

배출가스 중 비소화합물 -

2021

자외선/가시선분광법

(Arsenic Compounds in Flue Gas - UV/VIS Spectrometry)

1.0 개요

1.1 목적

1.1.1 이 시험기준은 고정된 오염물질의 주요 배출원인 배출가스 중의 입자상 및 가스상 비소화합물의 농도 측정을 위한 기준 방법에 대해 규정함으로써 배출오염을 감시 및 억제하고자 하는데 그 목적이 있다.

1.1.2 시료 용액 중의 비소를 수소화비소로 하여 발생시키고 이를 다이에틸다이싸이오카바미산은 클로로폼 용액에 흡수시킨 다음 생성되는 적자색 용액의 흡광도를 510 nm에서 측정하여 비소를 정량한다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험기준은 연료 및 기타 물질의 연소, 금속의 제련 및 가공, 요업, 약품제조, 폐기물 처리 등에 수반하여 굴뚝 등에서 배출되는 배출가스 중에서 입자상 비소 및 이들 화합물과 가스상의 수소화비소를 분석하는 방법에 대하여 규정한다.

1.2.2 입자상 비소화합물은 강제 흡입 장치를 사용하여 여과장치에 채취하고, 가스상 비소는 적당한 수용액 중에 흡수 채취하며, 채취된 물질을 산 분해 처리한다.

1.2.3 전처리하여 용액화한 시료 용액 중의 비소를 다이에틸다이싸이오카바미산은 자외선/가시선분광법으로 측정한다. 분석농도를 구한 후 배출가스 유량으로부터 배출가스 중의 비소 농도를 산출한다.

1.2.4 정량범위는 0.007 ppm ~ 0.035 ppm (분석용 시료용액 250 mL, 건조시료가스량 1 Sm³인 경우)이고, 방법검출한계는 0.002 ppm이며, 정밀도는 10 % 이하이다.

1.3 간섭물질

1.3.1 비소 및 비소화합물 중 일부 화합물은 휘발성이 있다. 따라서 채취 시료를 전처리하는 동안 비소의 손실 가능성이 있다. 전처리 방법으로서 마이크로파 산분해법을 이용할 것을 권장한다.

1.3.2 일부 금속 (크롬, 코발트, 구리, 수은, 몰리브데넘, 니켈, 백금, 은, 셀렌 등)이 수소화비소 (AsH₃) 생성에 영향을 줄 수 있지만 시료 용액 중의 이들 농도는 간섭을 일으킬 정도로 높지는 않다.

1.3.3 황화수소가 영향을 줄 수 있으며 이는 아세트산납으로 제거할 수 있다.

1.3.4 안티모닌은 스티빈 (stibine)으로 환원되어 510 nm에서 최대 흡수를 나타내는 착화합물을 형성케 함으로써 비소 측정에 간섭을 줄 수 있다.

1.3.5 메틸 비소화합물은 pH 1에서 메틸수소화비소 (methylarsine)를 생성하여 흡수용액과 착화합물을 형성하고 총 비소 측정에 영향을 줄 수 있다.

2.0 용어정의

2.1 표준원액

정확한 농도를 알고 있는 비교적 고농도의 용액으로, 고순도 시약을 이용하여 정확하게 조제하거나, 일반적으로 1 000 mg/kg 농도에서 소급성이 명시된 인증표준물질을 구입하여 사용한다.

2.2 표준용액

검정곡선 작성에 사용되며, 용도에 따라 표준원액을 적당한 농도 범위로 묽혀 조제한

다. 표준용액은 가능한 한 시료의 매질과 동일한 조성을 갖도록 조제해야 한다.

2.3 현장바탕 시험용액

현장바탕시험은 현장에서의 채취 과정, 시료의 운송, 보관 및 분석 과정에서 생기는 문제점을 찾는 데 사용되는 시험으로, 시료와 동일한 절차를 거쳐 얻어진 용액을 말하며, 시료용액의 결과 보정에 사용된다.

3.0 분석기기 및 기구

3.1 시료 전처리를 위한 장치 및 기구

3.1.1 부피플라스크

250 mL 부피 크기

3.1.2 깔때기

경사 각도 60°로서 거름종이 5종 A 및 5종 B를 사용하기에 적당한 것

3.1.3 원뿔형비커

250 mL 부피 크기

3.1.4 피펫

부피 5 mL, 10 mL, 20 mL, 30 mL 채취용

3.1.5 가열판

80 °C에서 300 °C까지 가열 가능한 것

3.1.6 거름종이

5종 A 및 5종 B 또는 이와 동등한 것

3.2 시료분석을 위한 장치 및 기구

3.2.1 수소화비소발생장치

그림 1의 보기에 따른다.

