

환경대기 중 납 화합물 -

2016

자외선/가시선 분광법

(Determination of lead Compounds in Ambient Air -
UV/VIS Spectrometry)

1.0 개요

1.1 목적

1.1.1 이 시험방법은 환경대기 중의 입자상 납 및 그 화합물 농도 측정에 대한 기준 방법을 규정하는데 그 목적이 있다.

1.1.2 납 이온이 시안화칼륨 용액 중에서 디티존과 반응하여 생성되는 납 디티존 착염을 클로로폼으로 추출하고, 과량의 디티존은 시안화칼륨 용액으로 씻어내어, 납 착염의 흡광도를 520 nm에서 측정하여 정량하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 대기 중 입자상 형태로 존재하는 납 및 그 화합물의 분석방법에 대하여 규정한다. 입자상 납화합물은 하이볼륨에어샘플러 (high volume air sampler)법 및 로우볼륨에어샘플러 (low volume air sampler)법을 이용하여 여과지에 채취한다. 여과지를 전처리 한 후, 납의 분석농도를 구하고, 채취 유량에 따라 대기 중 납의 농도를 산출한다.

1.2.2 자외선/가시선 분광법의 정량범위는 0.001 ~ 0.04 mg이며, 정밀도는 3 ~ 10 %이다.

1.3 간섭 물질

1.3.1 납착물은 시간이 경과하면 분해되므로, 가능한 빛을 차단하고, 20 °C 이하에서 조작하며, 장시간 방치하지 않도록 한다.

1.3.2 비교적 다량의 비스무트가 함유되어 있으면, 시안화칼륨 (KCN, potassium cyanide) 용액으로 세정조작을 반복하더라도 무색이 되지 않는다.[1]

2.0 용어정의

2.1 감도

각 원소 성분에 대해 입사광의 1 % (0.0044 흡광도)를 흡수할 수 있는 시료의 농도이다.

2.2 표준원액

정확한 농도를 알고 있는 비교적 고농도의 용액으로, 일반적으로 1000 mg/kg 농도에서 0.3% 이내의 불확도를 나타내야 한다. 고순도의 1차 표준물질 시약을 이용하여 정확하게 조제하거나, 시약회사나 기기 제작사에서 분석용도에 맞게 조제한 용액을 구입하여 사용할 수 있다.

2.3 표준용액

검정곡선 작성에 사용되며, 용도에 따라 표준원액을 적당한 농도 범위로 묽혀 조제한다. 표준용액은 가능한 한 시료의 매질과 동일한 조성을 갖도록 조제해야 하며, 표준물질의 함량은 1% 이내의 함량 정밀도를 가져야 한다.

2.4 바탕값 보정 (background correction)

[1] 이 경우에는 납과 비스무트를 분리하여 시험한다. 추출하여 10 ~ 20 mL로 한 사염화탄소층에 프탈산수소칼륨완충용액 (pH 3.4) 20 mL을 넣어 2회 역추출하고 전체 수층을 합하여 분별깔대기로 옮긴다. 암모니아수(1+1)를 넣어 약알칼리성으로 한 후 시안화칼륨 용액(5 W/V%) 5 mL을 넣어 약 100 mL로 한 다음, 7.0 의 시험방법에 따라 추출단계부터 다시 시험한다.

바탕선 보정이라고도 한다. 시료매질 중의 측정 성분 이외의 분자형태의 화학종이 광원에서 방출되는 빛을 산란 또는 흡수함으로써 일어나는 바탕값을 보정한다. 바탕값을 보정하지 않으면 분석결과에 큰 오차요인이 될 수 있다. 표준용액과 바탕시험용액의 매질을 시료조성과 일치시켜 주는 방법을 이용하거나 적절한 방법을 이용하여 보정해 주어야 한다.

2.5 바탕시험 용액

시료를 제외하고 바탕시험용 여과지를 포함하여 시료에 사용된 동일한 시약과 분석 조작 절차를 통해 얻어진 용액이다. 시료 용액의 결과 보정에 사용된다.

