수은

2012

(Mercury)

○ 고유번호 : 97-1-140
○ CAS No. : 7439-97-6
○ 분자식 : Hg (M.W=200.59)

1. 원자흡광광도법(환원기화법)

1.1 원리

시료에 염화제일주석을 넣어 금속수은으로 환원시킨 다음 이 용액에 통기하여 발생되는 수은증기를 원자흡광광도법에 따라 정량하는 방법이다. 정량범위는 사용하는 장치 및 측정조건에 따라 다르나 253.7㎚에서 0.0005 ~ 0.01㎎/ℓ이고 표준편차율은 4 ~ 20%이다.

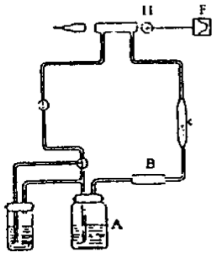
1.2 시약 및 기기

1.2.1 시약

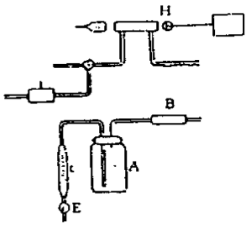
(1) 황산(1+1, 1+4)
(2) 염화제일주석용액

1.2.2 기기

(1) 원자흡광분석장치 : 석영제 흡수셀이 부착된 것
(2) 램프 : 수은중공음극램프
(3) 수은환원기화장치 (그림 1)



< 밀폐식 환원기화장치>



<개방식 환원기화장치>

A : 환원용기(300 ~ 350㎖의 유리병)
B : 건조관(입상의 과염소산마그네슘 또는 염화칼슘으로 충진한 것)
C : 유량계(0.5 ~ 5.1/min의 유량측정이 가능한 것)
D : 흡수셀(길이 10 ~ 30㎝ 석영제)
E : 송기펌프(0.5 ~ 3.1/min의 송기능력이 있는 것)
F : 기록계
G : 수은중공음극램프
H : 측광부
I : 세척병(또는 수은제거장치)

그림 1. 수은환원기화장치의 구성

1.3 시험방법

시료를 직접 그림 1의 환원용기에 옮기고 황산(1+1) 20㎖와 물을 넣어 약 250㎖로 한 다음 환원기화장치와 원자흡광분석장치를 연결한다. 환원용기에 염화제일주석용액(수은 시험용) 10㎖를 넣고 송기펌프를 작동시켜 발생한 수은증기를 흡수셀로 보낸다(주 1) 253.7㎚에서 흡광도가 상승하여 일정할 때의 값을 측정하고 미리 작성한 검량선으로부터 수은의 양을 구하여 함량(㎎/㎏)을 계산한다. 바탕시험을 행하여 보정한다. 시료의 측정이 끝나면 배기콕크를 열고 과망간산칼륨을 함유한 황산(1+4)이 들어있는 세척병을 통과시켜 대기중에 방출한다.

1.4 검량선의 작성

수은표준액(0.0001㎎Hg/㎖) 0 ~ 25㎖를 단계적으로 취하여 환원용기에 넣고 황산(1+1) 20㎖와 물을 넣어 약 250㎖로 한 다음 이하 시료의 시험방법에 따라 시험하고 수은의 농도와 흡광도와의 검량선을 작성한다.

(1) 환원기화 장치가 개방식인 경우에는 염화제일주석용액을 넣은 다음 밀폐하여 약 2분간 세게 흔들어 섞고 펌프의 작동과 동시에 콕크를 열어 수은증기를 흡수셀에 보낸다. 이때에는 흡광도 대신 피이크의 높이 또는 면적을 측정하여 계산한다.

비고 1) 벤젠, 아세톤 등 휘발성 유기물질도 253.7㎚에서 흡광도를 나타낸다. 이때에는 과망간산칼륨 분해후 헥산으로 이들 물질을 추출 분리한 다음 시험한다.

2. 흡광광도법 (디티존법)

2.1 원리

수은을 황산산성에서 디티존사염화탄소로 일차 추출하고 브롬화칼륨 존재하에 황산산성에서 역추출하여 방해성분과 분리한 다음 염기성에서 디티존사염화탄소로 수은을 추출하여 490㎚에서 흡광도를 측정하는 방법이다. 정량범위는 0.001 ~ 0.025mg이고 표준편차율은 3 ~ 10%이다.

2.2 시약 및 기기

2.2.1 시약

(1) 황산(1+1)

(2) 디티존사염화탄소용액(0.005w/v%)

(3) 0.25N 황산용액

(4) 브롬화칼륨용액(40w/v%)

(5) 인산-탄산염완충액

(6) 디티존사염화탄소용액(0.001w/v%)

2.2.2 기기

(1) 광전광도계 또는 광전분광광도계

2.3 시험방법

시료를 황산(1+1) 20㎖와 물을 넣어 약 250㎖로 한 다음 분액깔때기에 옮기고 디티존사염화탄소용액(0.005w/v%) 20㎖를 넣어 약 2분간 세게 흔들어 섞고 정치하여 사염화탄소층을 분리한다. 다시 수층에 디티존사염화탄소(0.005w/v%) 20㎖씩을 넣고 2회 이상 반복추출하여 사염화탄소층을 합한다. 사염화탄소층을 0.25N 황산용액 50㎖로 씻어주고 사염화탄소층을 다른 분액깔때기에 옮겨 새로운 0.25N 황산용액 50㎖와 브롬화칼륨(40w/v%) 10㎖를 넣고 세게 흔들어 섞은 다음 정치하여 사염화탄소층을 분리하여 버린다. 수층을 정제 사염화탄소 소량으로 씻어주고 수층에 인산-탄산염 완충액(수은 시험용) 20㎖와 디티존 사염화탄소용액(0.001w/v%) 10㎖를 넣고 세게 흔들어 섞은 다음 정치하여 사염화탄소층을 분리한다. 사염화탄소층을 건조여지로 여과하여 수분을 제거하고 층장 10㎜ 흡수셀에 옮겨 검액으로 한다. 따로 시료와 같은 양의 물을 비이커에 취하여 시료의 전처리 및 시험방법에 따라 시험하여 바탕시험액으로 한다. 바탕시험액을 대조액으로 하여 490㎚에서 검액의 흡광도를 측정하고 미리 작성한 검량선으로부터 수은의 양을 구하여 함량(㎎/㎏)을 계산한다.

2.4 검량선의 작성

수은 표준액(0.001㎎Hg/㎖) 0 ~ 25㎖를 단계적으로 취하여 황산(1+1) 20㎖와 물을 넣어 약 250㎖로 하고 분액깔때기에 옮긴 다음 이하 시료의 시험방법에 따라 시험하여 수은의 양과 흡광도와의 관계선을 작성한다.