카드뮴 화합물질

2012

(Cadmium compounds)

○ 고유번호 : 97-1-250

1. 원자흡광광도법

1.1 원리

카드뮴을 원자흡광광도법에 따라 정량하는 방법이다. 정량범위는 사용하는 장치 및 측정조건에 따라 다르지만 228.8㎚에서 0.05~2㎎/ℓ이고 표준편차율은 2~10%이다. 이 방법에 따라 시험할 경우 유효측정농도는 0.002㎍/g 이상으로 한다.

1.2 시약 및 기기

1.2.1 시약

(1) 0.1N 염산

1.2.2 기구 및 기기

(1) 원자흡광분석장치

1.3 시험방법

1.3.1 시험방법

원자흡광광도법에 따라 228.8㎚에서 검액의 흡광도를 측정하고 미리 작성한 검량선으로부터 카드뮴의 양을 구하고 함량(㎎/㎏)을 계산한다. 바탕시험을 행하여 보정한다.

1.4 검량선의 작성

카드뮴 표준액(0.01㎎ Cd/㎖) 0.5~20㎖를 단계적으로 취하여 100㎖ 용량 플라스크에 넣고 시료와 같은 양의 산을 넣어 물로 표선을 채운다음 이하 시료의 시험방법에 따라 시험하여 카드뮴의 농도와 흡광도와의 관계선을 작성한다.

2. 흡광광도법(디티존법)

2.1 원 리

카드뮴이온을 시안화칼륨이 존재하는 염기성에서 디티존과 반응시켜 생성하는 카드뮴착염을 사염화탄소로 추출하고, 추출한 카드뮴착염을 주석산용액으로 역추출한 다음 다시 수산화나트륨과 시안화칼륨을 넣어 디티존과 반응하여 생성하는 적색의 카드뮴착염을 사염화탄소로 추출하여 그 흡광도를 520㎚에서 측정하는 방법이다. 정량범위는 0.001 ~ 0.3㎎/ℓ이고 표준편차율은 3 ~ 10%이다.

2.2 시약 및 기기

2.2.1 시약

(1) 수산화나트륨용액 (10w/v%, 1w/v%)
(2) 염산히드록실아민용액 (10w/v%)
(3) 구연산이암모늄용액 (10w/v%)
(4) 시안화칼륨용액 (1w/v%)
(5) 디티존사염화탄소용액 (0.005w/v%)
(6) 주석산용액 (2w/v%)

2.2.2 기기

(1) 광전광도계 또는 광전분광광도계

2.3 시험방법

시료 적당량(카드뮴으로서 0.03㎎ 이하를 함유)을 250㎖ 분액깔때기에 넣고 수산화나트륨용액(10w/v%)으로 철 등의 수산화물침전이 생성되기 직전까지 중화한다. 염산히드록실아민용액(10w/v%) 1㎖를 넣어 흔들어 섞고 여기에 구연산이암모늄용액(10w/v%) 5㎖, 수산화나트륨용액(10w/v%) 10㎖ 및 시안화칼륨용액(1w/v%) 1㎖를 넣고 물을 넣어 전량을 약 100㎖로 한 다음 잘 흔들어 섞는다. 디티존 사염화탄소용액(0.005w/v%) 5㎖를 넣어 1분간 세게 흔들어 섞고 정치하여 사염화탄소층을 100㎖ 분액깔때기에 옮기고 다시 수층에 디티존 사염화탄소용액(0.005w/v%) 5㎖를 넣어 추출한다.

사염화탄소층이 변색되지 않을 때까지 디티존 사염화탄소용액(0.005 w/v%)으로 추출을 반복하고 전체 사염화탄소층을 합한다. 사염화탄소층에 주석산용액(2w/v%) 20㎖ 를 넣어 1분간 세게 흔들어 섞고 정치하여 사염화탄소층을 분리한다. 사염화탄소층을 다른 분액깔때기에 옮기고 주석산용액(2w/v%) 5㎖를 넣어 1분간 세게 흔들어 섞고 정치하여 사염화탄소층을 버린다. 전체 주석산용액층을 합하고 정제사염화탄소 2㎖를 넣어 세게 흔들어 섞고 정치하여 사염화탄소층을 버린다. 주석산용액층에 염산히드록실아민용액(10w/v%) 0.2㎖, 수산화나트륨용액(10w/v%) 10㎖ 및 시안화칼륨용액(0.1w/v%) 1㎖를 넣어 흔들어 섞고 디티존 사염화탄소용액(0.005 w/v%) 5㎖를 넣어 1분간 세게 흔들어 섞고 정치한다. 50㎖ 분액깔때기에 사염화탄소층을 옮기고 다시 수층에는 디티존 사염화탄소용액(0.005w/v%) 2㎖를 넣어 1분간 세게 흔들어 섞고 정치한다.

사염화탄소층이 변색되지 않을 때까지 디티존 사염화탄소용액(0.005 w/v%)으로 추출하여 전체 사염화탄소층을 합하고 수산화나트륨용액(1w/v%) 20㎖를 넣어 1분간 흔들어 섞고 정치하여 사염화탄소층을 분리하여 정제사염화탄소를 넣어 전량을 정확히 10㎖ 또는

20㎖로 하여 검액으로 한다. 따로 물 약 50㎖를 취하여 시료의 시험방법에 따라 시험하고 바탕시험액으로 한다. 바탕시험액을 대조액으로 하여 건조한 여지로 여과하고 층장 10㎜ 흡수셀에 넣어 520㎚에서 검액의 흡광도를 측정하고 미리 작성한 검량선으로부터 카드뮴의 양을 구하고 함량(㎎/kg)을 계산한다. 바탕시험을 행하여 보정한다.

2.4 검량선의 작성

카드뮴표준액(0.001㎎ Cd/㎖) 1-30㎖를 단계적으로 취하여 물을 넣어 약 50㎖로 한 다음 시료의 시험방법에 따라 시험하여 카드뮴의 양과 흡광도와의 관계선을 작성한다.