3.0 분석기기 및 기구

3.1 여과지 무게측정용 장치 및 기구

3.1.1 분석용 미량저울

0.1 mg 단위까지 측정 가능한 저울

3.1.2 핀셋

평평한 모서리를 지닌 여과지 운반용 핀셋

3.1.3 일회용 장갑

손으로 인한 오염 방지 및 유독한 부식성 물질 접촉을 막기 위한 내산 재질의 일회용 장갑

3.2 시료 전처리용 장치 및 기구

3.2.1 산분해법

3.2.1.1 둥근바닥 플라스크

250 mL 용량, 갈아맞춤형

3.2.1.2 부피플라스크

250 mL 용량

3.2.1.3 볼콘덴서

300 mL , 갈아맞춤형

3.2.1.4 피펫

10 mL 부피 채취용

3.2.1.5 여과지

5종 A 또는 5종 B

3.2.1.6 여과장치

흡입여과장치 또는 일회용 테플론 주사기 필터

3.2.1.7 물중탕기

온도조절이 가능하고 자석교반기가 설치된 것

3.2.1.8 초음파 추출기

3.2.1.9 깔대기

3.2.2 마이크로파 산분해법

3.2.2.1 마이크로파 산분해장치

고압에서 200 °C 이상까지 온도를 상승시킬 수 있고, 1200 W 이상 세기의 마이크로파 조사 가능형

3.2.2.2 테플론 분해용기

산에 안전한 PFA (poly fluoroalkoxy) 또는 PTFE (polytetrafluoroethylene) 재질의 전용 용기

3.2.2.3 부피플라스크

25, 100 mL 용량

3.2.2.4 피펫

5, 10, 25 mL 부피 채취용

[주1] 금속 분석용 유리기구에는 붕규산 유리로 만들며, 세제를 이용하여 세척 후, 사용 전에 (1+1)질산에 4 시간 이상 담그고 증류수로 2 번 이상 행군다.

3.2.2.5 주사기 필터

공극 크기 0.45 μm 의 나일론 또는 테플론 재질의 일회용 필터

3.2.3 흡 후드

시료의 산 분해 등에서 발생하는 위해성 증기 배기 장치

3.3 시료분석을 위한 장치 및 기구

3.3.1 분광광도계

10 mm 이상의 흡수셀 (석영 또는 유리)을 설치하고, 흡광도 측정이 가능한 홀빔살형 (single beam) 또는 겹빔살형 (double beam) 분광광도계

3.3.2 분별깔때기

100 ~ 150 mL 부피

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시료 전처리용 시약

별도의 언급이 없으면 시약은 유해금속 측정용 및 분석용을 사용한다.

4.1.1 질산 - 과산화수소법

4.1.1.1 질산 (HNO_3 , nitric acid, 분자량:63.02)

4.1.1.2 과산화수소 (H_2O_2 , hydrogen peroxide, 분자량:34.02, 순도 30%)

4.1.1.3 (1+1)질산

질산과 물을 부피비가 1:1이 되도록 혼합하여 조제한다.

4.1.1.4 (1+4)질산

질산과 물을 부피비가 1:4가 되도록 혼합하여 조제한다.

4.1.1.5 (2+98)질산

질산과 물을 부피비가 2:98이 되도록 혼합하여 조제한다.

4.1.2 질산 - 염산법

4.1.2.1 질산 (HNO_3 , nitric acid, 분자량 63.02)

4.1.2.2 (1+4)질산

질산과 물을 부피비가 1:4 가 되도록 혼합하여 조제한다.

4.1.2.3 (2+98)질산

질산과 물을 부피비가 2:98이 되도록 혼합하여 조제한다.

4.1.2.4 염산 (HCl , hydrochloric acid, 분자량:36.45, 순도 36.5 ~ 38%)

4.1.2.5 (1+1)염산

염산과 물을 부피비가 1:1이 되도록 혼합하여 조제한다.