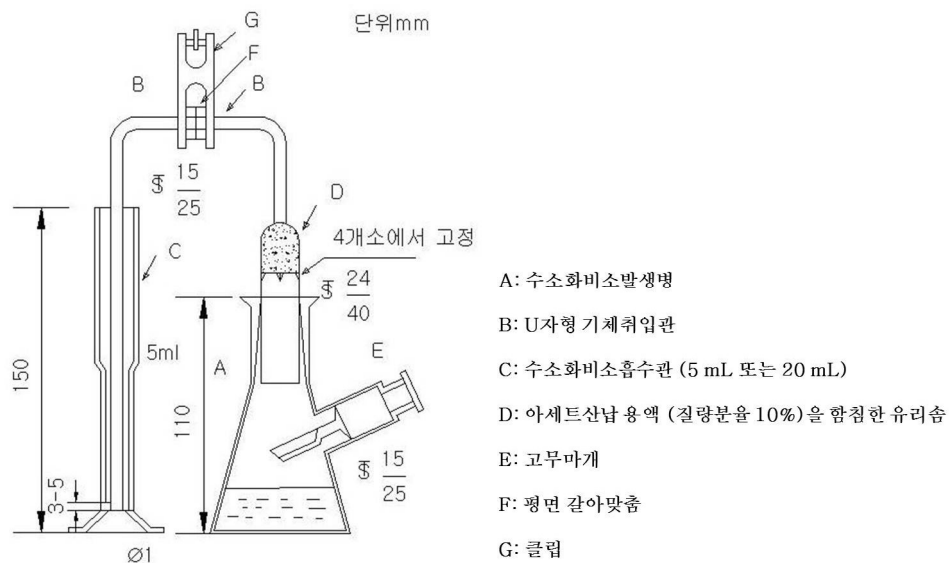


그림 1. (a) 수소화비소발생장치

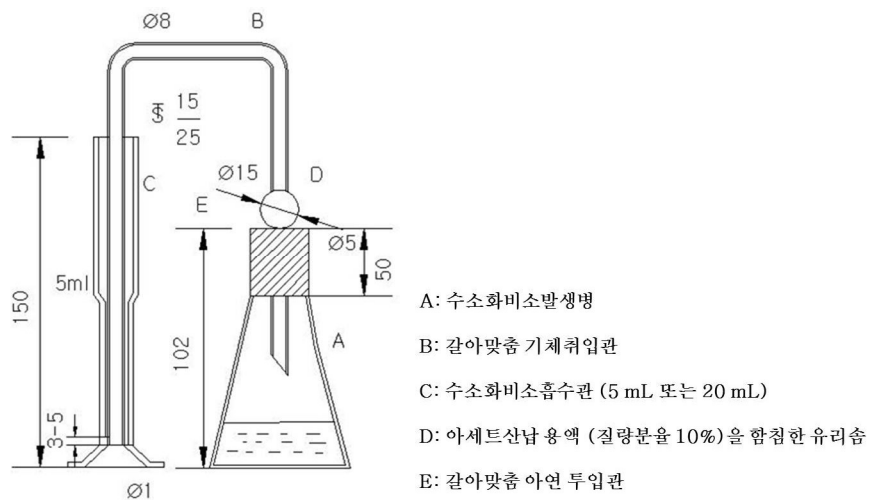


그림 1. (b) 수소화비소발생장치

3.2.2 광도계

10 mm 이상의 흡수셀 (석영 또는 유리)을 장착하고 510 nm에서 측정이 가능한 광전 광도계 또는 광전분광광도계

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 질산 (HNO_3 , nitric acid, 분자량: 63.01, 순도 70.0 %)

4.1.2 황산 (H_2SO_4 , sulfuric acid, 분자량: 98.09, 순도 98.0 %)

4.1.3 (1 + 1) 황산

정제수 50 mL를 저어주면서 황산 50 mL를 서서히 첨가한 다음 혼합하여 제조한다.

4.1.4 (1 + 5) 황산

정제수 50 mL를 저어주면서 황산 10 mL를 서서히 첨가한 다음 혼합하여 제조한다.

4.1.5 (1 + 10) 황산

정제수 100 mL를 저어주면서 황산 10 mL를 서서히 첨가한 다음 혼합하여 제조한다.

