

### 제3절 항목별 시험방법

#### 제1항 수소이온농도(pH)

##### 1. 측정원리

pH는 수소이온 농도를 그 역수의 상용대수로서 나타내는 값이다. pH는 보통 유리전극과 비교전극으로 된 pH미터를 사용하여 측정하는데 양전극간에 생성되는 기전력의 차를 이용하여 다음과 같은 식으로 정의된다.

$$pH_x = pH_s \pm \frac{F(E_x - E_s)}{2.303RT}$$

$pH_x$  : 시료의 pH 측정값

$pH_s$  : 표준용액의 pH( $-\log_{10}[H^+]$ )

$E_x$  : 시료에서의 유리전극과 비교전극간의 전위차(mV)

$E_s$  : 표준액에서의 유리전극과 비교전극간의 전위차(mV)

F : 패러데이(Faraday) 상수( $9.649 \times 10^4$  coulomb/mole)

R : 기체상수( $8.314$  joule/ $^{\circ}$ K.mole)

T : 절대온도( $^{\circ}$ K)

##### 2. pH 표준액

pH 표준액의 조제에 사용되는 물은 정제수를 증류하여 그 유출액을 15분 이상 끓여서 이산화탄소를 날려보내고 산화칼슘(生石灰) 흡수관을 달아 식힌 다음 사용한다. 조제한 pH표준액은 경질유리병 또는 폴리에틸렌 병에 보관하며, 보통 산성표준액은 3개월, 염기성 표준액은 산화칼슘(生石灰) 흡수관을 부착하여 1개월 이내에 사용한다.

#### 2.1. pH 표준액의 조제

##### (가) 수산염 표준액(0.05M)

테트라수산칼륨(pH 측정용)을 가루로 하여 데시케이터(실리카겔)에서 건조한 다음 12.71g을 정확하게 달아 물을 넣어 녹여 정확히 1ℓ로 한다.

##### (나) 프탈산염 표준액(0.05M)

프탈산수소칼륨(pH측정용)을 가루로 하여 110℃에서 항량이 될 때까지 건조한 다음 10.21g을 정확하게 달아 물을 넣어 녹여 정확히 1ℓ로 한다.

##### (다) 인산염 표준액(0.025M)

인산이수소칼륨(pH 측정용) 및 무수인산일수소나트륨(pH 측정용)을 가루로 하여 110℃에서 항량이 될 때까지 건조한 다음 인산이수소칼륨 3.40g 및 무수인산일수소나트륨 3.55g을 정확하게 달아 물을 넣어 녹여 정확히 1ℓ로 한다.

##### (라) 붕산염 표준액(0.0M)

붕산나트륨(pH 측정용)을 데시케이터(물을 적신 브롬화나트륨)중에 넣어 항량으로 한 다음 3.81g을 정확하게 달아 물을 넣어 녹여 정확히 1ℓ로 한다.

##### (마) 탄산염 표준액(0.025M)

데시케이터(실리카겔)에서 항량이 될 때까지 건조한 탄산수소나트륨(pH측정용) 2.10g과 500-650℃에서 항량이 될 때까지 건조한 무수탄산나트륨(pH측정용) 2.65g을 정확하게 달아 물을 넣어 녹여 정확히 1ℓ로 한다.

##### (바) 수산화칼슘 표준액(0.02M, 25℃ 포화용액)

수산화칼슘(pH측정용)을 가루로 하여 5g을 플라스크에 넣고 물 1ℓ를 넣어 잘 흔들어 섞어 23~27℃에서 충분히 포화시켜 그 온도에서 상층액을 여과하여 투명한 여액을 쓴다.

2.2. pH 표준액의 온도보정

pH 표준액에 대한 각 온도에서의 pH 값을 다음 <표1>에 표시하였다. 이 표에 없는 온도의 pH 값은 표의 값에서 내삽법으로 구한다.

< 표 1 > 온도별 표준액의 pH 값

온도 (°C)	수산화칼슘 표준액	프틸산염 표준액	인산염 표준액	붕산염 표준액	탄산염 표준액	수산화칼슘 표준액
0	1.67	4.01	6.98	9.46	10.32	13.43
5	1.67	4.01	6.95	9.39	10.25	13.21
10	1.67	4.00	6.92	9.33	10.18	13.00
15	1.67	4.00	6.90	9.27	10.12	12.81
20	1.68	4.00	6.88	9.22	10.07	12.63
25	1.68	4.01	6.86	9.18	10.02	12.45
30	1.69	4.01	6.85	9.14	9.97	12.30
35	1.69	4.02	6.84	9.10	9.93	12.14
40	1.70	4.03	6.84	9.07	-	11.99
50	1.71	4.06	6.83	9.01	-	11.70
60	1.73	4.10	6.84	9.96	-	11.45

3. pH 미터의 구조

pH 미터는 보통 유리전극 및 비교전극으로 된 검출부와 검출된 pH를 지시하는 지시부로 되어있다. 지시부에는 비대칭 전위조절(영점조절)용 꼭지 및 온도보상용 꼭지가 있다. 온도보상용 꼭지가 없는 것은 온도보상용 감

온부가 있다. pH 미터는 다음 조작법에 따라 임의의 한 종류의 pH 표준액에 대하여 검출부를 물로 잘 씻은 다음 5회 되풀이하여 pH를 측정했을 때 그 재현성이 ±0.05이내의 것을 쓴다.

4. 시험방법

제 3장 제 2항 시료의 조제방법에 따라 조제한 분석용 시료 5g을 달아 50 ml 비이커에 취하고 증류수 25ml를 넣어 때때로 유리막대로 저어주면서 1 시간 방치 후 pH 미터를 pH 표준액으로 잘 맞춘 다음 깨끗하게 씻어 말린 유리전극 및 표준전극을 넣고 60초 이내에 읽는다.

- 주 (1) pH미터의 구조 및 조작법의 상세한 것은 pH미터에 따라 다르다. pH 11이상의 시료는 오차가 크므로 알칼리에서 오차가 적은 특수전극을 쓰고 필요한 보정을 한다. 시료의 온도는 pH표준액의 온도와 동일한 것이 좋다.
- (2) 만약 올바른 수치가 나오지 않으면 표준전극의 미세구멍이 부분적으로 막힘을 나타낸다. 이것은 토양입자로 인하여 미세구멍이 막혔거나 초자막 주위에 염화칼륨 결정의 과다한 발생이거나 포화 염화칼륨의 흐름을 억제하는 전극의 공기구멍의 부적당한 조정에 의하여 야기된다. 이들 문제는 주기적으로 공기구멍을 열어 주거나 증류수로 염화칼륨 결정을 세척하거나 포화 염화칼륨을 몇 차례 교환하거나 미세구멍이 있는 초자구가 약간 젖는 것같이 보일 때까지 고온 금강사로 전극하단을 주의하여 가는 것으로 해결될 수 있다.
- (3) 전극을 넣을 때 토양현탁을 만들어 주고 곧 넣어서 측정한다.
- (4) 너무 오래 토양을 방치하면 미생물의 작용으로 탄산가스가 발생하여 pH를 낮추는 때가 있다.
- (5) pH(H<sub>2</sub>O)의 경우 토양용액의 pH와 근사한치를 나타내어 토양반응과 작물생육과의 관계를 아는 것은 좋은 자료가 되나 토양염류의 농도가 높아지면 수치는 낮아지는 경우가 있다.

## 제2항 수 분

평량병 또는 증발접시(주1)를 미리 105~110℃에서 1시간 건조시킨 다음 데시케이터 안에서 방냉하고 항량으로 하여 무게를 정확히 달고(W<sub>1</sub>) 여기에 시료 적당량을 취하여 평량병 또는 증발접시와 시료의 무게(W<sub>2</sub>)를 정확히 단다. 다음에 수욕상에서 수분을 거의 날려보내고 105~110℃의 건조기안에서 4시간 건조시킨 다음 데시케이터안에 넣어 방냉하고 항량으로 하여 무게(W<sub>3</sub>)를 정확히 단다.

### 계산

$$\text{수분(\%)} = (W_2 - W_3) / (W_2 - W_1) \times 100$$

주 (1) 평량병 또는 증발접시는 시료의 두께를 10mm이하로 넓게 펼 수 있는 정도로 하부 면적이 넓은 것을 사용하여야 하며 가급적 무게가 적은 것을 사용한다.

## 제3항 시 안

### 1. 흡광광도법

#### 1.1 측정원리

pH 2이하의 산성에서 에틸렌디아민테트라초산이나트륨을 넣고 가열증류하여 시안화물 및 시안착화합물의 대부분을 시안화수소로 유출시키고 수산화나트륨용액에 포집한다. 포집된 시안이온을 중화하고 클로라민 T를 넣어 염화시안으로 하여 피리딘·피라졸론 혼액을 넣어 나타나는 청색을 620nm에서 측정하는 방법이다. 정량범위는 0.0005~0.01mg이며, 표준편차는 2~10%이다. 이 방법에 따라 시험할 경우 유효측정농도는 0.01μg/g 이상으로 한다.