4.1.3 마이크로파 산분해법

4.1.3.1 질산 (HNO_3 , nitric acid, 분자량:63.02)

4.1.3.2 염산 (HCl , hydrochloric acid, 분자량:36.45, 순도 36.5 ~ 38%)

4.1.3.3 혼합산 (5.55% HNO_3 / 16.75% HCl)

물 500 mL에 질산 55.5 mL와 염산 167.5 mL를 녹이고, 최종 부피를 1 L가 되도록 묽힌다.

4.1.3.4 혼합산 용액

4.1.3.3의 용액을 2 배로 묽힌다.

4.2 자외선/가시선 분광법용 시약

4.2.1 구연산이암모늄 용액

구연산이암모늄 ($C_6H_{14}N_2O_7$, ammonium citrate dibasic, 분자량: 243.21) 10 g을 물 약 80 mL에 녹인다. (1+1)암모니아수를 떨어뜨려서 pH를 약 9로 조절한 다음, 물을 가하여 100 mL로 만들어 준다. 이것을 분별깔때기에 옮겨 담고 디티존·클로로폼 용액 (0.05 g/L) 소량을 가한 다음 잘 흔들어 섞고 정치하여 클로로폼 층을 분리한다. 이 조작을 클로로폼 층이 녹색을 계속 유지할 때까지 반복한다. 다음에 정제 클로로폼 5 ~ 10 mL를 가하고 잘 흔들어 섞은 다음 정치하여 클로로폼 층을 분리한다. 물 층을 마른 여과지로 여과해서 클로로폼의 작은 입자를 제거한다.

4.2.2 염산하이드록실아민 용액 (100 g/L)

염산하이드록실아민 ($NH_2OH \cdot HCl$, hydroxylamine hydrochloride 분자량: 69.49) 10 g을 물에 녹여서 100 mL로 한다.

4.2.3 (1+1)암모니아수

물 50 mL에 암모니아수 (NH_4OH , ammonium hydroxide, 분자량: 35.05)를 조금씩 50 mL를 가한다.

4.2.4 시안화칼륨 용액 (50 g/L)

시안화칼륨 (KCN, potassium cyanide, 분자량: 65.11) 50 g을 물에 녹여서 1 L로 한다. 이 용액을 강산성 양이온 교환수지를 써서 납을 제거한다.

4.2.5 디티존·클로로폼 용액 (0.05 g/L)

4.2.6의 디티존·클로로폼 원액 (0.1 g/L)을 4.2.8의 정제 클로로폼으로 2 배로 묽게 하고 A법 (4.2.5.1) 또는 B법 (4.2.5.2)에 따라 제조한다.

4.2.5.1 A법

4.2.5.1.1 디티존 · 클로로폼 원액 (4.2.6)을 정제 클로로폼으로 20 배 묽게 한 용액을 10 mm의 셀에 넣고 정제 클로로폼을 대조액으로 하여 광전 분광광도계로 605 nm에서 흡광도를 측정하여 A로 한다.

4.2.5.1.2 이 때 디티존 · 클로로폼 원액 1 L는 $124 \times A$ mg의 디티존을 함유한다. 디티존 · 클로로폼 원액 $50000 / 124 \times A$ mL를 취하고 클로로폼을 정확하게 가하여 1 L로 한다.

4.2.5.2 B법

4.2.5.2.1 분별깔때기에 아연 표준용액 (0.001 M) 5 mL를 정확하게 취하고, 여기에 아세트산암모늄 용액 (250 g/L) 2 mL와 물 50 ~ 60 mL를 가한다. 여기에 다시 디티존 · 클로로폼 원액 20 mL를 정확하게 가하고 3분간 심하게 흔들어주면서 섞는다.

4.2.5.2.2 정치한 다음 클로로폼 층을 버린다. 물 층에 클로로폼 10 mL를 가하여 1분간 심하게 흔들어주면서 섞고 정치한 다음 클로로폼 층을 버린다.

