

금속류-원자흡수분광광도법

2024

(Metals-Atomic Absorption Spectrophotometry)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 먹는물 및 샘플 중의 금속류의 측정방법으로, 질산을 가한 시료 또는 산 분해 후 농축 시료를 직접 불꽃으로 주입하여 원자화한 후 원자흡수분광광도법으로 분석한다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험기준은 먹는물 및 샘플 중의 구리 (동), 납, 망간, 아연, 알루미늄, 철, 카드뮴, 크롬 등의 금속류의 분석에 적용한다.

1.2.2 물속에 있는 총 금속류는 다양한 상태로 존재하고 있으나, 통상은 산 등에 의해 시료를 분해시켜 총량을 측정한다.

1.2.3 다만, 용존성 금속류를 측정하는 경우에는, 시료를 여과 (공극 0.45 μm 멤브레인 필터) 등에 의해 입자성 부유물을 제거한 후 산 등을 첨가하여 측정한다.

1.2.4 구리 (동), 납, 망간, 아연, 철, 카드뮴 등의 금속류는 공기-아세틸렌 불꽃에 주입하여 분석한다.

1.2.5 낮은 농도의 구리 (동), 납, 망간, 아연, 철, 카드뮴 등의 금속류는 암모늄피롤리딘 디티오카바메이트 (APDC, ammonium pyrrolidine dithiocarbamate)와 착물을 생성시켜 메틸아이소부틸케톤 (MIBK, methyl isobutyl ketone)으로 추출하여 공기-아세틸렌 불꽃에 주입하여 분석한다.

1.2.6 알루미늄 등의 금속류는 아산화질소-아세틸렌 불꽃에 주입하여 분석한다.

1.2.7 크롬 등의 금속류는 공기-아세틸렌으로는 아세틸렌 유량이 많은 쪽이 감도가 높지만 철, 니켈의 방해가 많으며, 아세틸렌-일산화이질소는 방해는 적으나 감도가 낮다.

1.2.8 이 시험에 의한 먹는물 중 금속류의 정량한계 및 정량범위는 표 2와 같다.

1.3 간섭물질

1.3.1 화학물질이 공기-아세틸렌 불꽃에서 분자상태로 존재하여 낮은 흡광도를 보일 때가 있다. 이는 불꽃의 온도가 너무 낮아 원자화가 일어나지 않는 경우와 안정한 산화물질로 바뀌어 불꽃에서 원자화가 일어나지 않는 경우에 발생한다.

1.3.2 실리콘은 망간 측정을 간섭하는데 칼슘을 넣어 이를 방지할 수 있다.

1.3.3 실리콘과 알루미늄은 높은 불꽃 온도가 요구되는데 이를 위해 아산화질소-아세틸렌 불꽃을 사용한다.

1.3.4 염이 많은 시료를 분석하면 버너 헤드 부분에 고체가 생성되어 불꽃이 자주 꺼지고 버너 헤드를 청소해야 하는데 이를 방지하기 위해서는 시료를 묽혀 분석하거나, MIBK 등을 사용하여 추출하여 분석한다.

1.3.5 시료 중에 칼륨, 나트륨, 리튬, 세슘과 같이 쉽게 이온화되는 원소가 1 000 mg/L 이상의 농도로 존재할 때에는 금속 측정을 간섭한다. 이때에는 검정곡선용 표준물질에 시료의 매질과 유사하게 첨가하여 보정한다.

2.0 용어정의

2.1 발광세기

금속원자를 적절한 방법으로 들뜨게 한 다음, 각 금속의 들뜬 상태에서 에너지준위가 낮은 상태로 전자가 되돌아가는 과정에서, 각 궤도간의 에너지 차이가 빛으로 방출될 때의 빛에너지의 세기를 말한다.

2.2 바탕보정

원자흡수분광광도법에서 용액에 공존하는 여러 물질들에 의해 발생하는 스펙트럼 방해를 최소화시키기 위한 방법으로, 분석과장 변화, 불꽃 온도 상승, 복사선 완충제 추가, 또는 두 선 보정법, 연속 광원법, 지멘 (zeeman) 효과법 등의 방법으로 스펙트럼 방해를 줄여 바탕보정을 실시할 수 있다.