## 1.2. 기구 및 기기

(가) 광전광도계 또는 광전분광광도계

(나) 증류장치 [그림 1]

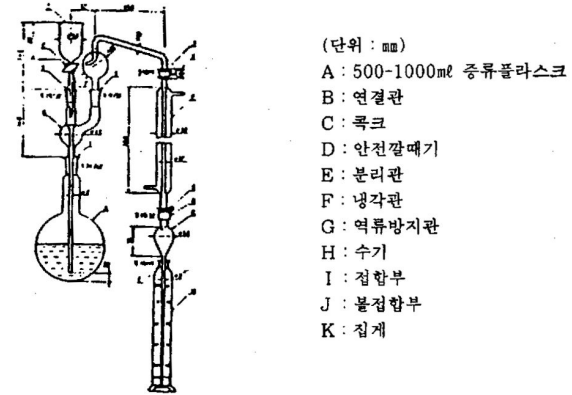


그림 1. 시안 증류장치

### 1.3. 시료의 전처리

제 3장 제 2항 시료의 조제방법에 따라 조제한 분석용시료 적당량(시안으로서 0.05mg 이하)을 정밀히 취하여 500ml 증류플라스크에 넣고 물을 넣어 약 250ml로 한 다음 지시약으로 페놀프탈레인·에틸알코올용액(0.5W/V%) 2~3방울을 넣고 인산 또는 2% 수산화나트륨용액을 사용하여 중화하고 그림 1과 같이 시안증류장치를 조립한다. 주입깔때기를 통하여 슬퍼민산암모늄용액(10W/V%) 1ml와 인산 10ml 및 에틸렌디아민테트라초산나트륨용액(시안시험용) 10ml를 넣고 수분간 방치한 다음 증류플라스크를 가열하여 매분 2~3ml의 유출속도로 증류를 행한다. 수기는 미리 2%

수산화나트륨용액 20ml를 넣어둔 마개있는 100ml 메스실린더를 사용하며 수기중의 액량이 90ml가 되었을 때 증류를 끝내고, 냉각기를 떼어내어 냉각기의 안쪽을 소량의 물로 씻은 후 물을 넣어 정확히 100ml로 한다.

#### 1.4. 시험방법(피리딘-피라졸론법)

전처리한 시료 20ml를 정확히 취하여 50ml 용량 플라스크에 넣고 지시약으로 페놀프탈레인.에틸알코올용액(0.5W/V%) 1방울을 넣어 조용히 흔들어 주면서 용액의 적색이 없어질 때까지 초산(1+8)을 넣는다(약 1ml 소요). 인산염완충액(pH 6.8) 10ml, 클로라민 T용액(1W/V%) 0.25ml를 넣고 마개를 막아 조용히 섞는다. 약 5분간 방치하고 피리딘피라졸론혼액 15ml를 넣고 물을 넣어 표선을 채운다음 조용히 섞고 25°C의 수욕 중에서 30분간 방치한다. 이 용액의 일부를 증장 10mm 흡수셀에 옮겨 검액으로 한다. 따라 물 20ml를 취하여 시료의 시험방법에 따라 시험하여 바탕시험액으로 한다. 바탕시험액을 대조액으로 하여 620nm에서 검액의 흡광도를 측정하고 미리 작성한 검량선으로부터 시안의 양을 구하고 함량(mg/kg)을 산출한다.

##### ○검량선의 작성

시안이온표준액(0.001mgCN<sup>-</sup>/ml) 1~10ml를 단계적으로 취하여 50ml용량 플라스크에 넣고 물을 넣어 20ml로 한 다음 시료의 시험방법에 따라 시험하여 시안의 양과 흡광도와의 관계선을 작성한다.

- 비고 (1) 다량의 유지류가 함유된 시료는 초산 또는 수산화나트륨용액으로 pH 6~7로 조절하고 시료의 약 2%에 해당되는 노말헥산 또는 클로로포름을 넣어 짧은 시간동안 흔들어 섞고 수층을 분리하여 시료로 취한다.
- (2) 잔류염소가 함유된 시료는 잔류염소 20mg당 L-아스코르빈산(10W/V%)

0.6ml 또는 아비산나트륨용액(10W/V%) 0.7ml를 넣어 제거한다.

- (3) 황화합물이 함유된 시료는 초산이연 용액(10W/V%) 2ml를 넣어 제거한다. 이 용액 1ml는 황화물이온 약 14mg에 대응한다.

## 2. 이온전극법

### 2.1. 측정원리

pH 12-13의 알칼리성에서 시안 이온전극과 비교전극을 사용하여 전위를 측정하고 그 전위차로부터 시안을 정량하는 방법이다. 정량범위는 0.1~100mg CN<sup>-</sup>/ℓ 이며, 표준편차는 5~20%이다.

### 2.2. 기구 및 기기

- (가) 1mV까지 읽을 수 있는 고압력 저항 전위계 또는 시안 이온측정기  
 (나) 시안 이온전극  
 (다) 비교전극  
 (라) 자석교반기 : 교반에 의하여 열이 발생되지 않는 것

### 2.3. 시료의 전처리

1.3 시료의 전처리에 따른다.

### 2.4. 시험방법

전처리한 시료 100ml를 200ml 비이커에 옮기고 시안 이온전극과 비교전극을 침적시켜 기포가 일어나지 않는 범위내에서 일정한 속도로 세계 교반하여 전위가 안정될 때의 값을 측정하고 미리 작성한 검량선으로부터 시안의 양을 구하고 함량(mg/kg)을 산출한다. (주1)(주2)

○검량선의 작성

시안이온 표준원액으로부터 시안으로서 20mg에 대응하는 용량을 정확히 취하여 200ml 용량 플라스크에 넣고 0.1N 수산화나트륨 용액으로 표선을 채워 시안이온 표준액(100mg CN<sup>-</sup>/ℓ)을 조제한다. 같은 방법으로 0.1N 수산화나트륨 용액을 사용하여 단계적으로 10배씩 희석하여 0.1, 1, 10, 100mg CN<sup>-</sup>/ℓ의 표준액을 준비하고, 각각 100ml씩을 취하여 200ml 비이커에 옮긴다. 낮은 농도부터 높은 농도순으로 시료의 시험방법에 따라 시험하여 편대수그래프지(semilog 그래프지)의 대수축에 농도를, 균등축에 측정 전위값을 기재하여 시안의 양과 전위와의 관계선을 작성한다.

- 주 (1) 시료와 표준액의 측정시 온도차는 ±1℃이어야 하고, 교반속도가 일정하여야 한다. 액온이 1℃ 변화할 때에 약1mV의 전위차가 변화하게 된다.
- (2) 시안이온전극은 사용시 시안이온 표준액(0.1mg CN<sup>-</sup>/ℓ)에 침적시켜 전위값이 안정될 때부터 측정한다.

제4항 불소

1. 흡광광도법(Zirconium-SPANDS법)

1.1 측정원리

불소가 진홍색의 zirconium-발색시약과의 반응으로 무색의 음이온복합체(ZrF<sub>6</sub><sup>2-</sup>)를 형성하는 과정을 이용한 방법으로 불소의 양이 많아질 수록 색깔이 옅어지게 된다. 불소이온과 zirconium이온사이의 반응속도는 반응 혼합물의 산도에 따라 달라진다.

정량범위는 0.02~1.4 mg/ℓ 이하이고 표준편차는 8~11%이다. 이 방법에 따라 시험할 경우 유효측정농도는 0.2 mg/kg이상으로 한다.

1.2 기구 및 기기

- (가) 광전광도계 또는 광전분광광도계
- (나) 증류장치(그림 1)
- (다) 전기로
- (라) 니켈도가니

1.3 시료의 전처리

제 3장 제 2항 시료의 조제방법에 따라 조제한 분석용 시료를 막자사발에서 갈아 0.075 mm(200 메쉬)의 표준체로 체걸음 한 토양시료를 105℃의 건조기에서 항량이 될 때까지 건조시킨다. 토양시료 1 g을 정확하게 취해 50 ml 용량의 니켈도가니에 넣고 산화칼슘(생석회) 분말 5 g을 가하고 완전 혼합한다. 500℃의 전기로에서 5시간 회화한 다음 2시간동안 800℃까지 온도를 높이면서 가열한 후 방냉한다

회화된 내용물을 증류수 25 ml와 70% 과염소산 50 ml로 씻어 삼구플라스크에 옮기고 17.5% 과염소산은용액 10방울을 가해 용액이 우유빛으로 변하는 경우 이 용액을 10방울 더 가하고 비등석 8~10개를 첨가한다(비고 1). 증류플라스크에 물 약 600 ml를 넣고 증류장치의 각 부분을 연결한 다음 가열하여 증류를 시작하고 미리 니트로페놀 지시약 1방울과 50% 수산화나트륨용액 1방울을 넣은 500 ml 메스실린더 또는 용량플라스크를 사용하여 유출액을 받는다.

삼구플라스크 안의 액온이 128℃가 되었을 때, 증류플라스크로부터 수증기를 통하기 시작하여 증류온도가 135±2℃로 유지되도록 온도를 조절한다. 유출속도를 매분 5~6 ml의 증류속도로 하여 수기의 액량이 480 ml가 되었을 때 증류를 끝낸다.(비고 2) 냉각관을 분리하여 냉각관의 안쪽을 소

량의 물로 씻어주고 씻은액과 물을 넣어 표선까지 채운다.

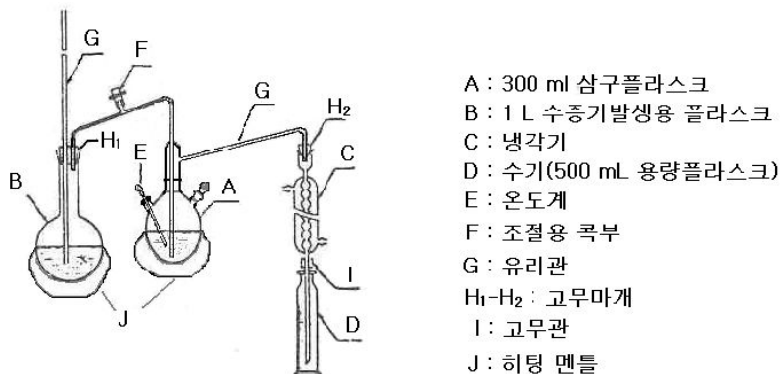


그림 1. 불소증류장치

#### 1.4 시험방법

전처리한 시료(비고 3) 50 ml를 \*100 ml 용량플라스크에 취하여 산(酸) zirconyl-SPADNS 혼합액 10 ml를 가하고, 잘 혼합한다. 이 용액의 일부를 증장 10 mm 흡수셀에 옮겨 검액으로 하고, 따로 물 50 ml를 취하여 시료의 시험방법에 따라 시험하여 바탕시험액으로 한다. 바탕시험액을 대조액으로 하여 검액의 흡광도를 570 nm에서 측정하고 미리 작성한 검량선으로 부터 불소이온의 양을 구하고 함량(mg/kg)을 산출한다(비고 4).