4.2.5.2.3 물 층에 지시약으로 크실레놀오렌지 용액 (1 g/L) 몇 방울을 가하고, M / 1000 EDTA 용액으로 액의 색이 핑크색에서 노란색으로 변할 때까지 적정한다.

4.2.5.2.4 그리고 다음 (식 1)에 따라서 디티존 · 클로로폼 원액의 농도 G (g/L)를 계산한다. 이 원액을 써서 디티존 · 클로로폼 (0.05 g/L)액을 조제한다.

$$G = \frac{Z - T \times F}{S} \times 784 \quad (\text{식 1})$$

여기서 G : 디티존 · 클로로폼 원액의 농도 (g/L)

Z : 아연 (g)

T : 적정에 소요된 M/1000 EDTA 용액 (mL)

F : M/1000 EDTA 용액 1 mL에 상당하는 아연 (g)

S : 검사하려고 하는 디티존 · 클로로폼 원액 (mL)

4.2.6 디티존 · 클로로폼 원액 (0.1 g/L)

새로 정제한 디티존 ($C_{13}H_{12}N_4S$, diphenylthiocarbazon) 0.61 g을 클로로폼 200 mL에 잘 저어서 녹이고 여과지로 거른다. 이 용액을 분별깔때기에 옮겨 담고 (1+100) 암모니아수 400 mL를 가한 다음 흔들어준다. 그리고 디티존을 물 층에 옮기고 정치하여 클로로폼 층을 분리한다. 물 층에 정제 클로로폼 50 mL를 가하고 흔들어 섞어서 씻는다. 정치 후 클로로폼 층을 분리하고 이 조작을 클로로폼 층이 옅은 녹색이 될 때까지 반복한다. 클로로폼으로 씻은 물 층에 클로로폼 500 mL와 (1+10) 염산 50 mL를 가하고 잘 흔들어 섞고, 디티존을 클로로폼 층에 옮긴다. 남은 디티존을 재차 클로로폼으로 추출하고 정치 후, 먼저의 디티존 용액에 가해 준다. 다음 다시 클로로폼을 가하여 1,000 mL로 하여 착색병에 넣어 준다. 여기에 포화아황산 수 용액 100 mL를 가한 다음 뚜껑을 덮고 10 °C 이하에서 보관한다.

4.2.7 시안화칼륨 용액 (5 g/L)

4.2.4의 시안화칼륨 용액 (50 g/L)을 물로서 10 배 묽게 한다.

4.2.8 클로로폼 ($CHCl_3$, chloroform, 분자량:119.38, 순도 99.0% 이상)

4.3 표준용액

4.3.1 납 표준원액 (0.1 mg Pb/mL)

질산납 ($Pb(NO_3)_2$, lead nitrate, 분자량:331.23) 0.160 g을 물에 녹이고 (1+1) 질산 1 mL를 가한 다음 1,000 mL 부피플라스크에 넣고 물을 표선까지 가한다.

4.3.2 납 표준용액 (0.01 mg Pb/mL)

납 표준원액 (0.1 mg Pb/mL) 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 넣고, 물을 표선까지 가한다. 이 용액은 사용 시 항상 새로 조제한다.

5.0 시료채취 및 관리

5.1 시료채취 위치 및 채취점의 선정

5.1.1 채취 장소 및 위치의 선정

채취장소 및 위치의 선정은 ES 01115 2.2에 따르며 그 부근의 오염도를 대표할 수 있고 특정한 발생원이나 자동차 등의 영향을 직접적으로 받지 않는 곳을 선정한다.

5.1.2 채취 지점 수

ES 01115 1 2.1에 따른다.