2.3 용매추출

용매를 써서 고체 또는 액체시료 중에서 성분물질의 일종 (때로는 2 종 이상)을 용해시켜 분리하는 조작을 말하며 단순히 추출이라고도 하는 분리법이다.

2.4 인증표준물질

공인된 인증서가 첨부되고 각 지정된 양에 대하여 인증값, 측정불확도 및 소급성을 검증할 수 있는 표준물질로서, 현재 국내외에 상품화되어 있어 이를 용도 및 목적에 따라 선택, 구입할 수 있다.

3.0 분석기기 및 기구

3.1 원자흡수분광광도계

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

3.2 광원램프

원자흡수분광광도계에 사용하는 광원으로 좁은 선폭과 높은 휘도를 갖는 스펙트럼을 방사하는 속빈음극 램프를 사용한다.

3.3 기체

원자흡수분광광도계에 불꽃을 만들기 위해 사용하는 조연성기체와 가연성 기체를 말하며, 이들의 조합은 수소-공기, 수소-공기-아르곤, 수소-산소, 아세틸렌-공기, 아세틸렌-산소, 아세틸렌-아산화질소, 프로판-공기, 석탄기체-공기 등이 있다. 일반적으로 가연성 기체로 아세틸렌을 조연성기체로 공기 (순도 99.9 % 이상)를 사용한다.

3.3.1 수소-공기와 아세틸렌-공기는 거의 대부분의 원소 분석에 유효하게 사용할 수 있으며 특히 수소-공기는 원자 외 영역에서 불꽃자체에 의한 흡수가 적기 때문에 이 파장영역에서 흡수선을 갖는 원소의 분석에 적당하다.

3.3.2 아세틸렌-아산화질소 불꽃은 불꽃의 온도가 높기 때문에 불꽃 중에서 해리하기 어려운 내화성산화물을 만들기 쉬운 원소의 분석에 적당하다. 알루미늄 분석에 아산화질소 및 아세틸렌을 사용한다.

3.3.3 프로판-공기 불꽃은 불꽃온도가 낮고 일부 원소에 대하여 높은 감도를 나타낸다.

3.3.4 어떠한 종류의 불꽃이라도 가연성기체와 조연성기체의 혼합비는 감도에 크게 영향을 주므로 금속의 종류에 따라 최적혼합비를 선택하여 사용한다.

[주 1] 아세틸렌 가스는 실험실에서 폭발 위험성이 있으므로 취급에 있어 주의가 필요하다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 염산

염산 (hydrochloric acid, HCl, 분자량 : 36.46)을 사용하여 바탕시험결과 금속류가 검출되어서는 안 된다.

4.1.2 질산

진한 질산 (nitric acid, HNO_3 , 분자량 : 63.01)을 사용하며 바탕시험결과 금속류가 검출되어서는 안 된다.

4.1.3 질산 (1 + 1)

1 L 부피플라스크에 정제수를 약 400 mL 넣은 다음 진한 질산 (nitric acid, HNO_3 , 분자량 : 63.01) 500 mL를 넣고 흔들어 섞어준 후 정제수로 표선까지 맞추어 조제한다.

4.1.4 시트르산암모늄용액

시트르산암모늄 (ammonium citrate, $\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_7(\text{NH}_4)_2$, 분자량 : 226.18) 25 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.5 브로모티몰블루용액

브로모티몰블루 (bromothymol blue, $\text{C}_{27}\text{H}_{28}\text{Br}_2\text{O}_5\text{S}$, 분자량 : 624.38) 0.1 g을 에탄올 (ethanol, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, 분자량 : 46.07) 50 mL와 정제수 50 mL의 혼합액에 녹인다.

4.1.6 메틸아이소부틸케톤

메틸아이소부틸케톤 (MIBK, methyl isobutyl ketone, $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}$, 분자량 : 100.16)은 분석용 특급 시약용을 사용하고 극미량 분석을 위해서는 재증류하여 사용한다.

4.1.7 암모늄피롤리딘디티오카바메이트 용액

암모늄피롤리딘디티오카바메이트 (ammonium pyrrolidin dithiocarbamate, $\text{C}_5\text{H}_{12}\text{N}_2\text{S}_2$, 분자량 : 164.28) 4 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.8 암모니아수

암모니아수 (ammonia water) 10 %를 사용한다.