##### ○ 검량선 작성

불소이온 표준액(10  $\mu\text{g F}^-/\text{ml}$ )을 단계적으로 취하여 50 ml 용량플라스크에 넣고 증류수로 희석하여 0.1~1.4 mg  $\text{F}^-/\ell$ 가 되도록 한다. 단계별로 조제된 표준용액 50 ml를 ★이하의 시료 시험방법에 따라 시험하여 불소이온의 양과 흡광도와의 관계선을 작성한다

비고 1) 다량의 염소이온이 함유되어 있으면 과량의  $\text{Ag}^+$ 이온을 첨가하여 준다.

비고 2) 증류액이 노란색이 없어지면 50% 수산화나트륨용액을 추가하여 증류액이 알칼리성을 유지하도록 한다.

비고 3) 시료에 잔류염소가 함유되어있으면 잔류염소 0.1 mg 당  $\text{NaAsO}_2$ 용액 한방울을 가하고 혼합하여 제거한다.

비고 4) 시료중 불소함량이 정량범위를 초과할 경우 시료를 정량범위 이내에 들도록 희석한 다음 다시 시험한다.

## 2. 이온전극법

### 2.1 측정원리

시료에 이온강도 조절용 완충액을 넣어 pH 5.0~5.5로 조절하고 불소이온 전극과 비교전극을 사용하여 전위를 측정하고 그 전위차로 부터 불소를 정량하는 방법이다.

정량범위는 0.1~100 mg  $\text{F}^-/\ell$  이하이고, 표준편차율은 4.1~4.3%이다. 이 방법에 따라 시험할 경우 유효측정농도는 3.0 mg/kg이상으로 한다.

### 2.2 기구 및 기기

- (가) 1 mV까지 읽을 수 있는 고압력 저항 전위계 또는 불소 이온측정기
- (나) 불소 이온전극
- (다) 비교전극
- (라) 증류장치 : 1.2 (나)와 같다.

### 2.3 시료의 전처리

1.3 시료의 전처리에 따라 시험한다.

## 2.4 시험방법

전처리한 시료 25~50 ml를 200 ml 비이커에 옮기고 시료와 동량의 티사브용액(pH 5.2)을 넣어 흔들어 섞는다. 여기에 \*불소 이온전극 및 비교전극을 침적시키고 기포가 일어나지 않는 범위내에서 일정한 속도로 세계교반하여 전위가 안정될 때의 값(비교 1)을 측정하고 미리 작성한 검량선으로 부터 불소이온의 양을 구하고 함량(mg/kg)을 산출한다(비교 1), (비교 2).

### ○ 검량선의 작성

불소이온 표준원액(1 mg F<sup>-</sup>/ml) 20 ml를 정확히 취하여 200 ml 용량 플라스크에 넣고 물을 넣어 표선을 채워 불소이온 표준액(100 mg F<sup>-</sup>/ℓ)을 조제한다. 같은 방법으로 물을 사용하여 단계적으로 10 배씩 희석하여 0.1, 1, 10, 100 mg F<sup>-</sup>/ℓ의 표준액을 준비하고, 각각 50 ml씩을 취하여 200 ml 비이커에 옮긴 다음 티사브용액(pH 5.2) 50 ml씩을 넣는다(비교 3). 낮은 농도부터 높은 농도 순으로 ★이하의 시료 시험방법에 따라 시험하여 편대수그래프지(semilog 그래프지)의 대수축에 농도를, 균등축에 측정전위값을 기재하여 불소이온의 양과 전위와의 관계선을 작성한다.

비교 1) 시료와 표준액의 측정시 온도차는 ±1℃이내 이어야 하고, 교반속도는 일정하여야 한다.

2) 불소이온전극은 사용시 불소이온 표준액(0.1 mg F<sup>-</sup>/ℓ)에 침적시켜 전위값이 안정될 때 측정한다.

3) 티사브용액의 첨가량은 표준용액과 같은 양이 되도록 한다.

## 제5항 6 가 크롬

### 1. 원자흡광광도법

#### 1.1 측정원리

6가 크롬을 원자흡광광도법에 따라 정량하는 방법이다. 정량범위는 사용하는 장치 및 측정조건 등에 따라 다르나 357.9nm에서 0.2~5mg/ℓ 이고 표준편차율은 2~10%이다. 공기, 아세틸렌으로는 아세틸렌 유량이 많은 쪽이 감도가 높지만 철, 니켈의 방해가 많으며, 아세틸렌-일산화이질소는 방해는 적으나 감도가 낮다. 이 방법에 따라 유효측정농도는 0.01μg/g 이상으로 한다.

#### 1.2 기구 및 기기

(가) 원자흡광분석장치

(나) 램프 : 크롬중공음극램프

(다) 가스 : 가연성가스(아세틸렌)

조연성가스(공기 또는 일산화이질소)

#### 1.3 시료의 전처리

제 3장 제 2항 시료의 조제방법에 따라 조제한 분석용 시료 10g을 정밀히 취하여 100ml 삼각플라스크에 넣고 염산용액(0.1N) 50ml를 넣는다. 항온수평진탕기(100회/분, 진폭 10cm)를 사용하여 30℃를 유지하면서 1시간 진탕한 다음 거름종이 5B 또는 이와 동등한 여지를 사용하여 여과한다.

#### (가) 공침법

여액에 황산제이철암모늄 용액 1ml를 넣어 흔들어 섞고 암모니아수(1+4)를 넣어 약알칼리성으로 하여 암모니아 냄새가 거의 없어질 때까지

지 조용히 끓이고 뜨거운 상태로 정치하여 침전을 완결시키고 여과한다. 여과지 상의 침전물을 따뜻한 1% 질산암모늄 용액으로 2회 씻는다. 여액과 씻은 액을 합하여 비이커 또는 킬달플라스크에 넣고 여기에 질산 5ml와 유리구 4~5개를 넣은 다음 서서히 가열하여 액량이 약 15ml가 될 때까지 증발농축하고 방냉한다. 질산 5ml와 황산 5~10ml를 넣고 가열을 계속하여 백색의 황산증기가 발생하기 시작하면 중지한다. 이때 유기물의 분해가 완전히 끝나지 않아 액이 맑지 않을 때에는 다시 질산 5ml를 넣고 가열을 반복한다. 산을 날려보내고 분해가 끝나면 방냉하고 물 50ml를 넣어 끓기 직전까지 서서히 가열하여 침전된 용해성염들을 녹인다. 방냉하여 필요하면 여과하고 여지를 물로 2~3회 씻어준 다음 여액과 씻은 액을 합하고 희석하여 pH를 1로 조정하고 일정량으로 한다..

(나) 추출법 (TOA-MIBK법)

여액을 수산화나트륨용액(1N)으로 중화한 다음 250ml 분액깔때기에 옮기고 40% 황산암모늄용액 10ml, 황산용액(2N) 5ml 및 물을 넣어 전량을 100ml로 하여 흔들어 섞고, 3% 트리옥실아민·메틸이소부틸케톤용액 20ml를 정확히 넣어 5분간 흔들어 섞은 다음 정치하여 메틸이소부틸케톤층을 취한다. 메틸이소부틸케톤층을 비이커 또는 킬달플라스크에 옮겨 수욕상에서 용매를 거의 날려보내고, 여기에 질산 5ml와 유리구 4~5개를 넣은 다음 서서히 가열하여 액량이 약 15ml가 될 때까지 증발농축하고 방냉한다. 질산 5ml와 황산 5~10ml를 넣고 가열을 계속하여 백색의 황산증기가 발생하기 시작하면 중지한다. 이때 유기물의 분해가 완전히 끝나지 않아 액이 맑지 않을 때에는 다시 질산 5ml를 넣고 가열을 반복한다. 산을 날려보내고 분해가 끝나면 방냉하

고 물 50ml를 넣어 끓기 직전까지 서서히 가열하여 침전된 용해성 염들을 녹인다. 방냉하여 필요하면 여과하고 여지를 물로 2~3회 씻어준 다음 여액과 씻은 액을 합하고 희석하여 pH를 1로 조정하고 일정량으로 한다.

1.4 시험방법

제 3장 제 2항 원자흡광광도법에 따라 357.9nm에서 전처리한 검액의 흡광도를 측정하고 미리 작성한 검량선으로부터 크롬의 양을 구하여 농도(mg/kg)를 산출한다. 바탕시험을 행하여 보정한다.

o검량선의 작성

크롬표준액(0.01mg Cr/ml) 0.5~10ml를 단계적으로 취하고 이하 1.3 시료의 전처리 (가) 공침법 또는 (나) 추출법에 따라 시험하고 6가크롬의 농도와 흡광도와의 관계선을 작성한다.

비고 1) 공기-아세틸렌 불꽃에서는 철, 니켈 등의 공존물질에 의한 방해영향이 크므로 이때는 황산나트륨을 1% 정도 넣어서 측정한다.

2. 흡광광도법(디페닐카르바지드법)

2.1. 측정원리

6가크롬에 디페닐카르바지드를 작용시켜 생성하는 적자색의 착화합물의 흡광도를 540nm에서 6가크롬을 정량하는 방법이다. 정량범위는 0.002~0.05 mg이고 표준편차는 3~10%이다.

2.2. 기구 및 기기

광전광도계 또는 광전분광광도계

### 2.3. 시료의 전처리

제 3장 제 2항 시료의 조제방법에 따라 조제한 분석용 시료 10g을 정밀히 취하여 100ml 삼각플라스크에 넣고 염산용액(0.1N) 50ml를 넣는다. 항온수평진탕기(100회/분, 진폭 10cm)를 사용하여 30℃를 유지하면서 1시간 진탕한 다음 거름종이 5B 또는 이와 동등한 여지를 사용하여 여과한다.