4.1.6 과염소산 (HClO_4 , perchloric acid, 분자량: 100.46, 순도 60.0 %)

4.1.7 염산 (HCl , hydrochloric acid, 분자량: 36.46, 순도 36.5 % ~ 38.0 %)

4.1.8 (1 + 1) 염산

정제수 50 mL를 저어주면서 염산 50 mL를 첨가한 다음 혼합하여 제조한다.

4.1.9 암모니아수 (NH_4OH , ammonium hydroxide, 분자량 35.05, 순도 28.0 %)

4.1.10 (1 + 2) 암모니아수

정제수 50 mL에 암모니아수 25 mL를 첨가한 다음 혼합하여 제조한다.

4.1.11 아연 (Zn, 원자량 65.39, 99.99+%)

비소 분석용으로서 시험용 체로서 체거름하여 눈금크기 1 400 μm 체를 통과하고 1 000 μm 체에 남아있는 것.

4.1.12 주석 (Sn, 원자량 118.71, 99.5+%)

4.1.13 아이오드화포타슘 용액 (200 g/L)

아이오드화포타슘 (KI, 분자량 166.00, 99.99+%) 20 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.14 철(III) 용액

염화철(III) ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 분자량 270.30, 98+%) 5 g 또는 황산철(III)암모늄 [철명반, $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4) \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, 분자량 482.18, 99+%) 9 g을 염산 5 mL와 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.15 염화주석(II) 용액

염화주석(II) ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 분자량 225.65, 99.99+%) 40 g을 염산에 녹여 100 mL로 한다. 여기에 주석입자 2 개 ~ 3 개를 넣은 다음 색깔 있는 유리병에 보관한다. 사용할 때 적당량을 취하여 정제수로 10 배 묽힌다.

4.1.16 아세트산납(II) 용액 (100 g/L)

아세트산납(II) $[\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$, 분자량 379.33, 99.99+%) 12 g을 아세트산 1 방울 ~ 2 방울을 가한 후 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.17 다이에틸다이싸이오카바산은-클로로폼 용액 (5 g/L)

다이에틸다이싸이오카바산은 [silver diethyl dithiocarbamate, $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{NCS}_2\text{Ag}$, 분자량 256.14, 99+%) 0.5 g과 부르신 (brucine, $\text{C}_{23}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_4$, 분자량 394.46, 98+%) 0.1 g을 클로로폼 (CHCl_3 , 분자량 119.38, 99+%)으로 녹여 100 mL로 한다.

4.1.18 에탄올 ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, 분자량 46.07, 99.5+%)

4.1.19 메타-크레솔퍼플 에탄올 용액 (1 g/L)

메타-크레솔퍼플 (*m*-cresol purple, $\text{C}_{21}\text{H}_{18}\text{O}_5\text{S}$, 분자량 382.43, dye content 90 %) 0.1 g을 에탄올 (질량분율 95 %) 50 mL에 녹여 정제수로 100 mL로 한다.

4.2 표준용액

4.2.1 비소 표준원액 (0.1 mg/mL)

삼산화비소 (As_2O_3 , 분자량 197.84, 99.99+%) 0.133 g을 수산화소듐 용액 (질량분율 4 %) 2 mL에 녹인 후 정제수를 가하여 500 mL로 하고 황산 (1 + 10)을 가하여 약산성으로 한다. 이것을 1 000 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고 정제수로 표선까지 채운다. 또는 소급성이 명시된 인증표준물질을 구입하여 사용한다.

4.2.2 비소 표준용액 (1 $\mu\text{g/mL}$)

비소 표준원액 (0.1 mg/mL) 10 mL를 1 000 mL 부피플라스크에 취하고 정제수로 표선까지 채운다.

5.0 시료 채취 및 관리

5.1 채취위치 및 채취점의 선정

5.1.1 채취위치의 선정

ES 01301.1 배출가스 중 먼지 - 반자동식 측정법의 5.1 측정위치의 선정에 따른다.

5.1.2 시료채취점의 선정

ES 01301.1 배출가스 중 먼지 - 반자동식 측정법의 5.4 측정점의 선정에 따른다.

5.2 시료채취장치

5.2.1 입자상 비소화합물

입자상 비소 시료채취장치는 먼지채취부, 가스흡입부 및 흡입유량측정부로 구성한다. 시료채취장치 구성의 보기는 그림 2과 같다.