5.2 시료채취 장치 및 시료채취

5.2.1 ES 01114.1 4.1.2 및 4.2.2에 따라 채취한다. 유리섬유, 석영섬유, 나이트로셀룰로스, 테플론, 폴리스타이렌, 멤브레인 재질의 여과지를 사용하여 하이볼륨에어샘플러 또는 로우볼륨에어샘플러로 채취한다.

5.2.2 하이볼륨에어샘플러를 사용할 경우의 시료채취 시간은 24 시간을 원칙으로 하고, 로우볼륨에어샘플러를 사용할 경우에는 3일 ~ 7일간 연속 채취하는 것을 원칙으로 하나, 대기 중의 납 농도와 측정 당시의 기상조건을 고려하여 채취기간을 결정할 수 있다..

6.0 QA/QC

6.1 방법검출한계 및 정량한계

시료채취용 여과지에 각 실험실의 정량하한값과 비슷한 농도의 분석대상 표준물질을 첨가한 여과지 시료를 7개 준비하여 각 시료를 7.0 의 분석절차와 동일하게 전처리 및 분석한다. 방법검출한계 (MDL, method detection limit)는 얻어진 측정값들의 표준편차에 3.14을 곱한 값이고 정량한계 (MQL, minimum quantitation limit)는 얻어진 측정값들의 표준편차에 10을 곱한 값으로 산출한다.

6.2 실험실의 정밀도 및 정확도

실험실의 정확도 (accuracy) 및 정밀도 (precision) 시험은 해당실험실이 본 시험방법을 수행할 능력이 있는지를 검증하기 위해 실시한다. 시료채취용 여과지에 일정

량의 표준물질을 첨가 (정량범위 하한값의 1 ~ 5배 농도)한 시료, 또는 유사한 매트릭스의 인증표준물질 (CRM, certified reference material)를 이용하여 4개 이상의 동일한 농도를 가진 시료를 준비하여 7.0 과 동일한 절차로 전처리 및 분석하여 측정값들의 평균값과 표준편차를 구한다. 정확도는 첨가한 표준물질의 농도 또는 인증표준물질의 인증값에 대한 측정 평균값의 상대백분율 또는 회수율로서 나타내며, 정밀도는 측정값의 상대표준편차 (RSD)로 산출한다.

$$\text{회수율 (\%)} = \frac{X_m}{X_i} \times 100 \quad (\text{식 1})$$

$$\text{상대표준편차 (\%)} = \frac{s}{X_m} \times 100 \quad (\text{식 2})$$

여기서, s : 표준편차

X_i : 알고 있는 농도

X_m : 평균 측정값

이와 같이 측정했을 때 상대표준편차는 10% 이내, 회수율은 80 ~ 120 % 이내이어야 한다. 또한 전처리를 제외한 분석과정에서의 정확도는 정확한 농도를 알고 있는 표준용액을 4 회 이상 분석하여, 동일한 방법으로 산출할 수 있다.

6.3 검정곡선의 작성 및 검증

검정곡선은 7.2 의 절차에 따라 작성한다. 검정곡선 작성용 표준용액을 정량범위 내 3 ~ 5 개 농도로 제조하여 분석한다. 얻어진 검정곡선의 직선성 결정계수 (r^2)가 0.99 이상, 또는 감응계수 (response factor)의 상대표준편차가 10% 이내 이어야 하며, 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 재작성하도록 한다. 시료분석 과정 중, 검정곡선의 직선성을 검증하기 위하여 각 시료군마다 1 회의 검정곡선 검증을 실시하는 것이 바람직하다. 검증은 방법검출한계의 5 ~ 50 배 또는 검정곡선의 중간 농도에 해당하는 표준용액에 대한 측정값이 검정곡선 작성 시의 값과 10% 이내에서 일치하여야 한다. 만약 이 범위를 넘는 경우, 검정곡선을 재작성하여야 한다. 이 때 검정곡선 작성용 표준용액은 다른 회사의 표준물질을 사용하여 조제하는 것이 바람직하다.