### 2.4. 시험방법

여액 적당량(6가 크롬으로서 0.05mg 이하 함유)을 50ml 용량 플라스크에 넣고 황산(1+9) 3ml를 넣어 흔들어 섞고 액온을 15℃로 냉각한 다음, 디페닐카르바지드용액(1W/V%) 1ml를 넣어 곧 흔들어 섞고 물을 표선까지 채워 5분간 방치한다. 이 용액의 일부를 증장 10mm 흡수셀에 옮겨 검액으로 한다. 따로 100ml 비이커에 앞에서 분취한 시료와 동량을 취하여 황산(1+9) 3ml를 넣고 에틸알코올(95V/V%) 소량을 넣어 끓여서 6가크롬을 3가 크롬으로 환원시킨다. 액온을 15℃로 냉각하여 50ml 용량플라스크에 옮기고 디페닐카르바지드용액(1W/V%) 1ml를 넣어 물을 표선까지 채워 잘 흔들어 섞고 5분간 방치한 다음 바탕시험액으로 한다. 바탕시험액을 대조액으로 하여 540nm에서 검액의 흡광도를 측정하고 미리 작성한 검량선으로 부터 6가크롬의 양을 구하고 함량(mg/kg)을 산출한다.

#### o검량선의 작성

크롬표준액(0.002mg Cr/ml) 1~25ml를 단계적으로 취하여 50ml 용량 플라스크에 넣고 시료의 시험방법에 따라 시험하여 6가크롬의 양과 흡광도와의 관계선을 작성한다.

비고 1) 시료중에 잔류연소가 공존하면 발색을 방해한다. 이때는 시료에 수산화나트륨용액(20W/V%)을 넣어 pH 12 정도로 조절한 다음 입상활성탄을 10%

정도 되게 넣고 자석교반기로 약 30분간 교반하여 여과한 액을 시료로 사용한다.

주 1) 시료 중에 철이 2.5mg 이하로 공존할 경우에는 디페닐카르바지드 용액을 넣기 전에 5% 피로인산나트륨-10수화물용액 2ml를 넣어주면 영향이 없다.

비고 1) 철 및 기타 방해원소를 다량 함유한 경우 시료 적당량(크롬으로서 0.05mg 이하 함유)을 분액갈때기에 넣고 시료 20ml에 대하여 황산(1+1)을 5ml의 비율로 넣어 산농도를 약 3.6N로 조절하고 0.3% 과망간산칼륨용액을 한방울씩 넣어 색을 옅은 홍색으로 한 다음 쿠페론용액(5W/V%) 5ml, 클로로포름 10ml를 넣어 흔들어 섞고 정치하여 클로로포름층을 분리한다. 수층을 100ml 비이커에 옮기고 증발건고한다. 잔사에 소량의 황산 및 질산을 넣고 다시 증발 건고하여 유기물질을 분해한 다음 황산(1+9) 3ml와 물 약30ml를 넣어 녹이고 2.4. 시험방법 중 이하 “0.3% 과망간산칼륨용액 몇 방울을 넣어 가열하고.....”에 따라 시험한다.

2) 크롬함유량이 미량으로서 비교적 깨끗한 시료일 경우 시료 적당량을 취하여 시료 100ml당 황산 2ml를 넣고 가열하여 끓이고 방냉한 다음 황산제일 철암모늄용액 1ml를 넣어 흔들어 섞고 질산 2ml를 넣어 끓여서 철을 산화시킨 다음 방냉하고 암모니아수(1+4)를 넣어 약알칼리성으로 하여 준다. 암모니아 냄새가 없어질 때까지 끓이고 뜨거운 상태로 약 20분간 정치하여 침전을 여과한다. 침전을 1% 질산암모늄 용액으로 2회 씻고 여액과 씻은 액은 버린다. 침전을 황산(1+15) 5ml에 녹이고 여지를 온수로 씻어서 여액 및 씻은 액을 합하여 이하 2.3. 시험방법에 따라 시험한다.

### 3. 유도결합플라즈마발광광도법

#### 3.1 측정원리

6가 크롬을 유도결합플라즈마 발광광도법에 따라 정량하는 방법이다. 정량범위는 사용하는 장치 및 측정조건 등에 따라 다르지만 267.72nm에서 유효측정농도는 0.007~50 $\mu\text{g/g}$ 이다.

#### 3.2 기구 및 기기

(가) 유도결합플라즈마 발광광도분석장치

(나) 아르곤가스 : 액화 또는 압축아르곤으로서 99.99V/V% 이상

#### 3.3 시료의 전처리

##### 1.3. 시료의 전처리에 따른다

#### 3.4 시험방법

제 3장 제3항 유도결합플라즈마 발광광도법에 따라 267.72nm에서 검액의 발광강도를 측정하고 미리 작성한 검량선으로부터 크롬의 양을 구하여 농도(mg/kg)을 산출한다. 바탕시험을 행하여 보정한다.

##### o검량선의 작성

크롬표준액(0.05mg/ml) 0, 2, 10, 20ml를 정확히 취하여 100ml 용량 플라스크에 넣고 질산(1+1) 2ml, 염산(1+1) 10ml 및 물을 넣어 표선을 채운 다음 이하 시료의 시험방법에 따라 시험하여 크롬의 농도와 흡광도와의 관계선을 작성한다.

### 제6항 구 리

#### 1. 원자흡광광도법

##### 1.1. 측정원리

구리를 원자흡광광도법에 따라 정량하는 방법이다. 정량범위는 사용하는 장치 및 측정조건에 따라 다르지만 324.7nm에서 0.2~4mg/l이고 표준편차율은 2~10%이다. 이 방법에 따라 시험할 경우 유효측정농도는 0.008  $\mu\text{g/g}$  이상으로 한다.

##### 1.2. 기구 및 기기

(가) 원자흡광분석장치

(나) 램프 : 구리중공음극램프

(다) 가스 : 가연성가스(아세틸렌)

조연성가스(공기)

##### 1.3. 시료의 전처리

제 3장 제 2항 시료의 조제방법에 따라 조제한 분석용시료 10g을 정밀히 취하여 100ml 삼각플라스크에 넣고 염산용액(0.1N) 50ml를 넣는다. 향온수평진탕기(100회/분, 진폭 10cm)를 사용하여 30 $^{\circ}\text{C}$ 를 유지하면서 1시간 진탕한 다음 거름종이 5B 또는 이와 동등한 여지를 사용하여 여과한다. 다만 여액 중 구리의 함량이 15mg/l 이하가 되도록 염산용액(0.1N)으로 희석한다.

##### 1.4. 시험방법

제 3장 제 2항 원자흡광광도법에 따라 324.7nm에서 전처리한 여액의 흡

광도를 측정하고 미리 작성한 검량선으로부터 구리의 양을 구하고 함량(mg/kg)을 산출한다. 바탕시험을 행하고 보정한다.

○ 검량선의 작성

구리표준액(0.01mg Cu/ml) 2~40ml를 단계적으로 취하여 100ml용량 플라스크에 넣고 시료와 같은 양의 산을 넣고 물로 표선을 채운 다음 이하 시료의 시험방법에 따라 시험하여 구리의 농도와 흡광도와의 관계선을 작성한다.

2. 흡광광도법(디에틸디티오카르바민산법)

2.1. 측정원리

구리이온이 알칼리성에서 디에틸디티오카르바민산나트륨과 반응하여 생성하는 황갈색이 킬레이트 화합물을 초산부틸로 추출하여 흡광도를 440nm에서 측정하는 방법이다. 정량범위는 0.002-0.03mg이고 표준편차율은 2-10%이다.

2.2. 기구 및 기기

광전광도계 또는 광전분광광도계

2.3. 시료의 전처리

1. 3 시료의 전처리에 따른다.

2.4. 시험방법

전처리한 시료 적당량(구리로서 0.03mg 이하 함유)을 분액깔때기에 넣고 m-크레솔퍼플에틸알코올용액(0.1W/V%) 2~3방울을 넣고 구연산이암모

늄용액(DDTC-MIBK, 초산부틸법 시험용) 5ml, 에틸렌디아민테트라초산이나트륨용액(구리시험용) 1ml를 넣고 암모니아수(1+1)로 옅은 자색을 나타낼 때까지 중화하고 물을 넣어 50ml로 한다. 디에틸디티오카르바민산나트륨용액(1W/V%) 2ml를 넣어 흔들어 섞고 초산부틸 10ml를 정확히 넣어 약 3분간 세게 흔들어 섞고 정지한다. 초산부틸층을 분리하여 무수황산나트륨 약 1g이 들어 있는 시험관에 넣고 흔들어 섞는다. 이 액 일부를 층장 10mm 흡수셀에 옮겨 검액으로 한다. 따로 물약 30ml를 취하여 분액깔때기에 넣고 시료의 시험방법에 따라 시험하여 바탕시험액으로 한다. 바탕시험액을 대조액으로 하여 440nm에서 검액의 흡광도를 측정하고 미리 작성한 검량선으로부터 구리의 양을 구하고 함량(mg/kg)을 산출한다.

○ 검량선의 작성

구리표준용액(0.001mg Cu/ml) 2~30ml를 단계적으로 취하여 이하 시료의 시험방법에 따라 시험하고 구리의 양과 흡광도와의 관계선을 작성한다.

비고 (1) 시료의 전처리를 하지 않고 직접 시료를 사용하는 경우, 시료 중에 시안화합물이 함유되어 있으면 염산 산성으로 하여서 끓여 시안화물을 완전히 분해 제거한 다음 시험한다.

(2) 비스무트(Bi)가 구리의 양보다 2배이상 존재할 경우에는 황색을 나타내어 방해한다. 이때는 시료의 흡광도를  $A_1$ 으로 하고 따로 같은 양의 시료를 취하여 시료의 시험방법 중 암모니아수(1+1)를 넣어 중화하기 전에 시안화칼륨용액(5W/V%) 3ml를 넣어 구리를 시안착화합물로 만든 다음 중화하여 시험하고 이 액의 흡광도를  $A_2$ 로 한다. 여기에서 구리에 의한 흡광도는  $A_1 - A_2$ 이다.