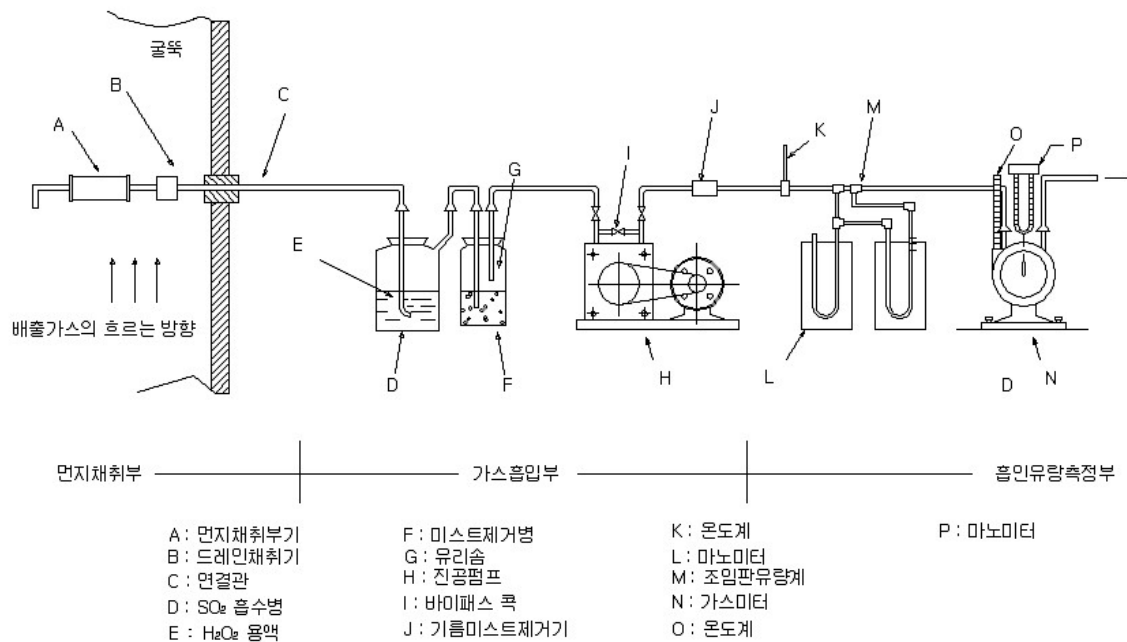


그림 2. 입자상 비소 시료채취 장치

5.2.1.1 먼지채취부

ES 01301.1 배출가스 중 먼지 - 반자동식 측정법의 3.0에 따른다.

5.2.1.2 가스흡입부

ES 01301.1 배출가스 중 먼지 - 반자동식 측정법의 3.8 가스흡입 및 유량측정부에 따른다.

5.2.1.3 흡입유량측정부

ES 01301.1 배출가스 중 먼지 - 반자동식 측정법의 3.8 가스흡입 및 유량측정부에 따른다.

5.2.1.4 먼지채취기

먼지채취기는 흡입노즐, 여과지 및 여과지홀더로 구성된다.

5.2.1.5 여과지

5.2.1.5.1 재질

규소섬유 또는 플루오로수지제를 사용한다.

5.2.1.5.2 형상 및 치수

원통형 또는 원형으로서 원통형일 때는 지름 20 mm ~ 25 mm, 길이 90 mm의 원통형 여과지, 원형일 때는 지름 40 mm ~ 50 mm의 원형 여과지를 사용한다.

5.2.1.5.3 채취율

99 % 이상인 것이어야 한다.

5.2.2 가스상 비소화합물

가스상 시료채취장치 구성의 보기를 그림 3에 나타낸다.