6.4 방법바탕시료의 측정

방법바탕시료 (method blanks)는 오염되지 않은 시료채취용 여과지를 7.0 의 절차와 동일한 방법으로 전처리·분석한 시료로서, 시료에서의 발광값을 방법바탕시료의 발광값으로 보정해 준다. 시료군마다 1 개의 방법바탕시료를 측정한다.

6.5 이중시료의 측정

이중시료의 측정은 현장이중시료(field duplicates) 또는 여과지이중시료 (filter duplicates)를 이용해 실시할 수 있다. 현장이중시료는 동일한 시료채취 장소에서 동일한 조건으로 중복 채취한 시료로서 20 개의 시료마다 1 개의 시료를 추가 채취하여 분석하는 것이 바람직하다. 여과지이중시료는 시료 채취된 여과지를 균일하게 분취한 시료로서, 두 시료간의 측정값의 상대편차율 (RPD, relative percent difference)는 15% 이하이어야 한다.

$$\text{상대편차율 (\%)} = \frac{X_1 - X_2}{X_m} \times 100 \quad (\text{식 3})$$

여기서, X_1 , X_2 : 이중시료의 측정값

X_m : 이중시료간 측정값 평균

6.6 내부정도관리 주기

내부정도관리 주기는 방법검출한계, 정밀도와 정확도의 측정은 연 1 회 이상 측정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 변경, 분석 장비의 수리나 이동 등 주요 변동사항이 발생한 경우에는 수시로 실시한다. 검정곡선의 검증 및 방법바탕시료의 측정은 시료군 당 1회 실시하여야 한다.

7.0 분석절차

7.1 전처리 방법

7.1.1 산분해법

7.1.1.1 질산-과산화수소법

시료를 채취한 여과지를 적당한 크기로 잘라서 250 mL의 둥근바닥 플라스크에 넣는다. 여기에 (1+1)질산 60 mL와 과산화수소 10 mL를 가한 다음 볼컨덴서를 연결하고 물중탕에서 1 ~ 2 시간 환류 가열한다. 방치하여 냉각한 후 과산화수소 10 mL씩을 2 회에 걸쳐 가한다. 냉각 후 볼컨덴서를 물로 씻고 상층액을 가만히 따라 여과지 5A를 써서 거른다. 뜨거운 물 30 mL를 플라스크에 가하고 물중탕 중에서 5 ~ 10 분간 가열하고 이것을 앞에서 사용한 여과지를 써서 거른다. 이 조작을 반복하고 다시 따뜻한 (2+98)질산으로 여과지를 씻는다. 여과용액과 씻은 액을 물중탕 중에서 가열 증발시켜 건조되지 않을 정도로 농축^[2]한다. 여기에 (1+4)질산 10 mL를 가하고 물중탕 중에서 가열하여 녹이고 식힌 후 250 mL 부피플라스크에 옮기고 (2+98)질산으로 표선까지 채운다.

7.1.1.2 질산-염산혼합액에 의한 초음파 추출법

7.1.1.2.1 시료^[3]를 채취한 여과지를 적당한 크기로 잘라서 100 mL의 비커에 넣고 1.03M 질산과 2.23M 염산의 혼합액(1:1)을 30 mL 가한 다음 sealing film으로 비커 뚜껑을 덮는다.

7.1.1.2.2 초음파 추출기에 100 °C 물을 7.1.1.1의 비커의 시료액 높이만큼 채운 다음 초음파 추출기의 출력 28 KHz로 2시간 동안 추출한다.

7.1.1.2.3 초음파 처리가 끝나면 비커를 꺼내어 식힌 다음 여과지(5A)를 올려 놓은 깔대기를 이용하여 비커 속의 시료용액을 여과한다.

7.1.1.2.4 증류수로 최종액량이 100mL가 되도록 여과지를 행구어 주어 최종액량은 100mL 메스플라스크에 옮긴다. 이때 최종액의 질산-염산농도는 질산 0.31M 질산 + 0.67M 염산(1:1)로 된다.