(3) 추출용매는 초산부틸 대신 사염화탄소, 클로로포름, 벤젠 등을 사용할 수

도 있다. 그러나 시료중 음이온 계면활성제가 존재하면 구리의 추출이 불완전하다.

(4) 무수황산나트륨 대신 건조여지를 사용하여 여과하여도 된다.

### 3. 유도결합플라스마발광광도법

#### 3.1. 측정원리

구리를 유도결합플라스마발광광도법에 따라 정량하는 방법이다. 정량범위는 사용하는 장치 및 측정조건에 따라 다르지만 324.75nm에서 유효측정농도는 0.006~50 $\mu$ g/g이다.

#### 3.2. 기구 및 기기

(가) 유도결합플라스마 발광광도분석장치

(나) 아르곤 가스 : 액화 또는 압축아르곤으로서 99.99V/V% 이상

#### 3.3. 시료의 전처리

1.3 시료의 전처리에 따른다.

#### 3.4. 시험방법

제 3장 제 3항 유도결합플라스마발광광도법에 따라 324.75nm에서 검액의 발광광도를 측정하고 미리 작성한 검량선으로부터 구리의 양을 구하여 함량(mg/kg)을 산출한다.

바탕시험을 행하여 보정한다.

○검량선의 작성

구리 표준액(0.05mg Cu/l) 0, 2, 10, 20ml를 정확히 취하여 100ml용

량 플라스크에 넣고 질산(1+1) 2ml, 염산(1+1) 10ml 및 물을 넣어 표선을 채운 다음 이하 시료의 시험방법에 따라 시험하여 구리의 농도와 발광광도와의 관계선을 작성한다.

### 제7항 카드뮴

#### 1. 원자흡광광도법

##### 1.1. 측정원리

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

##### 1.2. 기구 및 기기

(가) 원자흡광분석장치

(나) 램프 : 카드뮴중공음극램프

(다) 가스 : 가연성가스(아세틸렌)

조연성가스(공기)

##### 1.3. 시료의 전처리

제 5항 구리 1. 3 시료의 전처리에 따른다. 다만 여액 중의 카드뮴함량이 2mg/l 이상일 때는 염산용액(0.1N)으로 2mg/l 이하가 되도록 희석한다.

##### 1.4. 시험방법

제 3장 제 2항 원자흡광광도법에 따라 228.8nm에서 전처리한 검액의 흡광도를 측정하고 미리 작성한 검량선으로부터 카드뮴의 양을 구하고 함량(mg/kg)을 산출한다. 바탕시험을 행하여 보정한다.

○검량선의 작성

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

비고 1) 시료 중에 알칼리금속의 할로겐 화합물을 다량 함유하는 경우에는 분자흡수나 광산란에 의하여 오차를 발생하므로 추출법으로 카드뮴을 분리하여 시험한다.

## 2. 흡광광도법(디티존법)

### 2.1. 측정원리

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

### 2.2. 기구 및 기기

광전광도계 또는 광전분광광도계

### 2.3. 시료의 전처리

1. 3 시료의 전처리에 따른다.

### 2.4. 시험방법

전처리한 시료 적당량(카드뮴으로서 0.03mg 이하를 함유)을 250ml 분액깔때기에 넣고 수산화나트륨용액(10W/V%)으로 철 등의 수산화물 침전의 생성하기 직전까지 중화한다. 염산히드록실아민용액(10W/V%) 1ml를 넣어 흔들어 섞고 여기에 구연산이암모늄용액(10W/V%) 5ml, 수산화나트륨용액(10W/V%) 10ml 및 시안화칼륨용액(1W/V%) 1ml를 넣고 물을 넣어 전량을 약 100ml로 한 다음 잘 흔들어 섞는다. 디티존 사염화탄소용액(0.005W/V%) 5ml를 넣어 1분간 세계 흔들어 섞고 정치하여 사염화탄소층을 100ml 분액깔때기에 옮기고 다시 수층에 디티존 사염화탄소용액(0.005W/V%) 5ml를 넣어 추출한다.

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

용액(0.005W/V%) 2ml를 넣어 1분간 세계 흔들여 섞고 정치한다. 사염화탄소층이 변색되지 않을 때까지 디티존사염화탄소용액(0.005W/V%)으로 추출하여 전체 사염화탄소층을 합하고 수산화나트륨용액(1W/V%) 20ml를 넣어 1분간 흔들여 섞고 정치하여 사염화탄소층을 분리하여 정제 사염화탄소를 넣어 전량을 정확히 10ml 또는 20ml로 하여 검액으로 한다. 따로 물 약 50ml를 취하여 시료의 시험방법에 따라 시험하고 바탕시험액으로 한다. 바탕시험액을 대조액으로 하여 건조한 여지로 여과하고 층장 10mm 흡수셀에 넣어 520nm에서 검액의 흡광도를 측정하고 미리 작성한 검량선으로부터 카드뮴의 양을 구하고 함량(mg/kg)을 산출한다. 바탕시험을 행하여 보정한다.

○검량선의 작성

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

비고(1) 시료 중 다량의 철과 망간을 함유하는 경우 디티존에 의한 카드뮴추출이 불완전하다. 이 경우에는 중화한 시료 일정량에 염산을 넣어 2N의 염산 산성으로 하여 강염기성 음이온교환수지칼럼(R-Cl형, 지름 10mm, 길이 200mm)에 3ml/min의 속도로 유출시켜 카드뮴을 흡착하고 염산(1+9)으로 씻어준 다음 새로운 수기에 질산(1+12)을 사용하여 용출되는 카드뮴을 받는다. 이 용출액을 가지고 시험방법에 따라 시험한다. 이때는 시험방법 중 주석산용액(2W/V%)으로 역추출하는 조작을 생략해도 된다.

3. 유도결합플라스마발광광도법

3.1. 측정원리

카드뮴을 유도결합플라스마발광광도법에 따라 정량하는 방법이다. 정량범위는 사용하는 장치 및 측정조건에 따라 다르지만 226.50nm에서 유효측정농도는 0.004~50µg/g 이다.

3.2. 기구 및 기기

(가) 유도결합플라스마발광광도분석장치

(나) 아르곤 가스 : 액화 또는 압축아르곤으로서 99.99V/V% 이상

3.4. 시료의 전처리

1.3 시료의 전처리에 따른다.

3.4. 시험방법

제3장 제2절 제3항 유도결합플라스마발광광도법에 따라 검액의 발광강도를 226.50 nm에서 측정하고 미리 작성한 검량선으로부터 카드뮴의 양을 구하고 함량(mg/kg)을 산출한다. 바탕시험을 행하여 보정한다.

○검량선의 작성

카드뮴 표준액(0.05mg Cd/ℓ) 0, 2, 10, 20ml를 정확히 취하여 100 ml 용량 플라스크에 넣고 질산(1+1) 2ml, 염산(1+1) 10ml 및 물을 넣어 표선을 채운다음 이하 시료의 시험방법에 따라 시험하여 카드뮴의 농도와 발광광도와의 관계선을 작성한다.

## 제8항 납

### 1. 원자흡광광도법

#### 1.1. 측정원리

납을 원자흡광광도법에 따라 정량하는 방법이다.

정량범위는 사용하는 장치 및 측정조건에 따라 다르나 283.3nm에서 1~20mg/l이고 표준편차율은 2~10%이다. 이 방법에 따라 시험할 경우 유효측정농도는 0.04 $\mu$ g/g 이상으로 한다.

#### 1.2. 기구 및 기기

(가) 원자흡광 분석장치

(나) 램프 : 납중공음극램프

(다) 가스 : 가연성가스(아세틸렌)  
조연성가스(공기)

#### 1.3. 시료의 전처리

1.3 시료의 전처리에 따른다.

#### 1.4. 시험방법

제 3장 제 2항 원자흡광광도법에 따라 283.3nm에서 전처리한 검액의 흡광도를 측정하고 미리 작성한 검량선으로부터 납의 양을 구하고 함량(mg/kg)을 산출한다. 바탕시험을 행하여 보정한다.

○검량선의 작성

납 표준액(0.1mg Pb/ml) 1~20ml를 단계적으로 취하여 100ml용량 플라스크에 넣고 시료와 같은 양의 산을 넣어 물로 표선을 채운다음 이

하 시료의 시험방법에 따라 시험하여 납의 농도와 흡광도와의 관계선을 작성한다.

### 2. 흡광광도법(디티존법)

#### 2.1. 측정원리

납이온이 시안화칼륨 공존하에 알칼리성에서 디티존과 반응하여 생성하는 납 디티존착염을 사염화탄소로 추출하고 과잉의 디티존을 시안화칼륨용액으로 씻은 다음 납착염의 흡광도를 520nm에서 측정하는 방법이다. 정량범위는 0.001~0.04mg이고 표준편차율은 3~10%이다.

#### 2.2. 기구 및 기기

광전광도계 또는 광전분광광도계

#### 2.3. 시료의 전처리

1.3 시료의 전처리에 따른다.

#### 2.4. 시험방법

전처리한 시료 적당량(납으로서 0.04mg이하 함유)을 분액깔때기에 취하여 구연산이암모늄 용액(10W/V%) 5ml 및 염산히드록실아민용액(10W/V%) 1ml를 넣어 흔들어 섞고 잠시 정치하여 암모니아수(1+1)을 넣어 알칼리성(pH 약 8.5~10)으로 한 다음 시안화칼륨용액(5W/V%) 5ml를 넣고 물을 넣어 약 100ml로 한다. 디티존사염화탄소(0.005W/V%) 5ml를 넣어 1분간 세계 흔들어 섞고 정치하여 사염화탄소층을 분리하여 메스실린더에 옮기고 다시 수층에 디티존사염화탄소용액(0.005W/V%) 5ml를 넣어 흔들어

섞고 정치하여 사염화탄소층을 분리한다.