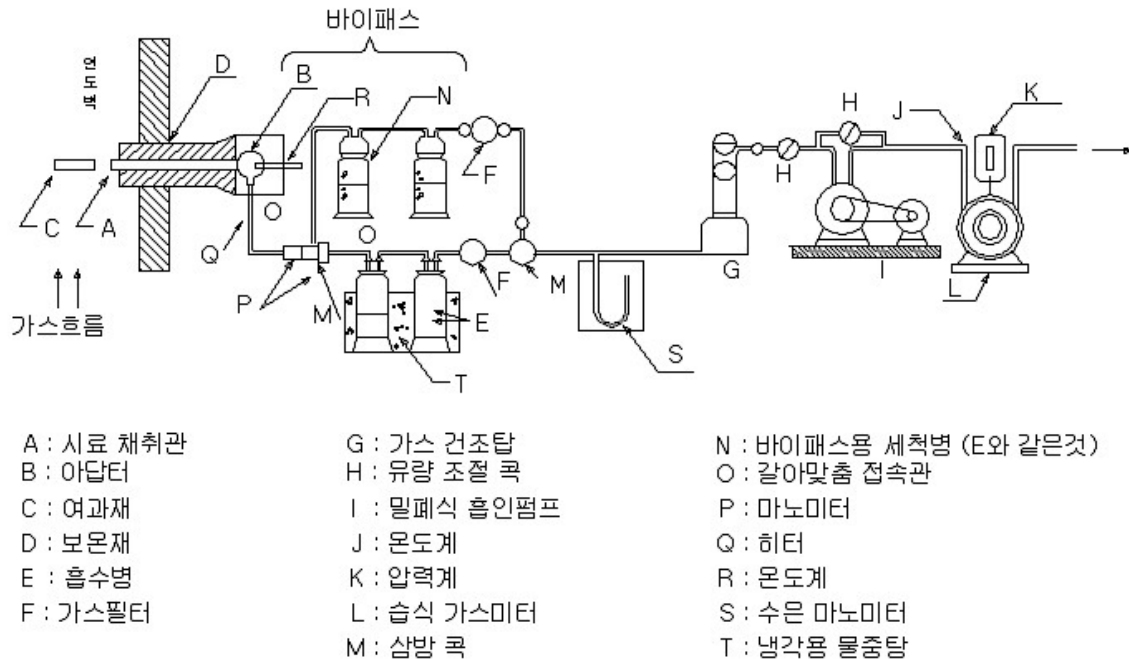


그림 3. 가스상 비소 시료채취장치 구성

5.2.2.1 장치의 구성

ES 01111 배출가스 중 가스상물질 시료채취방법 2.0 시료채취장치를 따른다.

5.2.2.2 채취관

ES 01111 배출가스 중 가스상물질 시료채취방법 2.2 채취관을 따른다.

5.2.2.3 여과지

5.2.1.5와 같다.^[1]

5.2.2.4 흡수병

ES 01111 배출가스 중 가스상물질 시료채취방법 2.4.4 흡수병을 따른다. 이때 체적은 250 mL의 것을 쓴다.

[1] 여과지에 흡착된 가스상 비소는 입자상 비소로 본다.

5.2.2.5 부착, 조립 및 누출 확인 시험

ES 01111 배출가스 중 가스상물질 시료채취방법 3.1 및 4.1을 따른다.

5.3 시료채취

5.3.1 입자상 비소화합물의 시료채취방법

ES 01301.1 배출가스 중 먼지 - 반자동식 측정법의 5.5 시료채취에 따른다.

5.3.2 가스상 비소화합물의 시료채취방법

ES 01111 배출가스 중 가스상물질 시료채취방법 4.2 흡수병을 사용할 때 취급법을 따른다.

5.3.2.1 흡수액

수산화소듐 용액 (4 g/L)

5.3.2.2 흡수병

흡수병 2 개 이상을 준비하고 각각에 흡수액 50 mL씩을 넣고 냉각 물중탕에 넣어 흡수액을 상온으로 유지한다.

5.3.2.3 흡입유량

흡입유량은 약 1 L/min으로 하고, 입자상 비소화합물의 시료채취와 같은 시간으로 동시에 시료채취한다.

5.3.2.4 채취관, 도관 등의 가열온도

배출가스와 같은 온도로 한다.

6.0 정도보증/정도관리(QA/QC)

6.1 내부정도관리

6.1.1 방법검출한계 및 정량한계

방법검출한계 및 정량한계는 ES 01001 정도보증/정도관리의 4.0 검출한계에 따라 측정한다. 측정한 방법검출한계는 시험방법에서 제시한 값 이하이어야 한다.

6.1.2 정밀도 및 정확도

실험실의 정확도 (accuracy) 및 정밀도 (precision) 시험은 해당실험실이 본 시험방법을 수행할 능력이 있는지를 검증하기 위해 실시한다. 분석물질을 포함하고 있지 않은 유사한 매질에 일정량의 표준물질을 첨가 (정량한계의 1 배 ~ 5 배 농도)한 시료, 또는 유사한 매질의 인증표준물질 (CRM, certified reference material) 시료를 4 개 이상 준비한다. 7.0 항과 동일한 절차로 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다. 정확도는 첨가한 표준물질의 농도에 대한 측정 평균값의 상대 백분율 (recovery)로서 나타내며, 정밀도는 측정값의 %상대표준편차 (% RSD)로 산출한다.

