

## 배출가스 중 베릴륨화합물 -

2021

### 원자흡수분광광도법

(Beryllium Compounds in Flue Gas - Atomic Absorption

Spectrophotometry)

## 1.0 개요

### 1.1 목적

1.1.1 이 시험기준은 배출가스 중의 입자상 베릴륨화합물의 농도 측정 방법을 규정함으로써 배출오염을 감시 및 억제하고자 하는데 그 목적이 있다. 베릴륨 농도는 원자흡수분광광도법으로 분석할 수 있다.

1.1.2 베릴륨을 원자흡수분광광도법에 의해 정량하는 방법으로, 여과지에 포집한 입자상 베릴륨화합물에 질산을 가하여 가열분해한 후 이 액을 증발 건조하고 이를 염산에 용해하여 원자흡수분광광도법에 따라 아산화질소-아세틸렌 불꽃을 사용하여 파장 234.9 nm에서 베릴륨을 정량한다.

### 1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 연료의 연소, 금속의 제련과 가공, 화학반응 등에 의해 굴뚝 등으로 배출되는 배출가스중의 베릴륨을 분석하는 방법에 대하여 규정한다.

1.2.2 원자흡수분광광도법의 정량범위는  $0.010 \text{ mg/Sm}^3 \sim 0.500 \text{ mg/Sm}^3$  (분석용 시료 용액 250 mL, 건조시료가스량  $1 \text{ Sm}^3$ 인 경우)이고, 방법검출한계는  $0.003 \text{ mg/Sm}^3$ 이며, 정밀도는 10 % 이하이다.

## 2.0 용어 정의

## 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 조제한다. 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 시료분석을 위한 장치 및 기구

#### 3.1.1 원자흡수분광광도계

원자흡수분광 분석용 1식

#### 3.1.2 속빈음극램프

원자흡수분광광도법에 의한 금속원소 분석용

## 4.0 시약 및 표준용액

### 4.1 시 약

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

##### 4.1.1.1 염산 (1 + 1)

염산과 정제수를 부피비가 (1 : 1)이 되도록 혼합하여 조제한다.

##### 4.1.1.2 염산 (2 + 1)

염산과 정제수를 부피비가 (2 : 1)이 되도록 혼합하여 조제한다.

##### 4.1.1.3 염산 (2 + 98)

염산과 정제수를 부피비가 (2 : 98)이 되도록 혼합하여 조제한다.

#### 4.1.2 질산 (HNO<sub>3</sub>, nitric acid, 분자량: 63.01, 순도 70.0 %)

#### 4.1.3 과산화수소 (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, hydrogen peroxide, 분자량: 34.01, 순도 30.0 %)

### 4.2 원자흡수분광광도계용 기체

#### 4.2.1 가연성 기체

아세틸렌 (C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>)

#### 4.2.2 조연성 기체

공기 또는 아산화질소 (N<sub>2</sub>O)

### 4.3 표준용액

#### 4.3.1.1 베릴륨 표준원액 (1 mg/mL)

베릴륨 (99 %이상) 0.100 g을 100 mL 비커에 넣고 염산 (1 + 1) 10 mL를 소량씩 가하여 녹이고, 시계접시를 덮고 가열용해한 후 냉각 후 100 mL 부피플라스크로 옮긴다. 비커와 시계그릇을 정제수로 세척 후 그 용액을 부피플라스크에 넣고, 정제수를 표선까지 가한다. 또는 소급성이 명시된 인증표준물질을 구입하여 사용한다.

#### 4.3.1.2 베릴륨 표준용액 (0.01 mg/mL)

4.3.1.1의 용액 1 mL를 100 mL 부피플라스크에 넣고 염산 (1 + 1) 10 mL를 가한 후 정제수로 표선까지 가한다.

## 5.0 시료채취 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 채취점의 선정

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

### 5.2 시료채취장치

ES 01301.1 배출가스 중 먼지 - 반자동식 측정법의 3.0 분석기기 및 기구에 따른다.

### 5.3 시료채취

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

## 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 실험실의 정밀도 및 정확도

실험실의 정확도 (accuracy) 및 정밀도 (precision) 시험은 해당 실험실이 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. 7.0과 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 3 개 이상의 농도에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수 ( $R^2$ )가 0.98 이상 또는 감응인자의 상대표준편차가 20 % 이내이어야 하며 상

관계수나 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 제조한 표준물질과는 다른 회사의 표준물질을 사용하여 조제하는 것이 바람직하다.