디티존사염화탄소층이 변색하지 않을 때까지 추출한다. 전체 사염화탄소층을 합하여 정제 사염화탄소를 넣어 10ml 또는 20ml의 일정량으로 한다. 여기에 시안화칼륨용액(0.5W/V%) 5ml를 넣어 1분간 흔들어서 섞고 정치하여 분리하고 상부의 수층은 스포이드로 흡인제거한다. 시안화칼륨용액층의 색이 무색이 될 때까지 씻는 조작을 반복한다(주1). 물 5ml를 넣어 흔들어 씻은 다음 정치하여 물을 완전히 분리하여 버리고 사염화탄소층을 검액으로 한다.

따로 물 약 50ml를 취하여 시료의 시험방법에 따라 시험하고 바탕시험액으로 한다. 바탕시험액을 대조액으로 하여 건조여지로 여과하고 증장 10mm 흡수셀에 옮겨 520nm에서 검액의 흡광도를 측정하여 미리 작성한 검량선으로부터 납의 양을 구하고 함량(mg/kg)을 산출한다.

○검량선의 작성

납표준액(0.001mg/ml) 1~40ml를 단계적으로 취하여 물을 넣어 약 50ml로 한 다음 이하 시료의 시험방법에 따라 시험하여 납의 양과 흡광도와의 관계선을 작성한다.

주 (1) 시료에 다량의 비스무트(Bi)가 공존하면 시안화칼륨용액으로 수회 씻어도 무색이 되지 않는다. 이때에는 다음과 같이 납과 비스무트를 분리하여 시험한다. 추출하여 10~20ml로 한 사염화탄소층에 프탈산수소칼륨 완충액(pH 3.4) 20ml씩을 2회 역추출하고 전체수층을 합하여 분액깔때기에 옮긴다. 암모니아수(1+1)를 넣어 약알칼리성으로 하고 시안화칼륨 용액(5W/V%) 5ml 및 물을 넣어 약 100ml로 한 다음 이하 시료의 시험방법에 따라 추출조작부터 다시 시험한다.

3. 유도결합플라즈마발광광도법

3.1. 측정원리

납을 유도결합플라즈마발광광도법에 따라 정량하는 방법이다. 정량범위는 사용하는 장치 및 측정조건에 따라 다르지만 220.35nm에서 유효측정농도는 0.04~100µg/g이다.

3.2. 기구 및 기기

(가) 유도결합플라즈마발광광도분석장치

(나) 아르곤 가스 : 액화 또는 압축아르곤으로서 99.99V/V% 이상

3.3. 시료의 전처리

1.3 시료의 전처리에 따른다.

3.4. 시험방법

제 3장 제 3항 유도결합플라즈마발광광도법에 따라 220.35nm에서 검액의 발광강도를 측정하고 미리 작성한 검량선으로부터 납의 양을 구하여 함량(mg/kg)을 산출한다. 바탕시험을 행하여 보정한다.

○검량선의 작성

납 표준액(0.05mg Pb/ml) 0, 2, 10, 20ml를 정확히 취하여 100ml 용량플라스크에 넣고 질산(1+1) 2ml, 염산(1+1) 10ml 및 물을 넣어 표준을 채운 다음 이하 시료의 시험방법에 따라 시험하여 납의 농도와 발광광도와의 관계선을 작성한다.

## 제9항 아연

### 1. 원자흡광광도법

#### 1.1 측정원리

아연을 원자흡광광도법에 따라 정량하는 방법이다. 정량범위는 사용하는 장치 및 측정조건에 따라 다르지만 213.9 nm에서 0.05~2.0 mg/l 이고 표준편차율은 2~10%이다. 이 방법에 따라 시험할 경우 유효측정농도는 0.17 mg/kg이상으로 한다.

#### 1.2 기구 및 기기

##### (가) 원자흡광분석장치

(나) 램프 : 아연중공음극램프

(다) 가스 : 가연성가스(아세틸렌)

조연성가스(공기)

(라) 반응용기 : 250 ml용량의 둥근바닥플라스크(그림 1 참조)

(마) 환류냉각관 : 접합부가 불투명유리로 만들어진 일자형의 것. 유효길이는 냉각수와 접촉하는 내부면의 길이로 최소 200 mm 이상인 수냉식 냉각관으로 한다. 냉각관의 총 외부길이는 365 mm이상인 것으로 한다.(그림 1 참조)

(바) 흡수용기 : 비반송형(그림 2 참조)

#### 1.3 시료의 전처리

제3장 제1절 제2항 시료의 조제방법에 따라 조제한 시료를 분쇄하여 눈금 간격 0.15 mm의 표준체(100 메쉬)로 체걸음한 것을 분석용 시료로 한다. 시료 3 g을 0.001 g까지 정밀하게 취하여 250 ml 반응용기(그림 1)에 넣고 약 0.5~1 ml의 물로 시료를 적신 후 염산 21 ml를 첨가하면서 잘 섞

은 다음 질산 7 ml를 가하여 잘 저어준다. 이 때 거품의 발생을 줄이기 위해 필요하면 질산을 한 방울씩 떨어뜨린다. 흡수용기(그림 2)에 질산(0.5 M) 15 ml를 붓고 흡수용기와 환류냉각관을 반응용기에 연결시킨 후 상온에서 2시간 이상 정치 시켜 토양내의 유기물이 천천히 산화되도록 한다. 정치 후 반응혼합물의 온도를 서서히 올려 환류조건에 도달하도록 하고 2시간 동안 그 상태를 유지시킨다. 이 때 환류냉각되는 부분이 냉각관 높이의 1/3보다 낮은 부분에서 이루어지도록 확인하면서 분해시킨다. 분해가 끝나면 반응용기를 냉각시킨다. 흡수용기내의 내용물을 환류냉각관을 통하여 반응용기에 첨가하고 흡수용기와 환류냉각관을 질산(0.5 M) 10 ml로 씻어 반응용기에 넣는다.

반응용기를 정치시켜 대부분의 불용성 잔류물이 현탁액에서 침전되도록 한다. 상대적으로 고형분이 없는 상청액(上淸液)을 조심스럽게 Whatman No. 40 또는 이와 동등한 여과지로 100 ml 용량플라스크에 여과하고 물로 표선까지 채워 검액으로 사용한다.

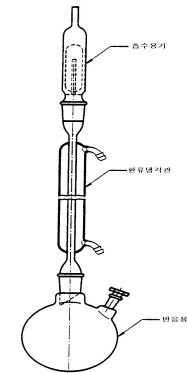


그림 1. 반응용기, 환류냉각관, 흡수용기의 조합

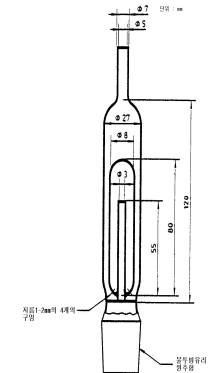


그림 2. 흡수용기

### 1.4 시험방법

제3장 제2절 제2항 원자흡광광도법에 따라 검액의 흡광도를 213.9 nm에서 측정하고 미리 작성한 검량선으로부터 아연의 농도를 구하고 함량(mg/kg)을 산출한다. 그리고 바탕시험을 하여 보정한다.

○ 계산

$$\text{아연 함량(mg/kg)} = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times f \times V}{W_d}$$

$\rho_1$  : 검량선에서 얻어진 분석시료의 아연 농도(mg/ℓ)

$\rho_0$  : 검량선에서 얻어진 바탕시험용액의 아연 농도(mg/ℓ)

f : 희석배수

V : 시료용기의 부피(여기서는 0.1 ℓ)

$W_d$  : 수분보정한 토양시료의 건조중량(kg)

○ 검량선의 작성

아연표준액(0.01 mg Zn/ml) 0.50~20 ml를 단계적으로 취하여 100 ml용량 플라스크에 넣는다. 각각의 플라스크에 염산 21 ml와 질산 7 ml를 넣고 물로 표선까지 채운 다음 시료의 시험방법에 따라 시험하여 아연의 농도와 흡광도와의 관계선을 작성한다.

## 2. 흡광광도법(진콘법)

### 2.1 측정원리

아연이온이 pH 9 정도에서 진콘(2-카르복시-2'-히드록시-5' 술포포마질-벤젠나트륨염)과 반응하여 생성하는 청색 킬레이트 화합물의 흡광도를 620 nm에서 측정하는 방법이다.

정량범위는 0.002~0.04 mg이고 표준편차율은 10~3%이다. 이 방법에 따

라 시험할 경우 유효측정농도는 0.67 mg/kg이상으로 한다.

### 2.2 기구 및 기기

광전광도계 또는 광전분광광도계

### 2.3 시료의 전처리

1.3.의 시료의 전처리방법에 따른다.

### 2.4 시험방법

전처리한 시료 적당량(아연으로서 0.04 mg 이하를 함유)을 100 ml의 비이커에 취하고 6 N 염산 또는 6 N 수산화나트륨용액을 한방울씩 떨어뜨려 pH 7 정도로 중화한 다음 50 ml 용량플라스크에 옮기고 물을 넣어 약 30 ml로 한다. \*아스코르빈산나트륨 0.5 g(주1), 1% 시안화칼륨용액 1 ml를 넣고 잘 흔들어 섞는다.

여기에 염화칼륨·수산화나트륨 완충액(pH 9.0) 5 ml, 진콘용액 3 ml, 포수클로랄용액(10 W/V %) 3 ml를 넣어 흔들어 섞고 물을 넣어 표선까지 채운 다음 30℃ 이하에서 2~5분간 방치하여(주2) 검액으로 한다. 따로 물 30 ml를 취하여 시료의 시험방법에 따라 시험하여 바탕시험액으로 한다. 바탕시험액을 대조액으로 하여 층장 10 mm 흡수셀에 옮겨 검액의 흡광도를 620 nm에서 측정하고 미리 작성한 검량선으로부터 아연의 양을 구하고 함량(mg/kg)을 산출한다

○ 검량선의 작성

아연표준액(0.002 mg Zn/ml) 1~20 ml를 단계적으로 취하여 50 ml 용량플라스크에 넣고 물을 넣어 약 30 ml로 한 다음 ★이하 시료의

시험방법에 따라 시험하여 아연의 양과 흡광도와의 관계선을 작성한다.

주 1) 2가 망간이 공존하지 않은 경우에는 넣지 않는다.