$$\text{정확도 (\%)} = \frac{\bar{x}}{X_i} \times 100 \quad (\text{식 1})$$

$$\text{정밀도 (\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (\text{식 2})$$

여기서, s = 표준편차

X_i = 알고 있는 농도

\bar{x} = 평균 측정값

이와 같이 측정했을 때 상대표준편차는 10 % 이내, 정확도는 75 % ~ 125 % 이내이어야 한다. 또한 전처리를 제외한 분석과정에서의 정확도는 정확한 농도를 알고 있는 표준용액을 4 회 이상 분석하여, 동일한 방법으로 산출할 수 있다.

6.1.3 검정곡선의 작성 및 검증

정량범위 내에서 바탕시료를 제외한 3 개 이상의 농도에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수 (R^2)가 0.98 이상 또는 감응계수의 상대표준편차가 20 % 이내이어야 하며 상관계수나 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 재작성하도록 한다. 시료분석 과정 중, 검정곡선의 직선성을 검증하기 위하여 각 시료군마다 1 회씩 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 제조한 표준물질과는 다른 회사의 표준물질을 사용하여 조제하는 것이 바람직하다.

6.1.4 방법바탕시료의 측정

방법바탕(method blank)시료는 실제시료와 동일한 방법으로 전처리·분석되어야 하며 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다. 시료군마다 1 개의 방법바탕시료를 측정한다.

6.1.5 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 시료군당 1 회 실시한다. 필요한 경우 가스상 수소화비소의 채취 시 흡수 효율을 표준기체를 이용한 별도의 실험을 통해 확인할 수 있으며, 흡수된 수소화비소 측정의 정확도는 시료와 동일한 방법으로 전처리 및 분석하여 확인할 수 있다.

7.0 분석절차

7.1 시료의 전처리

ES 01102 시료 전처리를 따른다. 다만, 전처리하는 동안 비소의 손실 가능성이 있는 경우 마이크로파 산분해법을 사용할 수 있다.

7.1.1 입자상 비소

7.1.1.1 깨끗이 세척한 세라믹 가위나 플렉시 유리재 형판을 사용하여 시료를 채취한 여과지^[2]를 적당한 크기로 절단하여 비커 (250 mL)에 넣고 질산 30 mL 및 황산 (1 + 1) 5 mL를 가하고 조심해서 10 분간 가열 분해한다. 따뜻한 정제수 25 mL를 가하고 놓아둔 다음 그 상층액을 별도의 비커 (300 mL)로 옮긴다.

7.1.1.2 비커 (250 mL) 내의 잔류물에 질산 50 mL를 가하고 서서히 온도를 높여 10 분간 가열한 다음 따뜻한 정제수 25 mL를 가하고 거름종이 (5종 A)를 사용하여 거른다. 거른액을 7.1.1.1의 비커 (300 mL)에 합친다.

7.1.1.3 질산 10 mL ~ 20 mL 및 과염소산 5 mL를 가하고 다시 서서히 온도를 높여 과염소산의 흰 연기가 발생하기 시작하면 시계 접시를 덮고 과염소산이 비커의 벽을 흘러내리도록 한 상태에서 유기물을 분해한다.

7.1.1.4 액이 완전히 무색으로 될 때까지 7.1.1.3의 조작을 반복한다.^[3]

7.1.1.5 놓아두어 식힌 다음 정제수 100 mL를 가하여 가용성염류를 녹이고 거름종이 5종 A를 사용하여 거른다. 거른액은 250 mL 부피플라스크에 옮기고 거름종이를 정제수로 씻어 씻은 액은 거른액에 합치고 정제수로 표선까지 채운다. 이것을 분석용 시료용액으로 한다.

7.1.1.6 별도로 여과지를 사용하여 7.1.1.1 ~ 7.1.1.5의 조작을 하여 현장바탕시험액을 만든다.

7.1.2 가스상 비소

7.1.2.1 시료를 채취한 흡수병 내의 용액을 250 mL 비커에 씻어 넣고 질산 30 mL 및 황산 (1 + 1) 5 mL를 가하여 서서히 가열한다.

[2] 흡입노즐로부터 거름종이까지 관의 내면에 부착된 것도 적당한 방법으로 처리하여 가한다.

[3] 질산 및 과염소산의 추가량은 바탕시험용액을 제조할 때에도 같은 양을 사용한다.