4.1.9 지르코늄용액

옥시염화지르코늄 · 8수화물 (zirconium oxychloride octahydrate, $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$, 분자량 : 322.29) 3.5 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.10 정제수

바탕시험 할 때 각 금속의 측정세기가 최소인 것을 사용한다.

4.2 표준용액

4.2.1 구리(동)

4.2.1.1 구리(동) 표준원액 (1000 mg/L)

금속구리(동) (순도 99.9 % 이상의 것) 1 g을 1 L 부피플라스크에 넣고 약간의 정제수를 넣은 다음 진한 질산 10 mL를 가해 완전히 녹여준 후 정제수로 표선까지 맞추어 조제하여 사용하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

4.2.1.2 구리(동) 표준용액 (100 mg/L)

구리(동) 표준원액 (1000 mg/L) 100 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 가하여 조제한다.

4.2.1.3 구리(동) 표준용액 (10 mg/L)

구리(동) 표준용액 (100 mg/L) 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 가하여 조제한다.

4.2.2 납

4.2.2.1 납 표준원액 (1000 mg/L)

질산납(Ⅱ) (lead nitrate, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, 분자량 : 331.20) 1.6 g을 1 L 부피플라스크에 넣고 약간의 정제수를 넣은 다음 진한 질산 10 mL를 가해 완전히 녹여준 후 정제수로 표선까지 맞추어 조제하여 사용하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

4.2.2.2 납 표준용액 (100 mg/L)

납 표준원액 (1 000 mg/L) 100 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 가하여 조제한다.

4.2.2.3 납 표준용액 (2 mg/L)

납 표준용액 (100 mg/L) 20 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 가하여 조제한다.

4.2.3 망간

4.2.3.1 망간 표준원액 (1 000 mg/L)

금속망간 (순도 99.9 % 이상의 것) 1 g을 1 L 부피플라스크에 넣고 약간의 정제수를 넣은 다음 진한 질산 10 mL를 가해 완전히 녹여준 후 정제수로 표선까지 맞추어 조제하여 사용하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

4.2.3.2 망간 표준용액 (100 mg/L)

망간 표준용액 (1 000 mg/L) 100 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 가하여 조제한다.

4.2.3.3 망간 표준용액 (10 mg/L)

망간 표준용액 (100 mg/L) 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 가하여 조제한다.

4.2.4 아연

4.2.4.1 아연 표준원액 (1000 mg/L)

금속아연 (순도 99.9 % 이상의 것) 1 g을 1 L 부피플라스크에 넣고 약간의 정제수를 넣은 다음 진한 질산 10 mL를 가해 완전히 녹여준 후 정제수로 표선까지 맞추어 조제하여 사용하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

4.2.4.2 아연 표준용액 (100 mg/L)

아연 표준원액 (1000 mg/L) 100 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 가하여 조제한다.

4.2.4.3 아연 표준용액 (10 mg/L)

아연 표준용액 (100 mg/L) 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 가하여 조제한다.

4.2.5 알루미늄

4.2.5.1 알루미늄 표준원액 (1000 mg/L)

알루미늄 금속선 (분석용) 1 g을 정제수 100 mL와 수산화나트륨 5 g의 혼합액에 녹이고, 정제수를 넣어 약 800 mL로 한 후 염산으로 중화하고, 0.1 M 염산을 넣어 1 L로 하여 사용하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

4.2.5.2 알루미늄 표준용액 (100 mg/L)

알루미늄 표준원액 (1000 mg/L) 100 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 가하여 조제한다.

4.2.5.3 알루미늄 표준용액 (2 mg/L)

알루미늄 표준용액 (100 mg/L) 20 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지

가하여 조제한다.

4.2.6 철

4.2.6.1 철 표준원액 (1 000 mg/L)

황산제1철암모늄·6수화물 (ammonium ferrous sulfate hexahydrate, $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 분자량 : 392.17) 7.02 g을 1 L 부피플라스크에 넣고 소량의 정제수에 녹이고 이에 염산 3 mL와 정제수를 넣어 1 L로 하여 사용하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

4.2.6.2 철 표준용액 (100 mg/L)

철 표준원액 (1 000 mg/L) 100 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 가하여 조제한다.

4.2.6.3 철 표준용액 (10 mg/L)

철 표준용액 (100 mg/L) 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 가하여 조제한다.

