

## 20. 수은시험법

따로 규정이 없는 한, 다음의 어느 한 방법에 따라 측정한다.

### 가. 환원기화원자흡광광도법

#### 1) 장치

- (1) 원자흡광광도계 : 석영제 흡수셀이 부착된 것
- (2) 램프 : 수은중공음극램프
- (3) 수은 환원기화장치

#### 2) 시액

- (1) 염화제일주석용액 : 염화제일주석이수화물( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) 10g을 1N 황산에 녹여 1,000mL로 한다.

- (2) 수은표준용액

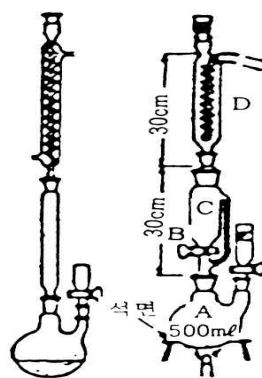
염화제이수은 0.135g을 10% 질산 100mL에 녹이고 물을 가하여 1,000mL로 한다. 사용할 때 이 용액을 1% 질산으로 1,000배 희석하여 표준용액으로 한다. 또한, 시판 중인 표준용액도 사용할 수 있으며, 0.001% L-시스테인용액으로 희석하여 사용한다.

$$\text{수은표준용액 } 1\text{mL} = 0.1 \mu\text{g Hg}$$

#### 3) 시험용액의 조제

따로 규정이 없는 한, 검체 5~10g을 분해플라스크에 넣고 물 10mL 및 질산 20mL를 가하여 천천히 흔들어 준 다음 황산 20mL를 서서히

넣는다. 환류냉각기를 부착하고 갈색의 연기가 발생하지 않을 때까지 분해플라스크를 가열한다. 이 때 분해액이 무색~담황색의 투명한 액이 되지 않을 때에는 식힌 다음 질산 5mL를 가하고 위의 조작을 반복한다. 식힌 다음 물 50mL 및 10% 요소용액 10mL를 넣고 10분간 끓이고 식힌 후 과망간산칼륨 1g을 넣고 약 10분간 때때로 흔들어 주면서 방치한다. 이 조작을 자홍색이 남을 때까지 반복하고 20분간 끓여 액의 자홍색이 없어지면 식힌 다음 과망간산칼륨 1g을 넣고 다시 20분간 가열한다. 이 때 액의 자홍색이 없어지면 과망간산칼륨의 첨가 및 가열 조작을 다시 2회 되풀이 하고 식혀 용액이 무색 투명하게 될 때까지 20% 염산히드록실아민용액을 주의하면서 가해준다. 식힌 다음 분해액을 다른 플라스크에 옮기고 환류냉각기와 분해플라스크의 내부 및 연결부분을 물로 씻고 세액을 합치고 물로 일정량으로 한 액을 시험용액으로 한다.



수은분해장치의 예

#### 4) 조작법

미리 20%(v/v) 황산농도가 되도록 조절한 시험용액 및 공시험용액 각

100mL를 시험용액병에 취하여 환원기화장치에 연결한 다음 염화제일 주석용액 10mL를 가한 즉시 마개를 하고 다이어프램펌프(diaphragm pump)로 공기를 흡수셀 중에 순환시켜 파장 253.7nm에서 흡광도를 측정한다. 따로 수은표준용액 1, 5, 10, 15, 20mL에 물을 가하여 각각 100mL로 한 것을 시험용액과 동일한 조작을 한 다음 흡광도를 측정하여 검량선을 작성하고 시험용액의 흡광도를 검량선에 대입하여 수은량을 산출한다.

## 나. 금아말감원자흡광광도법

### 1) 장치

시료의 연소에서 금아말감에 의한 포집, 냉원자흡광광도법에 의한 측정까지 자동화된 수은측정장치를 사용한다. 다만, 연소부에 별도의 촉매제가 장착된 수은측정장치를 사용할 수 있다.

### 2) 시약 및 시액

(1) 수은표준원액 : 염화제이수은 0.135g을 0.001% L-시스테인용액에 녹여 1,000mL로 한다.

$$\text{수은표준원액 } 1\text{mL} = 100\mu\text{g Hg}$$

(2) 수은표준용액 : 수은표준원액을 0.001% L-시스테인용액으로 희석하여 0~200ng/mL로 한다. 또한, 시판 중인 표준용액도 사용할 수 있으며, 0.001% L-시스테인용액으로 희석하여 사용한다.

(3) 첨가제 : (a) 산화알루미늄 및 (b) 수산화칼슘·탄산나트륨(1:1)을 사용할 때 950℃에서 30분간 활성화 시킨다.

### 3) 조작법

첨가제 (a) 약 1g을 도자기제 보트에 고르게 펴고, 그 위에 고체시료의 경우에는 세절하여 균질화한 시료를 10~300 mg을 취한다. 액체 시료의 경우에는 0.1~0.5mL를 첨가제 (a)에 완전히 스며들도록 한다. 다시 그 위에 첨가제 (a) 약 0.5g 및 첨가제 (b) 1g을 차례로 고르게 펴 층을 이루게 한다. 다만, 연소부에 별도의 촉매제가 장착된 자동수은분석기의 경우에는 니켈제 보트에 첨가제를 가해주지 않고 시료만을 취한다. 보트를 연소로 안에 넣고 공기 또는 산소를 0.5~1L/min로 흘려주면서, 약 900℃로 가열하여 수은을 유출하고 포집관에 포집한다. 포집관을 약 700℃로 가열하여, 수은 증기를 냉원자흡광분석장치에 보내고 흡광도를 측정하여 A로 한다. 따로, 도자기제 보트에 첨가제만으로 동일하게 흡광도를 측정하여 Ab로 한다. 따로 수은표준용액을 이용하여 동일하게 조작하여 얻어진 흡광도로부터 검량선을 작성하고,  $A - Ab$  값을 검량선에 대입하여 검체 중 수은량을 산출한다.