

18. 원자흡광광도법

이 법은 시험용액 중의 금속원소를 적당한 방법으로 해리시켜 원자증기화하여 생성한 기저상태의 원자가 그 원자증기를 통과하는 빛으로부터 측정과장의 빛을 흡수하는 현상을 이용하여 광전측정 등에 따라 목적원소의 특정과장에 있어서 흡광도를 측정하고 시험용액 중의 목적원소의 농도를 구하는 방법이다. 검체 중의 금속을 원자화하는 일반적인 방법은 화염방식과 무염방식이 있다.

가. 장 치

일반적으로 광원부, 검체원자화부, 분광부 및 측광부로 되어 있다. 광원부에는 중공음극(中空陰極)램프(Hollow cathod lamp) 또는 방전(放電)램프 등을 사용한다. 검체원자화부는 화염(火炎)방식(직접분무기) 및 무염(無炎)방식이 있으며 무염방식은 다시 환원기화법 및 가열기화법 등으로 나뉜다. 화염방식은 버너 및 가스유량조절기, 환원기화법은 밀폐기(密閉器) 및 펌프, 가열기화법은 석영접시 및 가열장치로 되어 있다. 분광부에는 회절격자 또는 프리즘을 쓴다. 측광부는 검출기 및 지시계기 등으로 되어 있다.

나. 시험용액의 조제

따로 규정이 없는 한, 검체 5~10g을 정밀히 달아 도가니 또는 백금

접시에 넣어 건조하고 탄화시킨 다음 450~550℃에서 회화한다. 회화가 잘 되지 않으면 일단 식힌 다음 이에 회화보조제로서 질산(1→2) 또는 50% 질산마그네슘용액 또는 질산알루미늄·질산칼슘용액(질산알루미늄 40g 및 질산칼슘 20g을 물 100mL에 녹인 액)을 2~5mL 가하여 적신 다음 건조하고 회화를 계속한다. 회화가 충분하지 않을 때에는 위의 조작을 1회 반복하고 필요하면 마지막으로 질산(1→2) 2~5mL를 가하여 회화한다. 회화가 끝나면 잔류물을 물로 적셔주고 염산 2~4mL를 가하여 증발건고시킨 다음 각 시험법에서 정한 용매(주석은 1N 염산, 그 밖의 금속은 0.5N 질산)를 가해주고 가온하여 녹인 다음 불용물이 있으면 여과지로 여과하고 따로 규정이 없는 한, 0.5N 질산을 가하여 25mL로 한 액을 시험용액으로 한다. 다만, 주석의 경우 회화보조제로서 질산염 또는 질산을 사용해서는 아니되며 그 밖의 금속의 경우에도 시험조작에 영향이 없을 때에만 사용하되 공시험용액에 대해서도 같은 조작을 하여 시험용액을 보정한다.

다. 조 작 법

따로 규정이 없는 한 각 품목에 따라 조제한 시험용액을 다음의 어느 한 방법에 따라 측정한다.

- (1) 화염방식 : 따로 규정하는 광원램프를 끼우고 측광부에 전기를 넣어 광원램프를 켜고 분광기를 따로 규정하는 분석선파장(分析線波長)에 맞춘 다음 적당한 전류값을 설정한다. 다음 따로 규정하는 조연성(助燃性)

가스 및 가연성가스를 써서 이 혼합가스에 점화하고 가스유량, 압력을 조정하고 용매를 화염중에 분무시켜서 영점(零點)을 맞춘다. 따로 규정하는 방법으로 조제한 검액을 화염 중에 분무하여 그 흡광도를 측정한다.

(2) 무염방식 : 따로 규정하는 광원램프를 끼우고 측광부에 전기를 넣는다. 광원램프를 켜고 분광기를 따로 규정하는 분석선과장에 맞춘 다음 적당한 전류값을 설정한다. 다음 환원기화법에서는 검액을 밀폐기에 취하고 적당한 환원제를 넣어 원소로 될 때까지 환원시킨 다음 기화시킨다. 또 가열기화법에서는 검체를 가열하여 기화시킨다. 이러한 방법에 의하여 생긴 원자증기의 흡광도를 측정한다.

라. 정 량 법

보통 다음의 어느 한 방법에 따른다. 특히 정량을 할 때는 간섭(干涉) 및 공시험보정(Back ground)을 고려할 필요가 있다.

(1) 검량선법 : 3종 이상의 농도가 다른 표준액을 조제하고 각각의 표준액에 대한 그 흡광도를 측정하여 얻은 값으로부터 검량선을 작성한다. 다음 측정가능한 농도범위로 조제한 검액의 흡광도를 측정한 다음 검량선으로부터 피검원소량(농도)을 구한다.

(2) 표준첨가법 : 같은 양의 검액 3개 이상을 취하여 각각에 피검원소가 단계적으로 함유되도록 표준액을 첨가하고 이에 용매를 넣어 일정용량으로 한다. 각각의 용액의 흡광도를 측정하고 횡축에 첨가한 표준피검

원소량(농도), 종축에 흡광도를 취하여 그래프에 각각의 값을 그려 넣는다. 이 그려 넣은 값으로 얻어진 회귀선을 연장하여 횡축과 만나는 점과 원점과의 거리로서 피검원소량(농도)을 구한다. 다만, 이 방법은 (1)에 의한 검량선이 원점을 지나는 직선일 경우에만 적용된다.

(3) 내부표준법 : 내부표준원소의 일정량에 대하여 표준피검원소의 기지량을 각각 단계적으로 함유되도록 표준액을 첨가하고 이에 용매를 넣어 일정용량으로 한다. 각각의 용액의 흡광도를 측정하고 횡축에 첨가한 표준피검원소량(농도), 종축에 흡광도의 비를 취하여 검량선을 작성한다. 다음 검액의 조제에는 표준액의 경우와 같이 동량의 내부표준원소를 넣는다. 다음에 검량선을 작성할 때와 같은 조건으로 얻은 피검원소에 의한 흡광도와 내부표준원소에 의한 흡광도와의 비를 구하여 검량선으로 부터 피검원소량(농도)을 구한다.

(※ 주의 : 시험에 쓰는 시약, 시액은 측정에 방해가 되지 않는 것을 쓴다.)