7.1.1.3 마이크로파산분해법

7.1.1.3.1 시료를 채취한 여과지를 깨끗이 세척한 세라믹 가위 또는 유리 재질 형

[2] 분석 시 산의 농도에 의한 영향이 무시되는 경우에는 증발 농축을 생략하고 식힌 후 물로서 250 mL로 한다.

[3] 흡입구로부터 여과지까지의 관의 내면에 붙은 것도 적당한 방법으로 시료 용액에 포함 하도록 한다.

판을 사용하여 분석에 필요한 만큼의 크기로 자른다. 자른 여과지를 조각으로 잘게 자르고 비닐장갑이나 플라스틱 핀셋을 사용하여 자른 여과지를 테플론 용기로 옮긴다. 피펫으로 5.5 % 질산 / 16.7 % 염산 혼합산 용액 10 mL를 가하여, 혼합산 용액이 여과지를 완전히 덮도록 한다. 이때 마이크로파 산분해용 용기는 사용 전에 미리 진한 질산 (약 10 mL)으로 세척하고 비이온성 세제로 씻어낸 다음, 다시 증류수로 세척한 후 사용한다.

7.1.1.3.2 동일한 방법으로 12 개 (마이크로파 분해장치의 용량에 따름)의 시료를 각각의 테플론 용기에 처리하여 넣은 후 마개를 단단히 닫는다. 이때 12 개 중 1 개의 용기에는 사용하지 않은 여과지와 혼합산용액 10 mL을 가하여 분석용 바탕시험용액으로 사용한다. 12 개의 용기를 마이크로파 분해장치의 회전반에 고정하고, 1200 W 세기로 마이크로파를 10 분간 상승시켜 180 °C 에서 10 분간 유지한다(단, 용기의 수가 12 개 미만일 때는 마이크로파 세기를 1 개당 약 5% 의 비율로 줄여서 조사함). 마이크로파 조사가 끝나면 압력을 낮추고 용기를 상온으로 냉각시킨다.

7.1.1.3.3 볼텍스 믹서에서 2 ~ 3 분간 혼합한 후 나일론 또는 테플론 주사기 필터 (0.45 µm)를 사용하여 25 mL 부피플라스크에 여과한다. 다시, 3 % 질산 / 8 % 염산 용액 5 mL로 테플론 용기를 세척하여 주사기 필터로 여과한 후 위의 여과용액과 합친다. 그리고 물을 사용하여 최종 부피가 25 mL가 되도록 부피플라스크에서 묻힌다. 이때 시료 용액의 산농도는 3 % 질산 / 8 % 염산이다.

7.2 측정방법

7.2.1 7.1에서 조제한 시료 용액의 적당량 (Pb로서 0.04 mg 이하를 함유함)을 분별깔때기에 취하고, 구연산이암모늄 용액 10 mL 및 염산하이드록실아민 용액 (100 g/L) 2 mL를 가한 다음 흔들어 섞고 잠시 방치한다.

7.2.2 (1+1)암모니아수를 가하여 약알칼리성 (pH 약 8.5 ~ 10)으로 한다. 시안화칼륨 용액 (50 g/L) 5 mL를 가하고, 다시 디티존 · 클로로폼 용액^[4] (0.05 g/L) 5 mL을 가하여 1 분간 흔들어 섞은 다음 정치하고, 클로로폼 층은 뚜껑을 갈아 맞춘 시험관에 옮겨 넣는다.^[5]

[4] 디티존 · 클로로폼 용액 (0.05 g/L)대신에 디티존 · 사염화탄소 용액 (0.05 g/L)을 써도 좋다.

[5] 클로로폼 층은 퇴색하기 쉬우므로 이것을 막기 위하여 20 °C 이하의 암상자 속에 보존하도록 하

7.2.3 물 층에는 소량의 디티존·클로로폼 용액 (0.05 g/L)을 가하고 흔들어 섞어서 클로로폼 층이 무색이 될 때까지 추출을 반복한다.

