법

7.2.1.1 수은 농도가 (0 ~ 0.01) mg/L가 되도록 수은 표준용액(0.2 mg/L)을 몇 개의 100 mL 부피플라스크에 단계적으로 취하고, 5 % 과망간산칼륨 용액을 소량 넣고

정제수로 표선을 맞춘 후 검정곡선용 표준용액으로 한다. 단, 검정곡선용 표준용액은 정량한계 이상 농도를 3개 이상 포함하여야 한다.

7.2.1.2 이하 7.1.2의 과정을 거쳐 검정곡선용 표준용액의 흡광도를 측정하여 수은의 양과 흡광도와의 관계를 구한다.

7.2.1.3 수은의 농도 (mg/L)를 가로축 (x축)에, 수은의 흡광도를 세로축 (y축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

7.3 측정법

7.3.1 냉증기 발생장치의 사용 매뉴얼에 따라 전 처리된 시료를 황산 산성하에서 환원제와 반응시켜 발생된 수은 증기의 흡광도를 253.7 nm의 파장에서 측정한다.

7.3.2 시료에서 측정한 수은의 측정값을 검정곡선의 y 값에 대입하여 농도 (mg/L)를 계산한다. 시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

8.0 결과보고

8.1 분석대상물질의 농도 계산

시료의 검정곡선에서 얻어진 각 금속의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 시료 중에 금속 농도를 계산한다.

$$\text{도료 및 마감재 중 수은의 농도(mg/kg)} = \frac{(C_1 - C_0)}{W_d} \times V \times f \quad (\text{식 1})$$

여기서, C_1 : 검정곡선에서 얻어진 분석시료의 금속 농도 (mg/L)

C_0 : 검정곡선에서 얻어진 시약바탕시료의 금속 농도 (mg/L)

V : 시험용액의 부피(여기서는 0.1 L)

W_d : 시료의 건조중량 (kg)

f : 희석배수

9.0 참고문헌

9.1 US EPA Method 7000A, Atomic Absorption Methods, 1992

9.2 US EPA Method 7000B, Flame Atomic Absorption Spectrophotometry, 1992

9.3 KS M ISO 0016, 원자흡수분광광도분석방법 통칙, 2020

9.4 KS M ISO 6503, 도료와 바니시-총 납 함량 측정법-불꽃 원자 흡수 분광법, 2022

9.5 포장재의 중금속 함량 권장기준 및 시험방법 등에 관한 고시, 환경부, 2015

9.6 KS C IEC 62321-5 Ed, 전기전자 제품에서 특정 물질의 정량 - 제5부 AAS, AFS, ICP-OES 또는 ICP-MS에 의한 폴리머와 전기전자 부품에서 카드뮴과 납 및 크로뮴의 분석과 금속에서 카드뮴과 납의 분석, 산업표준심의회, 2014

9.7 KS M 6956, 재활용 고무 분말의 유해물질 측정방법, 2024

10.0 부록

표 1. 냉증기 원자흡수분광광도법에 의한 수은의 측정과장 및 운반기체

금속 종류	측정과장, nm	불꽃기체
수은	253.700	Ar

표 2. 정도관리 목표값 (mg/kg)

항목	정도관리 목표				
	검출한계	정량한계	검정곡선	정확도 (%)	정밀도 (%)
도료	15	45	결정계수 (R^2) > 0.99	70 ~ 130	± 30
합성고무	10	30	또는 감응계수 (RF)의	75 ~ 125	± 25
목재(종이)	5	15	상대표준편차 < 20 %	75 ~ 125	± 25

표 3. 도료 및 마감재 중 수은의 QA/QC 항목 시험소간 교차분석 결과(예) (mg/kg)

구분 항목		습식	마이크로파	QA/QC 목표값
도료	검출한계	5.14	0.1~4.8	15
	정량한계	16.4	0.4~0.8	45
	정확도 (%)	128.6	108.7 ~ 130.1	70 ~ 130
	정밀도 (%)	25.5	0.7 ~ 23.3	± 30
합성고무	검출한계	3.5	0.6 ~ 6.7	10
	정량한계	10.5	1.8 ~ 20.1	30
	정확도 (%)	81.4	88.1 ~ 93.8	75 ~ 125
	정밀도 (%)	10.9	3.1 ~ 9.3	± 25
목재	검출한계	0.04	0.2 ~ 1.4	5
	정량한계	1.0	0.7 ~ 4.6	15
	정확도 (%)	103.1	99.4 ~ 102.6	75 ~ 125
	정밀도 (%)	1.0	0.5 ~ 2.6	± 25