2) 발색은 온도 15~29℃, pH 8.8~9.2의 범위에서 잘 된다.

비고 1) 시료중에 시안화칼륨의 착화합물을 형성하지 않는 중금속이온이 공존하면 발색시에 혼탁하여 방해를 준다. 전처리한 시료 10 ml씩을 A, B 두 개의 100 ml 비이커에 취하여 A 비이커는 2.4 시험방법에 따라 시험하여 검액 I로 한다. B 비이커는 포수클로랄용액 3 ml대신에 물 3 ml를 넣고 2.4 시험방법에 따라 시험하여 검액 II로 한다. 따로 아연을 함유하지 않은 물을 취하여 시험방법에 따라 시험하여 바탕시험액으로 한다.

바탕시험액을 대조액으로 하여 층장 10 mm에 흡수셀에 옮겨 620 nm에서 검액 I 및 검액 II의 흡광도를 측정하여 검액 I의 흡광도와 검액 II의 흡광도와의 차로 보정 검액의 흡광도를 산출하여 아연의 양을 구하고 농도 (mg/kg)를 산출한다.

### 3. 유도결합플라스마발광광도법

#### 3.1. 측정원리

아연을 유도결합플라스마발광광도법에 따라 정량하는 방법이다. 정량범위는 사용하는 장치 및 측정조건에 따라 다르지만 213.86 nm에서 0.002~100 mg/l이다. 이 방법에 따라 시험할 경우 유효측정농도는 0.07 mg/kg이상으로 한다.

#### 3.2. 기구 및 기기

(가) 유도결합플라스마 발광광도분석장치

(나) 아르곤 가스 : 액화 또는 압축아르곤으로서 99.99 V/V% 이상

#### 3.3. 시료의 전처리

1.3의 시료의 전처리 방법에 따른다.

#### 3.4. 시험방법

제3장 제2절 제3항 유도결합플라스마발광광도법에 따라 검액의 발광강도를 213.86 nm에서 측정하고 미리 작성한 검량선으로부터 아연의 농도를 구하여 함량(mg/kg)을 산출한다. 그리고 바탕시험을 하여 보정한다.

○ 계산

$$\text{아연 함량(mg/kg)} = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times f \times V}{W_d}$$

$\rho_1$  : 검량선에서 얻어진 분석시료의 아연 농도(mg/l)

$\rho_0$  : 검량선에서 얻어진 바탕시험용액의 아연 농도(mg/l)

f : 희석배수

V : 시료용기의 부피(여기서는 0.1 l)

$W_d$  : 수분보정한 토양시료의 건조중량(kg)

○ 검량선의 작성

아연 표준액(0.05 mg Zn/l) 0, 2, 10, 20 ml를 정확히 취하여 100 ml용량 플라스크에 넣고 질산(1+1) 2 ml, 염산(1+1) 10 ml 및 물을 넣어 표선까지 채운 다음 시료의 시험방법에 따라 시험하여 아연의 농도와 발광강도와의 관계선을 작성한다.

## 제10항 니켈

### 1. 원자흡광광도법

#### 1.1 측정원리

니켈을 원자흡광광도법에 따라 정량하는 방법이다. 정량범위는 사용하는 장치 및 측정조건에 따라 다르지만 232.0 nm에서 0.30~6 mg/ℓ 이고, 표준편차율은 2~10%이다. 이 방법에 따라 시험할 경우 유효측정농도는 0.30 mg/kg 이상으로 한다.

#### 1.2 기구 및 기기

(가) 불꽃원자흡광분석장치

(나) 램프 : 니켈중공음극램프

(다) 가스 : 가연성가스(아세틸렌)  
조연성가스(공기)

(라) 반응용기 : 250 ml 용량의 둥근바닥플라스크(제 9 항 그림 1 참조)

(마) 환류냉각관 : 접합부가 불투명유리로 만들어진 일자형의 것. 유효길이는 냉각수와 접촉하는 내부면의 길이로 최소 200 mm 이상인 수냉식 냉각관으로 한다. 냉각관의 총 외부길이는 365 mm 이상인 것으로 한다(제 9 항 그림 1 참조)

(바) 흡수용기 : 비반송형(제 9 항 그림 2 참조)

#### 1.3 시료의 전처리

제 9 항 아연 1. 3 시료의 전처리에 따른다.

### 1.4 시험방법

제3장 제2절 제2항 원자흡광광도법에 따라 검액의 흡광도를 232.0 nm에서 측정하고 미리 작성한 검량선으로부터 니켈의 농도를 구하고 함량(mg/kg)을 산출한다. 그리고 바탕시험을 하여 보정한다.

○ 계산

$$\text{니켈 함량(mg/kg)} = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times f \times V}{W_d}$$

$\rho_1$  : 검량선에서 얻어진 분석시료의 니켈 농도(mg/ℓ)

$\rho_0$  : 검량선에서 얻어진 바탕시험용액의 니켈 농도(mg/ℓ)

f : 희석배수

V : 시료용기의 부피(여기서는 0.1 ℓ)

$W_d$  : 수분보정한 토양시료의 건조중량 (kg)

○ 검량선의 작성

니켈표준액(0.01 mg Ni/ml) 0.5~20 ml를 단계적으로 취하여 100 ml 용량 플라스크에 넣는다. 각각의 플라스크에 염산 21 ml와 질산 7 ml를 넣고 물로 표선까지 채운 다음 시료의 시험방법에 따라 시험하여 니켈의 농도와 흡광도와의 관계선을 작성한다.

### 2. 흡광광도법( 디메틸글리옥심법 )

#### 2.1 측정원리

니켈이온을 암모니아 약 알칼리성에서 디메틸글리옥심과 반응시켜 생성한 니켈착염을 클로로포름으로 추출하고 이것을 묽은 염산으로 역추출한다. 추출액에 브롬과 암모니아수를 넣어 니켈을 산화시키고 다시 암모니아 알칼리성에서 디메틸글리옥심과 반응시켜 생성한 적갈색 니켈착염의 흡광도

를 450 nm에서 측정하는 방법이다.

정량범위는 0.002~0.05 mg이고 표준편차율은 10~2%이다. 이 방법에 따라 시험할 경우 유효측정농도는 1.3 mg/kg이상으로 한다.

## 2.2 기구 및 기기

광전광도계 또는 광전분광광도계

## 2.3 시료의 전처리

제 9 항 아연 1. 3 시료의 전처리에 따른다.

## 2.4 시험방법

전처리한 시료 적당량(니켈로서 0.05 mg이하 함유)을 250 ml 분액깔때기에 넣고 구연산이암모늄용액(10 W/V %, DDTC-MIBK 시험용) 2 ml를 넣어 흔들어 섞고 지시약으로 페놀프탈레인 에틸알코올 용액(0.5 W/V %) 수 방울을 넣고 암모니아수(1+5)를 한방울씩 떨어뜨려 적색이 될 때까지 중화하고 암모니아수(1+5) 2~3방울을 더 넣는다. 다음에 디메틸글리옥심 에틸알코올용액(1 W/V %) 2ml, 클로로포름 10 ml를 넣고 1분간 세계 흔들어 섞고 정치하여 클로로포름 층을 분리하여 다른 50 ml 분액깔때기에 옮긴다. 수층에 클로로포름 5 ml씩을 넣어 추출을 2회 반복하고 전체 클로로포름층을 50 ml 분액깔때기에 합한다. 여기에 암모니아수(1+50) 10~20 ml를 넣고 30초간 세계 흔들어 섞고 정치하여 클로로포름층을 50 ml 분액깔때기에 옮긴다. 클로로포름층에 염산(1+20) 10 ml를 넣어 1분간 세계 흔들어 섞고 정치하여 클로로포름층을 분리한다. 클로로포름층을 다른 분액깔때기에 옮기고 다시 염산(1+20) 5 ml를 넣어 흔들어 섞고 정

치한 후 클로로포름층은 버린다.

역추출한 전체 염산층을 합하여 25 ml 메스플라스크에 옮긴 다음 \*브롬수(포화) 2 ml를 넣어 흔들어 섞고 1분간 방치한다. 여기에 암모니아수(1+1)를 한 방울씩 떨어뜨려 중화하고 암모니아수(1+1) 와 디메틸글리옥심수산나트륨용액(1 W/V %)을 각각 2 ml를 넣고 물로 표선까지 채우고 흔들어 섞은 다음 20 분간 방치하여 검액으로 한다. 따로 물 50 ml를 취하여 시료의 시험방법에 따라 시험하여 얻은 바탕시험액을 대조액으로 하여 층장 10 mm 흡수셀에 옮겨 검액의 흡광도를 450 nm에서 측정하고 미리 작성한 검량선으로 부터 니켈의 양을 구하고 함량(mg/kg)을 산출한다.

### ○ 검량선의 작성

니켈표준액( 0.005 mg Ni/ml ) 0.4~10 ml를 25 ml 용량플라스크에 단계적으로 취하여 물을 넣어 액량을 약 15 ml로 하고, ★이하의 시료 시험방법중 “브롬수( 포화 ) 2 ml를 넣어 흔들어 섞고.....”부터 따로 시험하여 니켈의 양과 흡광도와와의 관계선을 작성한다.

## 3. 유도결합플라σμα발광광도법

### 3.1 측정원리

니켈을 유도결합플라σμα발광광도법에 따라 정량하는 방법이다. 정량범위는 사용하는 장치 및 측정조건에 따라 다르지만 231.60 nm에서 0.015~50 mg/l이다. 이 방법에 따라 시험할 경우 유효측정농도는 0.50 mg/kg이상으로 한다.

### 3.2 기구 및 기기

(가) 유도결합플라σμα 발광광도분석장치

(나) 아르곤 가스 : 액화 또는 압축아르곤으로서 99.99 V/V % 이상

### 3.3 시료의 전처리

1.3의 시료의 전처리 방법에 따른다.

