납화합물질

2012

(Lead compounds)

○ 고유번호 : 97-1-9

1. 원자흡광광도법

1.1 원리

납을 원자흡광광도법에 따라 정량하는 방법이다. 정량범위는 사용하는 장치 및 측정조건에 따라 다르나 283.3㎚에서 1~20㎎/ℓ이고 표준편차율은 10%이내이다.

1.2 시약 및 기기

1.2.1 시약

(1) 질산 (1+1)

1.2.2 기기

(1) 램프 : 납중공음극램프

(2) 가스 : 아세틸렌, 공기

1.3 시험방법

시료적당량(납으로서 1~20㎎ 해당량)을 질산(1+1) 40㎖에 녹이고 물을 넣어 1,000㎖로 한다. 검액의 흡광도를 측정하고 미리 작성한 검량선으로부터 납의 양을 구하여 함량(㎎/kg)을 계산한다. 바탕시험을 행하여 보정한다.

1.4 검량선의 작성

납 표준액(0.1㎎ Pb/㎖) 1~20㎖를 단계적으로 취하여 100㎖ 용량플라스크에 넣고 시료와 같은 양의 산을 넣어 물로 표선을 채운 다음 이하 시료의 시험방법에 따라 시험하여 납의 농도와 흡광도와의 관계선을 작성한다.

2. 흡광광도법(디티존법)

2.1 원리

납이온이 시안화칼륨 공존 하에 염기성에서 디티존과 반응하여 생성하는 납 디티존착염

을 사염화탄소로 추출하고 과잉의 디티존을 시안화칼륨용액으로 씻은 다음 납착염의 흡광도를 520㎚에서 측정하는 방법이다. 정량범위는 0.001~0.04㎎/㎖이고 표준편차 율은 10%이내이다.

2.2 시약 및 기기

2.2.1 시약

(1) 구연산이암모늄용액(10w/w%)
(2) 염산히드록실아민용액(10w/v%)
(3) 암모니아수(1+1)
(4) 시안화칼륨용액(5w/v%)
(5) 디티존사염화탄소용액(0.005w/v%)
(6) 시안화칼륨용액(0.5w/v%)
(7) 질산(1+1)

2.2.2 기기

(1) 광전광도계 또는 광전분광광도계

2.3 시험방법

시료를 질산(1+1) 40㎖에 녹이고 물을 넣어 1,000㎖가 되게 한 다음 검액 적당량(납으로서 0.04㎎이하 함유)을 분액깔때기에 취하여 구연산이암모늄용액(10w/v%) 5㎖ 및 염산히드록실아민용액(10w/v%) 1㎖를 넣어 흔들어 섞고 잠시 정치하여 암모니아수(1+1)을 넣어 염기성(pH 약 8.5~10)으로 한 다음 시안화칼륨용액(5w/v%) 5㎖를 넣고 물을 넣어 약 100㎖로 한다. 디티존사염화탄소(0.005w/v%) 5㎖를 넣어 1분간 세게 흔들어 섞고 정치하여 사염화탄소층을 분리하여 메스실린더에 옮기고 다시 수층에 디티존사염화탄소용액(0.005w/v%) 5㎖를 넣어 흔들어 섞고 정치하여 사염화탄소층을 분리한다.

디티존사염화탄소층이 변색하지 않을 때까지 추출한다. 전체 사염화탄소층을 합한 후 정제 사염화탄소를 넣어 10㎖ 또는 20㎖의 일정량으로 한다. 여기에 시안화칼륨용액(0.5w/v%) 5㎖를 넣어 1분간 흔들어 섞고 정치하여 분리하고 상부의 수층은 스포이드로 흡인 제거한다. 시안화칼륨용액층의 색이 무색이 될 때까지 씻는 조작을 반복한다(주1). 물 5㎖를 넣어 흔들어 씻은 다음 정치하여 물을 완전히 분리하여 버리고 사염화탄소층을 검액으로 한다.

따로 물 약 50㎖를 취하여 시료의 시험방법에 따라 시험하고 바탕시험액으로 한다. 바탕시험액을 대조 액으로 하여 건조여지로 여과하고 층장 10㎜ 흡수셀에 옮겨 520㎚에서 검액의 흡광도를 측정하여 미리 작성한 검량선으로부터 납의 양을 구하고 함량(㎎/kg)을 계산한다.

2.4 검량선의 작성

납표준액(0.001㎎/㎖) 1~40㎖를 단계적으로 취하여 물을 넣어 약 50㎖로 한 다음 이하 시료의 시험방법에 따라 시험하여 납의 양과 흡광도와의 관계선을 작성한다.

주 (1) 시료에 다량의 비스머스(Bi)가 공존하면 시안화칼륨용액으로 수회 씻어도 무색이 되지 않는다. 이때에는 다음과 같이 납과 비스머스를 분리하여 시험한다. 추출하여 10 ~ 20㎖로 한 사염화탄소층에 프탈산수소칼륨 완충액(pH 3.4) 20㎖씩을 2회 역추출하고 전체수층을 합하여 분액깔때기에 옮긴다. 암모니아수(1+1)를 넣어 약알칼리성으로 하고 시안화칼륨용액(5w/v%) 5㎖ 및 물을 넣어 약 100㎖로 한 다음 이하 시료의 시험방법에 따라 추출조작부터 다시 시험한다.