4.2.7 카드뮴

4.2.7.1 카드뮴 표준원액 (1 000 mg/L)

금속카드뮴(순도 99.9 % 이상의 것) 1 g을 1 L 부피플라스크에 넣고 약간의 정제수를 넣은 다음 진한 질산 10 mL를 가해 완전히 녹여준 후 정제수로 표선까지 맞추어 조제하여 사용하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

4.2.7.2 카드뮴 표준용액 (100 mg/L)

카드뮴 표준원액 (1 000 mg/L) 100 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 가하여 조제한다.

4.2.7.3 카드뮴 표준용액 (2 mg/L)

카드뮴 표준용액 (100 mg/L) 20 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 가하여 조제한다.

4.2.8 크롬

4.2.8.1 크롬 표준원액 (1000 mg/L)

디크롬산칼륨 (potassium dichromate, $K_2Cr_2O_7$, 분자량 : 294.18) 2.83 g을 1 L 부피플라스크에 넣고 약간의 정제수를 넣은 다음 진한 질산 10 mL를 가해 완전히 녹여준 후 정제수로 표선까지 맞추어 조제하여 사용하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

4.2.8.2 크롬 표준용액 (100 mg/L)

크롬 표준원액 (1000 mg/L) 100 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 가하여 조제한다.

4.2.8.3 크롬 표준용액 (2 mg/L)

크롬 표준용액 (100 mg/L) 20 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 가하여 조제한다.

5.0 시료채취 및 관리

5.1 시료채취 전에 전 함량 분석을 할 것인가 아니면 용존 금속만을 분석할 것인가를 결정하여 적절한 보존을 선택한다.

5.2 시료는 미리 세척한 폴리프로필렌, 폴리에틸렌, 폴리테트라플루오로에틸렌 (PTFE) 또는 유리 용기에 채취한다.

5.3 채취용기는 비인산계 세제로 세척한 후 수돗물로 여러 번 세척하고 질산 (1 + 1)과 정제수로 차례로 세척한 후 건조하여 사용한다.

5.4 용존 금속을 측정할 경우에는 시료를 채취하여 0.45 μm 막에 통과시키고 걸러진 용액에 질산을 가하여 pH 2 이하로 조절한다.

5.5 전 함량 금속을 측정할 경우에는 시료 채취 후 질산을 가하여 pH 2 이하로 조절한다. 단, 운반온도(2 $^{\circ}\text{C}$ ~ 8 $^{\circ}\text{C}$)를 유지하여 운반 후 실험실에서 보존처리 할 수 있다(시료채취 후 48 시간 이내).

5.6 산 처리한 시료는 1 $^{\circ}\text{C}$ ~ 5 $^{\circ}\text{C}$ 로 보관하여 시료가 증발로 인해 부피변화가 없도록 해야 한다. 이 조건에서는 시료를 최대 6 개월까지 보관할 수 있다.

5.7 $\mu\text{g/L}$ 의 농도에서는 시료 채취 후 되도록 빠른 시간 안에 분석한다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

6.1 방법검출한계 및 정량한계

6.1.1 방법검출한계 (MDL, method detection limit) 및 정량한계 (LOQ, limit of quantitation)는 정제수에 정량한계 부근의 농도가 되도록 각 금속류를 첨가한 시료 7 개를 준비하고 각 시료를 7.0 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

6.1.2 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 시험기준에서 제시한 정량한계 이하이어야 한다.

6.2 방법바탕시료의 측정

ES 05001 정도보증/정도관리에 따라 시료군마다 1 개의 방법바탕시료 (method blank)를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수를 사용하여 7.0 분석절차와 동일하게 측정하며 얻은 값이 방법검출한계 이하이어야 한다.

6.3 검정곡선의 작성 및 검증

6.3.1 표 2의 정량범위 내의 5 개 이상의 농도에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수 (R^2)가 0.98 이상 또는 감응계수 (RF)의 상대표준편차가 20 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 재작성 한다.

6.3.2 감응계수 (RF)는 검정곡선 작성을 위한 표준용액의 농도 (C)에 대한 흡광도와 같은 반응 (R, response)으로, 표준용액의 농도를 2 개 이상 사용한 경우는 검정곡선의 기울기에 해당된다.

