비소

2012

(Arsenic)

○ 고유번호 : 97-1-119
○ CAS No. : 7440-38-2
○ 분자식 : As (M.W=74.92)

1. 원자흡광광도법

1.1 원리

염화제일주석으로 시료중의 비소를 3가비소로 환원한 다음 아연을 넣어 발생되는 비화수소를 통기하여 알곤-수소 불꽃에서 원자화시켜 193.7㎚에서 흡광도를 측정하고 비소를 정량하는 방법이다. 정량범위는 사용하는 장치 및 측정조건에 따라 다르나 193.7nm까지에서 0.005 ~ 0.5mg/l이며, 표준편차율은 3 ~ 10%이다.

1.2 시약 및 기기

1.2.1 시약

(1) 염산(1+1)
(2) 요오드화칼륨용액(20w/v%)
(3) 염화제일주석용액
(4) 아연분말

1.2.2 기기

(1) 원자흡광분석장치
(2) 램프 : 비소중공음극램프
(3) 운반가스 : 알곤
(4) 연소가스 : 알곤-수소
(5) 비화수소 발생장치(그림 1)

1.3 시험방법

1.3.1 시료의 전처리

시료 적당량을 100㎖ 비이커에 취하여 염산(1+1) 4㎖을 넣고 끓지 않을 정도로 수분간 가열한 다음 냉각하고 물을 넣어 약 20㎖로 한다.

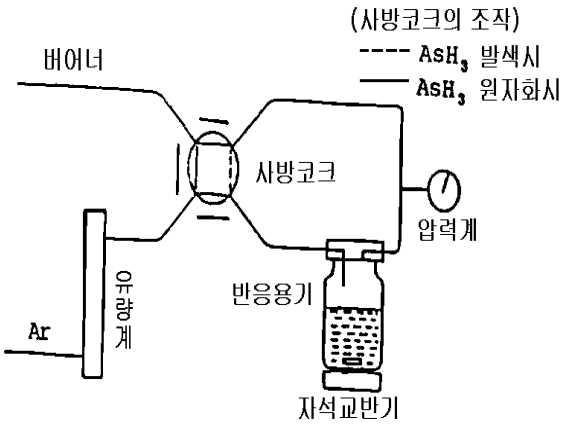


그림 1. 비화수소 발생장치

1.3.2 시험방법

전처리한 시료 적당량을 비화수소 발생장치의 반응용기에 옮기고 요드화칼륨용액(20w/v%) 2㎖, 염화제일주석용액(비소시험용) 2㎖ 및 염화제이철용액(비소시험용) 1㎖를 넣어 흔들어 섞고 약 15분간 방치하여 검액으로 한다. 비화수소발생장치를 원자흡광분석장치에 연결하고 전체흐름 내부에 있는 공기를 알곤가스로 치환시킨다음 4방콕크를 회전하여 흐름을 차단한다.

아연분말(주1) 1.0g을 신속히 반응용기에 넣고 자석교반기로 교반하여 비화수소를 발생시킨다. 비화수소의 발생이 완전히 끝나 압력(또는 용적)이 일정하게 되면 4방콕크를 회전시켜 알곤가스를 흐르게 하고 비화수소를 알곤-수소불꽃 중에 도입하여 193.7㎚에서 흡광도를 측정하고 미리 작성한 검량선으로부터 비소의 양을 구하고 함량(㎎/㎏)을 계산한다. 바탕시험을 행하여 보정한다.

1.4 검량선의 작성

비소표준액(0.0001㎎As/㎖) 1~10㎖를 단계적으로 취하여 비이커에 넣고 염산(1+1) 4㎖ 및 물을 넣어 약 20㎖로 한 다음 이하 시료의 시험방법에 따라 시험하고 비소의 농도와 흡광도와의 관계선을 작성한다.

주(1) 아연분말은 비소함량이 0.005ppm이하의 것을 사용하여야 한다.