7.1.2.2 이하 7.1.1.2 ~ 7.1.1.5의 조작과 같이 시험하여 분석용 시료용액을 제조한다.

7.1.2.3 별도로 흡수액을 5.4.2에서 사용한 것과 같은 양을 250 mL 비커에 취하고 7.1.2.1 및 7.1.2.2의 조작을 하여 현장바탕시험용액으로 한다.

7.2 측정방법

7.2.1 입자상 비소

7.2.1.1 7.1.1에서 제조한 시료 용액의 적당량 (As로서 2 μg ~ 10 μg 을 함유)을 300 mL 비커에 분취하고 정제수를 가하여 약 250 mL로 한다.

7.2.1.2 철(III) 용액^[4] 2 mL와 지시약으로 메타-크레솔페플 에탄올 용액 (질량분율 0.1 %) 2 방울 ~ 3 방울을 가하고 용액의 온도를 약 80 $^{\circ}\text{C}$ 로 하여 잘 저어주면서 암모니아수 (1 + 2)를 가하여 용액의 색이 자색이 될 때까지 중화한다.^[5]

7.2.1.3 침전이 가라앉은 후 지름 55 mm 또는 70 mm의 거름종이 (5종 A)로 거른다.

7.2.1.4 될 수 있는 한 적은 양의 정제수로 수소화비소 발생장치의 수소화비소 발생병의 침전을 씻어 넣고 여과지에 묻어있는 침전은 황산 (1 + 5) 18 mL 및 염산 (1 + 1) 2 mL로 녹이고 거름종이를 씻는다. 이 씻은 액도 수소화비소발생병에 넣고 침전을 녹인 후 정제수로 용액량을 약 40 mL로 한다.

7.2.1.5 아이오드화포타슘 용액 (질량분율 20 %) 15 mL와 염화주석(II) 용액 5 mL를 가하고 잘 흔들어 넣고 10 분간 실온에서 방치한다.

7.2.1.6 수소화비소발생병, 기체취입관 및 다이에틸다이싸이오카바미산은-클로로포름 용액 5 mL를 넣은 수소화비소 흡수관을 연결한 후 그림 1 (a)의 수소화비소 발생장치를 사용할 때는 수소화비소 발생병에 아연 (모래모양) 3 g ~ 5 g을 투입하고 빨리 마개를 닫아 밀폐한다.^[6]

[4] 시료 용액 중에 철이 10 mg이상 포함할 때는 가할 필요가 없다.

[5] 비소의 수산화철(III)에 의한 공침은 pH 9 ~ pH 10의 범위가 적당하다.

[6] 그림 2. (b)의 수소화비소 발생장치를 사용할 때는 아연투입관에 아연(모래모양) 3

7.2.1.7 수소화비소 발생병을 25 ℃의 물중탕에 넣고 약 1 시간 방치하여 다이에틸다이싸이오카바산은-클로로폼 용액에 수소화비소를 흡수시켜 발색시킨다.

7.2.1.8 장치를 해체시킨 후 수소화비소 흡수관의 액량을 클로로폼으로 5 mL로 한다. 이 용액 일부를 흡수셀에 옮겨 넣고 파장 510 nm부근의 흡광도를 측정한다.

7.2.1.9 별도로 7.1.1.6에서 제조한 현장바탕시험액에 대하여 7.2.1.1 ~ 7.2.1.8까지의 조작을 하여 흡광도를 측정한다.

7.2.1.10 검정곡선으로부터 시료용액의 비소농도를 구하고, 현장바탕시험용액의 결과로 보정한다. 최고농도를 벗어나는 시료에 대해서는 희석하여 재측정한다.

7.2.2 가스상 비소

7.2.2.1 7.1.2에서 제조한 분석용 시료 용액 적당량 (As로서 2 µg ~ 10 µg을 함유)을 300 mL 비커에 분취하고 정제수를 가정하여 250 mL로 한다.

7.2.2.2 이하 7.2.1.2 ~ 7.2.1.10의 조작에 따라 시험한다.

7.2.3 검정곡선의 작성

7.2.3.1 비소 표준용액 (1 µg/mL) 2 mL ~ 10 mL를 수소화비소 발생병에 3개 이상 단계적으로 분취하고 황산 (1 + 5) 18 mL와 염산 (1 + 1) 2 mL 및 철 (III) 용액 2 mL를 가하고 전체 액량이 약 40 mL가 되도록 정제수를 가한다. 표준용액의 분취량은 정량범위를 고려하여 변경할 수 있다.