7.2.4 클로로폼 층은 먼저의 뚜껑을 갈아 맞춘 시험관에 합치고, 여기에 시안화칼륨 용액 (5 g/L) 5 mL를 가한 다음 1 분간 흔들어 섞고 정치하여 물 층은 피펫 또는 스포이드 등으로 제거한다. 이 세척조작을 물 층이 무색이 될 때까지 반복한다^[6].

7.2.5 최후에 물 5 mL를 가하고 흔들어 섞은 다음 정치하여 물을 분리하고 완전히 제거한다. 이것을 25 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고, 정제 클로로폼을 표선까지 가한다.

7.2.6 이 용액을 파장 520 nm에서 흡광도를 측정하여 검정곡선에 의해 납의 양을 구한다.

7.2.7 별도로 분석용 시료용액과 동일한 양의 정제 클로로폼을 바탕시험용액으로 하여 7.2.1 ~ 7.2.6과 같이 조작하고 흡광도를 측정하여 보정한다.

는 것이 좋다.

[6] 시안화칼륨 용액에 의한 세척을 수회 반복하여도 무색이 되지 않을 때는 비교적 다량의 비스무드가 함유되어 있는 때문이며, 다음의 분별추출을 하여 납을 분리한 다음 정량한다. 추출한 비스무드, 납의 디티존 착염의 클로로폼 용액에 프탈산 수소칼륨-염산 완충용액(M/5 프탈산 수소칼륨 용액 250 mL와 M/5 염산 49.75 mL를 혼합하고 물을 넣어 1 L로 한다. 이 용액의 pH는 3.4이다.) 20 mL를 가하고 1분간 심하게 흔들어 섞어서 납을 완충용액 속으로 옮긴다. 클로로폼 층을 분리하고 재차 프탈산 수소칼륨-염산 완충용액 20 mL를 가하고 흔들어서 납을 전부 완충용액으로 옮긴다. 납을 함유한 완충용액을 합하고 (1+1)암모니아수로 약알칼리성으로 한 다음 본문과 같은 조작을 하여 납을 정량한다.

7.3 검정곡선의 작성

납 표준용액 (0.01 mg Pb/mL) 0 ~ 4 mL를 단계적으로 취하고 위의 조작을 행하여 납 농도와 흡광도와의 관계선을 작성한다.

8.0 결과 보고

8.1 대기 중의 납 농도 계산방법

대기 중의 해당 금속 농도는 0 °C, 760 mmHg로 환산한 공기 1 m³ 중 납의 µg 수로 나타내며, 다음 (식 4)에 따라서 계산한다.

$$C = C_S \times V_f \times \frac{A_U}{A_E} \times \frac{1}{V_s} \quad (\text{식 4})$$

여기서, C : 표준상태에서 건조한 대기 중의 입자상 금속 농도 (µg/m³)

C_S : 7.2.7 에서 구한 시료 용액 중의 납 농도 (µg/mL)

V_f : 7.1 에서 조제한 분석용 시료 용액의 최종 부피 (mL)

A_U : 시료채취에 사용한 여과지의 총 면적 (cm²)

A_E : 7.1 에서 분석용 시료용액 제조를 위해 분취한 여과지의 면적 (cm²)

V_S : 5.2 에서 채취한 표준상태에서의 건조한 대기기체 채취량 (Sm³)

9.0 참고자료

9.1 EPA METHOD IO-3, "Compendium of methods for the determination of inorganic compounds in ambient air", USEPA, (1999).

9.2 JIS K 0083, "Method for determination of metals in flue gas", 일본규격협회, (2002).

9.3 EPA METHOD 29, "Determination of Metals Emissions from Stationary Sources", USEPA, (1999).

9.4 EPA Method 3051A, "Microwave Assisted Acid Digestion of Sediments, Sludges, Soils, and Oils", USEPA, (1998).

10.0 부록