6.3.3 검정곡선의 직선성을 검증하기 위하여 각 시료군마다 1 회씩의 검정곡선 검증을 실시하는 것이 바람직하다. 표 2의 정량범위 또는 검정곡선의 중간 농도에 해당하는 표준용액을 측정한다. 측정값은 검정곡선 작성 시의 값과 20 % 이내에서 일치하여야 한다. 만약 이 범위를 넘는 경우, 검정곡선의 재작성이 요구된다.

6.4 정밀도 및 정확도

6.4.1 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 ES 05001 정도보증/정도관리 에 따른다. 정제수에 정량한계의 1 배 ~ 2 배 농도가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4 개 이상 준비하고 7.0 분석절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

6.4.2 정밀도는 4회 이상 측정한 평균값과 상대표준편차 (RSD)를 구하여 산출한다.

6.4.3 정확도는 4회 이상 측정한 평균값과 조제한 표준용액의 농도에 대한 상대 백분율 (%)로 나타낸다.

6.5 현장 이중시료의 측정

현장 이중시료 (field duplicate sample)는 동일한 시료채취 장소에서 동일한 조건으로 중복 채취한 시료로서 한 조사팀이 하루에 20 개 이하를 채취할 경우에는 1 개를 그리고 그 이상을 채취할 때에는 시료 20 개당 1 개를 추가로 채취한다. 동일한 조건의 두 시료간의 측정값의 편차는 20 % 이하이어야 한다.

6.6 내부정도관리 주기 및 목표

6.6.1 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. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

6.6.2 검정곡선 검증 및 시약바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 시약바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

6.6.3 각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 표 1과 같다.

7.0 분석절차

7.1 전처리

7.1.1 구리(동), 아연, 철, 망간

7.1.1.1 시료 200 mL 또는 금속을 첨가한 시료 200 mL를 비커에 넣고 진한 질산 2 mL (미리 시료에 넣은 질산을 포함한다)를 넣는다.

7.1.1.2 액량이 약 10 mL가 될 때까지 약하게 가열농축하고, 부피플라스크에 옮긴 후 정제수를 넣어 20 mL로 하여 이를 시험용액으로 한다.

7.1.2 납, 크롬, 카드뮴

7.1.2.1 시료 100 mL 또는 금속을 첨가한 시료 100 mL에 1 N HNO₃ 혹은 1 N NaOH를 가해 pH 3으로 조정한다.

7.1.2.2 암모늄피롤리딘디티오카바메이트 용액 1 mL를 넣고 흔들어 섞어 수 분간 둔 후, 메틸아이소부틸케톤 10 mL를 넣고 강하게 흔들어 섞은 다음 메틸아이소부틸케톤 층을 취하여 이를 시험용액으로 한다.

7.1.3 알루미늄

7.1.3.1 시료 200 mL 또는 금속을 첨가한 시료 200 mL를 비커에 넣고 염산 2 mL 및 지르코늄용액 1 mL를 넣어 흔들어 섞는다.

7.1.3.2 이 용액을 암모니아수로 pH 9로 조정하여, 수산화지르코늄의 침전을 생성시킨다. 잘 섞어 방치하여 침전을 가라앉힌다.

7.1.3.3 여과지 (5종A)로 여과하여 침전물을 분리한 후 정제수로 여과지의 침전물을 씻는다.

7.1.3.4 침전물을 뜨거운 염산 (2 M) 10 mL ~ 15 mL로 녹이고 식힌 후, 정제수로 20 mL로 하여 시험용액으로 한다.

7.2 검정곡선의 작성

7.2.1 구리(동), 아연, 철, 망간

7.2.1.1 금속 표준용액 (10 mg/L) 0, 1, 2, 4, 8, 10 mL를 단계적으로 100 mL 부피플라스크에 넣고 각각에 진한 질산 2 mL와 정제수를 넣어 표선을 맞춘다. 조제한 검정곡선용 표준용액의 농도는 0, 0.1, 0.2, 0.4, 0.8, 1 mg/L이다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다.

[주 2] 시료분석결과 이 검정곡선 농도범위를 벗어나면 시료를 희석해서 재분석하여야 한다.

7.2.1.2 이하 7.3과 같은 방법으로 시험하여 금속의 양과 흡광도와의 관계를 구한다.