7.2.3.2 이하 7.2.1.5 ~ 7.2.1.9의 조작을 시료 용액과 동시에 실시하여 흡광도를 측정하고 비소의 농도와 흡광도와의 관계선을 작성한다.

7.2.3.3 검정곡선은 반드시 시료 용액을 측정할 때에 작성한다.

g ~ 5 g을 넣고 밀폐한 상태로 유지하면서 아연 투입관을 회전시켜 아연을 시료 용액 중에 첨가한다.

8.0 결과 보고

8.1 농도의 계산

8.1.1 입자상 및 가스상 비소화합물 농도

7.2.1 및 7.2.2에서 구한 분취시료 용액 중의 비소량으로부터 다음 (식 3)에 의해 배출 가스중의 입자상 및 가스상 비소농도를 산출한 후 합하여 비소화합물 농도를 구한다.

$$C = \frac{m}{V_s} \times 1\,000 \times \frac{22.41}{74.92} \quad (\text{식 3})$$

여기서, C : 표준상태 건조가스 중 비소화합물 농도 (ppm 또는 $\mu\text{mol/mol}$)

m : 검정곡선에서 구한 비소량 (mg)

V_s : 표준상태 건조가스 시료채취량 (L)

8.2 결과의 표시

측정결과는 ppm 단위의 소수점 넷째 자리까지 계산하고, 결과 표시는 소수점 셋째 자리로 표기한다.

9.0 참고자료

9.1 JIS K 0083 , “Method for determination of metals in flue gas”, Japanese industrial standards committee, (2017)

9.2 EPA METHOD IO-3, “Compendium of methods for the determination of inorganic compounds in ambient air”, US EPA, (1999)

9.3 Standard Method (23th) 3500-As, “Arsenic”, American Public Health Association

9.4 EPA METHOD 206.4, “Determination of Arsenic (Spectrophotometric–SDDC)”, (1986)

9.5 EPA METHOD 206.5, “Determination of Arsenic (Sample Digestion Prior to Total Arsenic Analysis by Silver Diethylthiocarbamate or Hydride Procedure)”, (1978)

9.6 EPA METHOD 29, “Determination of Metals Emissions from Stationary Sources”, (2017)

9.7 EPA METHOD 108, “Determination of Particulate and Gaseous Arsenic emissions”, (2017)

9.8 한국산업표준 (KS), KS I 2200, “연도가스의 오염물질 측정방법”, 산업표준심의회, (2014)

10.0 부록

표 2. 시험기준 요약표

배출가스 중 비소화합물 - 자외선/가시선분광법
(Arsenic Compounds in Flue Gas - UV/VIS Spectrometry)

분자식 및 특징: As, 원자번호 33, 원자량 74.92, 주 산화상태 +3 및 +5

정량범위: (0.007 ~ 0.035) ppm
 간섭물질: 황화수소 (아세트산납으로 제거)
 안티모니는 스티빈으로 환원되어 착화합물 형성.
 메틸 비소화합물은 흡수용액과 착화합물 형성.

시료채취

방법: 입자상물질 : ES 01301.1c 배출가스 중 먼지 - 반자동식 측정법
 가스상물질 : ES 01111.b 배출가스 중 가스상물질 시료채취방법
 (흡수병 : 250 mL)
 흡수액: 수산화소듐 (질량분율 4 %, 50 mL × 2 개)
 흡입속도: 입자상물질: 등속흡입
 가스상물질: 약 1 L/min
 표준채취량: 해당 없음
 이동: 상온
 보관: 상온
 분석용 시료용액: 250 mL (여과지 전처리)
 Blank: 250 mL (공여과지 전처리)

측정

방법: 자외선/가시광선분광법
 물질: 비소
 표준물질: 비소 표준용액 (1 µg/mL)
 검정곡선: 40 mL (표준용액 (2 ~ 10) mL에 황산 (1 + 5) 18 mL와 염산 (1 + 1) 2 mL 및 철 (III) 용액 2 mL를 가하고 정제수로 표선 맞춤)
 전처리: ES 01102 시료 전처리 (손실 가능성 있는 경우 마이크로파산분해법)
 측정파장: 510 nm

정도관리

주기: 연 1 회 이상
 방법검출한계: 0.002 ppm
 정밀도: 상대표준편차 ±10 % 이내
 정확도: (75 ~ 125) %
 검정곡선: 결정계수가 0.98 이상 또는 감응인자의 상대표준편차가 20 % 이내
 방법바탕시료: 방법검출한계 이하