2. 흡광광도법 (디에틸디티오카르바민산은 법)

2.1 원 리

시료중의 비소를 3가비소로 환원시킨 다음 아연을 넣어 발생되는 비화수소를 디에틸디티오카르바민산은의 피리딘용액에 흡수시켜 이때 나타나는 적자색의 흡광도를 530㎚에서 측정하는 방법이다. 정량범위는 0.002~0.01㎎이고 표준편차율은 2~10%이다. 이 방법에 따라 시험할 경우 유효측정농도는 0.005㎍/g 이상으로 한다.

2.2 시약 및 기기

2.2.1 시약

(1) 염산(1+1)

(2) 15% 요오드화칼륨용액

(3) 15% 염화제일주석

(4) 디에틸디티오카르바민산은용액(0.5w/v%)

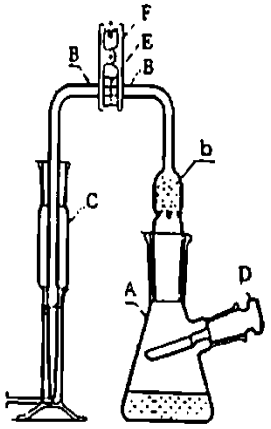
(5) 초산납용액(10w/v%)

(6) 입상아연

2.2.2 기기

(1) 광전광도계 또는 광전분광광도계

(2) 비화수소 발생장치(그림 2)



A : AsH_3 발색병
B : 연결관
b : 초산납용액을 적신 유리섬유
C : AsH_3 흡수관
D : 아연투입관
E : 접합부
F : 집게

그림 2. 비화수소 발생장치

2.3 시험방법

2.3.1 시료의 전처리

시료의 전처리는 1.3.1의 시료 전처리에 따른다.

2.3.2 시험방법

전처리한 시료 적당량(비소로써 1~10㎎ 또는 분해액으로 최대 40㎖까지)을 100㎖ 비소 발생병에 취하고 증류수를 넣어 40㎖로 한다(그림 2). 염산(1+1) 10㎖, 15% 요오드화칼륨용액 2㎖ 및 15% 염화제일주석용액(비소시험용) 1㎖ 넣고 잘 흔들어준 후 약 15분간 방치한다. 흡수관(C)에 디에틸디티오카르바민산은용액(0.5w/v%) 5㎖를 정확히 넣고 유도관(B)에 초산납용액(10w/v%)을 습윤시킨 유리섬유 또는 거즈를 끼운다. 발생병(A)에 입상아연 3g을 넣고 장치 ABDC를 연결한 다음 상온에서 45분간 반응시킨다. 반응이 끝나면 검액을 디에틸디티오카르바민산은용액(0.5w/v%)을 대조액으로 하여 파장 530㎚에서 검액의 흡광도를 측정하여 미리 작성한 검량선으로부터 비소의 양을 구하고 함량(㎎/㎏)을 계산한다.

2.4 검량선의 작성

비소표준액(0.003㎎As/㎖)을 0, 1, 2, 3, 4㎖씩 단계적으로 취하여 물을 넣어 전량을 40㎖로 한 다음 시료의 시험방법에 따라 시험하여 비소의 양과 흡광도와의 관계선을 작성한다. 검량선은 시험할 때마다 작성한다.

주 (1) 시료가 심하게 환원되었거나 불소를 다량 함유한 경우 디에틸디티오카르바민산은의 피리딘용액의(0.5w/v%)액의 색이 흑화되는 경우가 있다. 이러한 시료는 1N 염산으로 침출여과한 다음 여액을 100㎖비이커에 넣고 질산 10㎖와 과염소산 10㎖를 넣어 시계접시를 덮은다음 모래열판위에서 4~5시간 가열분해한다. 미분해시에는 질산 5㎖를 추가하여 넣고 분해가 끝나면 거의 견고될 때까지 가열한다. 여기에 증류수 약 20㎖를 넣어 녹이고 100㎖ 비소발생병에 넣는다. 이하 시험방법에 따른다.