7.2.2 납, 크롬, 카드뮴

7.2.2.1 금속 표준용액 (2 mg/L) 0, 2, 4, 8, 10, 20 mL를 단계적으로 500 mL 부피플라스크에 넣고 각각에 표선까지 정제수를 넣는다. 조제한 검정곡선용 표준용액의 농도는 0, 0.008, 0.016, 0.032, 0.04, 0.08 mg/L이다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다.

[주 3] 시료분석결과 이 검정곡선 농도범위를 벗어나면 시료를 희석해서 재분석하여야

한다.

7.2.2.2 검정곡선용 표준용액 100 mL를 취하여 이하 7.1.2.1 ~ 7.1.2.2와 같은 방법으로 시료를 전처리한 후 7.3의 방법으로 금속의 양과 흡광도와의 관계를 구한다.

7.2.2.3 금속의 농도와 흡광도로부터 검정곡선을 작성한다.

7.2.3 알루미늄

7.2.3.1 알루미늄 표준용액 (2 mg/L) 0, 2, 4, 8, 10 mL를 단계적으로 100 mL 부피 플라스크에 넣고 각각에 염산 10 mL와 정제수를 넣어 100 mL로 한다. 조제한 검정곡선용 표준용액의 농도는 0, 0.04, 0.08, 0.16, 0.2 mg/L이다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다.

[주 4] 시료분석결과 이 검정곡선 농도범위를 벗어나면 시료를 희석해서 재분석하여야 한다.

7.2.3.2 이하 7.3과 같은 방법으로 시험하여 금속의 양과 흡광도와의 관계를 구한다.

7.3 측정법

전처리에서 얻은 시험용액을 표 2에서 제시한 파장과 속빈 음극램프를 사용하여 각각 측정한다.

8.0 결과보고

8.1 계산

시료에서 각 금속의 측정값을 검정곡선의 y값에 대입하고 구한 농도 (x값)를 사용하여 다음의 식으로부터 시료 중에 농도를 계산한다.

$$\text{금속의 농도 (mg/L)} = C(m) \times f \quad (\text{식 1})$$

여기서, C(m) : 검정곡선에서 구한 농도 (mg/L)

f : 시료의 농축 배수

8.2 결과보고

행정사항과 관련된 항목별 시험결과의 표시는 ES 05003의 먹는물 수질기준의 표시한계 및 결과표시에 따른다.

9.0 참고자료

9.1 US EPA Method 7000A, “Atomic Absorption Methods”, EPA, (1992)

9.2 Standard Method, 3110, “Metals by atomic absorption spectrometry”, (2017)

9.3 Standard Method, 3010 B, “Metal Sampling and sample preservation”, (2017)

9.4 수질오염공정시험기준 ES 04400.0, “금속류”, 국립환경과학원, (2011)

9.5 日本水道協會, 上水試験方法 解説編, (1993)

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	0.0008 mg/L ~ 0.008 mg/L (표 2 참조)
검정곡선	결정계수 (R^2) $\geq$ 0.98 또는 감응계수 (RF)의 상대표준편차 $\leq$ 20 %
정밀도	상대표준편차 $\pm$ 20 % 이내
정확도	75 % ~ 125 %
현장이중시료	상대편차백분율 $\pm$ 20 % 이내

표 2. 원자흡수분광광도법에 의한 금속별 정량한계 및 정량범위

금속종류	측정과장, nm	불꽃기체	정량한계 ¹ (mg/L)	정량범위 ¹ (mg/L)
구리(동)	324.7	A-Ac	0.004	0.004 ~ 0.2
납	283.3	A-Ac	0.005	0.005 ~ 0.4
망간	279.5	A-Ac	0.004	0.004 ~ 0.4
아연	213.9	A-Ac	0.002	0.002 ~ 0.08
알루미늄	309.3	N-Ac	0.004	0.004 ~ 0.08
철	248.3	A-Ac	0.008	0.008 ~ 0.27
카드뮴	228.8	A-Ac	0.0008	0.0008 ~ 0.032
크롬	357.9	A-Ac	0.008	0.008 ~ 0.4

A-Ac : 공기-아세틸렌; N-Ac : 아산화질소-아세틸렌

¹ 시료의 농축배수를 고려하여 시료 중에 농도로 계산한 값