#### 6.1.4 방법바탕시료의 측정

방법바탕시료 (method blank)는 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 실시하여야 한다.

## 7.0 분석절차

### 7.1 전처리

ES 01400.1 배출가스 중 금속화합물 - 원자흡수분광광도법의 7.1 전처리에 따른다.

### 7.2 측정방법

**7.2.1** 베릴륨 속빈음극램프를 점등하여 램프를 안정하게 한 후 원자흡광도 분석조작에 의한 파장 234.9 nm에서 분석용 시료용액의 흡광도를 측정한다.

**7.2.2** 검정곡선에서 베릴륨의 양을 구한다.

7.2.3 별도로 현장바탕 시험용액으로 같은 조작을 하여 결과를 보정한다.

### 7.3 검정곡선 작성

7.3.1 베릴륨 표준용액 (0.01 mg/mL) 0.1 mL ~ 20 mL를 100 mL 부피플라스크에 단계적으로 넣고, 시료용액과 같은 농도가 되도록 염산을 가한 후 정제수를 표선까지 가한다. 표준용액의 분취량은 정량범위를 고려하여 변경할 수 있다.

7.3.2 이 용액에 대하여 베릴륨 량과 흡광도 또는 흡수백분율과의 검정곡선을 작성한다.

7.3.3 검정곡선은 시료용액 측정 시에 작성한다.

## 8.0 결과보고

### 8.1 농도의 계산

배출가스 중의 베릴륨 농도는 0 °C, 760 mmHg로 환산한 건조배출가스 1 Sm<sup>3</sup> 중의 베릴륨을 mg 수로 나타내며, 다음 (식 3) 따라 계산한다.

$$C = \frac{m \times 10^3}{V_s} \quad (\text{식 3})$$

여기서, C : 베릴륨 농도 (mg/Sm<sup>3</sup>)

m : 시료 중의 베릴륨량 (mg)

V<sub>s</sub> : 건조시료가스량 (L)

### 8.2 결과의 표시

측정결과는 mg/Sm<sup>3</sup> 단위의 소수점 넷째 자리까지 계산하고, 결과 표시는 소수점 셋째 자리로 표기한다.

## 9.0 참고자료

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

9.2 JIS K 0083, "Method for determination of metals in flue gas", Japanese industrial standards committee, (2017).

9.3 EPA METHOD 29, "Determination of Metals Emissions from Stationary Sources", US EPA, (2017)

9.4 EPA Method 3051A, "Microwave Assisted Acid Digestion of Sediments, Sludges, Soils, and Oils", US EPA, (2007)

9.5 한국산업표준 (KS), KS I 2200, "연도가스의 오염물질 측정방법", 산업표준심의회, (2014)

## 10.0 부록



표 1. 시험기준 요약표

배출가스 중 베릴륨화합물 - 원자흡수분광광도법 (Beryllium Compounds in Flue Gas - Atomic Absorption Spectrophotometry)	
분자식 및 특징: Be, 원자번호 4, 원자량 9.01	
정량범위:	(0.010 ~ 0.500) mg/Sm <sup>3</sup> (시료용액 250 mL, 건조시료가스량 1 Sm <sup>3</sup> 인 경우)
간섭물질:	해당 없음
시료채취	
방법:	입자상물질 : ES 01301.1 배출가스 중 먼지 - 반자동식 측정법
흡수액:	해당 없음
흡입속도:	해당 없음
표준채취량:	해당 없음
이동:	해당 없음
보관:	해당 없음
시료액량:	250 mL (여과지 전처리)
Blank:	250 mL (공여과지 전처리)
측정	
방법:	원자흡수분광광도법
물질:	Be
표준물질:	베릴륨 표준용액 (10 mg/L)
검정곡선:	베릴륨 표준용액(10 mg/L) 0.5 mL ~ 20 mL를 100 mL 부피플라스크에 단계적으로 넣고, 시료용액과 거의 같은 농도가 되도록 염산을 가한 후 정제수를 표선까지 가함.
전처리:	산분해법, 마이크로 산분해법 등
파장:	234.9 nm
램프:	베릴륨 속빈음극램프
정도관리	
주기:	연 1 회 이상
방법검출한계:	0.003 mg/Sm <sup>3</sup>
정밀도:	상대표준편차 10 % 이내
정확도:	(75 ~ 125) %
검정곡선:	결정계수가 0.98 이상 또는 감응인자의 상대표준편차가 20 % 이내
방법바탕시료:	방법검출한계 이하