### 3.4 시험방법

제3장 제2절 제3항 유도결합플라즈마발광광도법에 따라 검액의 발광강도를 231.60 nm에서 측정하고 미리 작성한 검량선으로부터 니켈의 농도를 구하여 함량(mg/kg)을 산출한다. 그리고 바탕시험을 행하여 보정한다.

○ 계산

$$\text{니켈 함량(mg/kg)} = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times f \times V}{W_d}$$

$\rho_1$  : 검량선에서 얻어진 분석시료의 니켈 농도(mg/ℓ)

$\rho_0$  : 검량선에서 얻어진 바탕시험용액의 니켈 농도(mg/ℓ)

f : 희석배수

V : 시료용기의 부피(여기서는 0.1 ℓ)

$W_d$  : 수분보정한 토양시료의 건조중량 (kg)

○ 검량선의 작성

니켈 표준액(0.05 mg Ni/ℓ) 0, 2, 10, 20 ml를 정확히 취하여 100 ml 용량 플라스크에 넣고 질산(1+1) 2 ml, 염산(1+1) 10 ml 및 물을 넣어 표선까지 채운 다음 시료의 시험방법에 따라 시험하여 니켈의 농도와 발광강도와의 관계선을 작성한다.

### 제11항 비 소

#### 1. 원자흡광광도법

##### 1.1. 측정원리

염화제일주석으로 시료중의 비소를 3가비소로 환원한 다음 아연을 넣어 발생하는 비화수소를 통기하여 아르곤-수소 불꽃에서 원자화시켜 193.7nm에서 흡광도를 측정하고 비소를 정량하는 방법이다. 정량범위는 사용하는 장치 및 측정조건에 따라 다르나 193.7까지에서 0.005~0.5mg/ℓ이며, 표준편차율은 3~10%이다. 이 방법에 따라 시험할 경우 유효측정 농도는 0.005μg/g 이상으로 한다.

##### 1.2. 기구 및 기기

(가) 원자흡광분석장치

(나) 램프 : 비소중공음극램프

(다) 가스 : 운반가스(아르곤)

연소가스(아르곤-수소)

(라) 비화수소 발생장치 [그림 1]

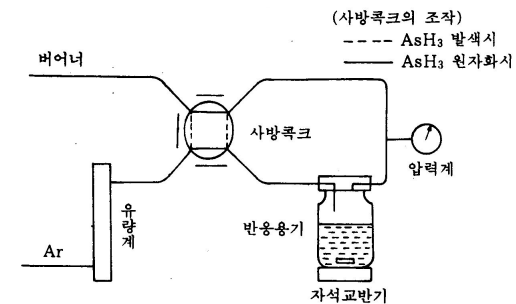


그림 1. 비화수소 발생장치

### 1.3. 시료의 전처리

제 3장 제 2항 시료의 조제방법에 따라 조제한 분석용 시료 10g을 정밀히 취하여 100ml 삼각플라스크에 넣고 염산용액(1N) 50ml를 넣어 항온수평 진탕기(100회 1분, 진폭 10cm)를 사용하여 30℃를 유지하면서 30분간 진탕한 다음 여과한다. 여액 중 비소함량이 0.1mg/ℓ 이상일 때는 염산용액(1N)으로 0.1mg/ℓ 이하가 되도록 희석한다.

### 1.4. 시험방법

전처리한 시료 적당량을 비화수소 발생장치의 반응용기에 옮기고 요드화 칼륨용액(20W/V%) 2ml, 염화제일주석용액(비소시험용) 2ml 및 염화제이 철용액(비소시험용) 1ml를 넣어 흔들어 섞고 약 15분간 방치하여 검액으로 한다. 비화수소발생장치를 원자흡광분석장치에 연결하고 전체흐름 내부에 있는 공기를 아르곤가스로 치환시킨 다음 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 아르곤가스를 흐르게 하고 비화수소를 아르곤-수소불꽃 중에 도입하여 193.7nm에서 흡광도를 측정하고 미리 작성한 검량선으로부터 비소의 양을 구하고 함량(mg/kg)을 산출한다. 바탕 시험을 행하여 보정한다.

#### ○ 검량선의 작성

비소표준액(0.0001mg As/ml) 1~10ml를 단계적으로 취하여 비이커에 넣고 염산(1+1) 4ml 및 물을 넣어 약 20ml로 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. 측정원리

시료중의 비소를 3가비소로 환원시킨 다음 아연을 넣어 발생하는 비화수소를 디에틸디티오카르바민산은의 피리딘 용액에 흡수시켜 이때 나타나는 적자색의 흡광도를 530nm에서 측정하는 방법이다. 정량범위는 0.002~0.01mg이고 표준편차율은 2~10%이다. 이 방법에 따라 시험할 경우 유효측정농도는 0.005μg/g 이상으로 한다.

### 2.2. 기구 및 기기

(가) 광전광도계 또는 광전분광광도계

(나) 비화수소 발생장치 [그림 2]

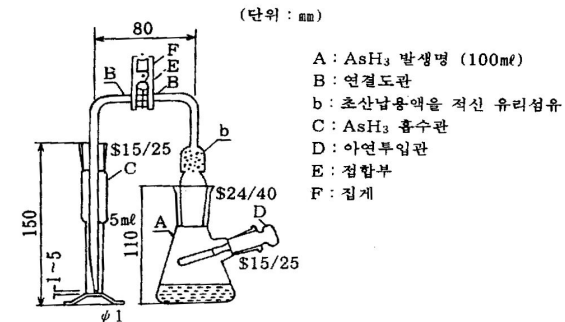


그림 2. 비화수소 발생장치

### 2.3. 시료의 전처리

1. 3 시료의 전처리에 따른다.

### 2.4. 시험방법

전처리한 시료 적당량(비소로써 1~10mg 또는 분해액으로 최대 40ml까지)을 100ml 비소 발생병에 취하고 증류수를 넣어 40ml로 한다(그림 4). 염산(1+1) 10ml, 15% 요오드화칼륨용액 2ml 및 15% 염화제일주석용액(비소시험용) 1ml 넣고 잘 흔들어준 후 약 15분간 방치한다. 흡수관(C)에 디에틸디티오카르바민산은 용액(0.5W/V%) 5ml를 정확히 넣고 유도관(B)에 초산납용액(10W/V%)을 흡윤시킨 유리섬유 또는 거즈를 끼운다. 발생병(A)에 입상아연 3g을 넣고 장치 ABDC를 연결한 다음 상온에서 45분간 반응시킨다. 반응이 끝나면 검액을 디에틸디티오카르바민산은 용액(0.5W/V%)을 대조액으로 하여 파장 530nm에서 검액의 흡광도를 측정하여 미리 작성한 검량선으로부터 비소의 양을 구하고 함량(mg/kg)을 산출한다.

#### ○ 검량선의 작성

비소표준액(0.003mg As/ml)을 0, 1, 2, 3, 4ml씩 단계적으로 취하여 물을 넣어 전량을 40ml로 한 다음 시험방법 중 염산(1+1) 10ml, 15% 요오드화칼륨용액 2ml..... 이하에 따라 시험하여 비소의 양과 흡광도와의 관계선을 작성한다. 검량선은 시험할 때마다 작성한다.

주 (1) 시료가 환원이 심하게 되었거나 불소를 다량 함유한 경우 디에틸디티오카르바민산은 피리딘용액의(0.5W/V%)액의 색이 흑화되는 경우가 있다. 이러한 시료는 1N 염산으로 침출여과한 다음 여액을 100ml비이커에 넣고 질산 10ml와 과염소산 10ml를 넣어 시계접시를 덮은 다음 모래열판위에서 4~5시간 가열분해한다. 미분해시에는 질산 5ml를 추가하여 넣고 분해가 끝나면 거의 건고될 때까지 가열한다. 여기에 증류수 약 20ml를 넣어 녹이고 100ml 비소발생병에 넣는다. 이하 시험방법에 따른다.

### 3. 유도결합플라스마발광광도법

#### 3.1. 측정원리

비소를 유도결합플라스마발광광도법에 따라 정량하는 방법이다. 정량범위는 사용하는 장치 및 측정조건에 따라 다르지만 193.70nm에서 유효측정농도는 0.05~100 $\mu$ g/g이다.

#### 3.2. 기구 및 기기

(가) 유도결합플라스마발광광도분석장치

(나) 아르곤 가스 : 액화 또는 압축아르곤으로서 99.99V/V% 이상

#### 3.3. 시료의 전처리

1. 3 시료의 전처리에 따른다.

#### 3.4. 시험방법

제 3장 제 3항 유도결합플라스마발광광도법에 따라 193.70nm에서 검액의 발광강도를 측정하고 미리 작성한 검량선으로부터 비소의 양을 구하여 함량(mg/kg)을 산출한다. 바탕시험을 행하여 보정한다.

#### ○ 검량선의 작성

비소 표준액(0.05mg As/l) 0, 2, 10, 20ml를 정확히 취하여 100ml 용량플라스크에 넣고 질산(1+1) 2ml, 염산(1+1) 10ml 및 물을 넣어 표준을 채운 다음 이하 시료의 시험방법에 따라 시험하여 비소의 농도와 발광광도와의 관계선을 작성한다.

## 제12항 수 은

### 1. 원자흡광광도법(환원기화법)

#### 1.1. 측정원리

시료에 염화제일주석을 넣어 금속수은으로 환원시킨 다음 이 용액에 통기하여 발생하는 수은증기를 원자흡광광도법에 따라 정량하는 방법이다. 정량범위는 사용하는 장치 및 측정조건에 따라 다르나 253.7nm에서 0.0005~0.01mg/l이고 표준편차율은 4~20%이다. 이 방법에 따라 시험할 경우 유효측정농도는 0.0005 $\mu$ g/g 이상이다.

#### 1.2. 기구 및 기기

- (가) 원자흡광분석장치 : 석영제 흡수셀이 부착된 것
- (나) 램프 : 수은 증공음극램프
- (다) 수은 환원기화 장치 (그림 1)

#### 1.3. 시료의 전처리

제 3장 제 2항 시료의 조제방법에 따라 조제한 분석용 시료 2~10g(수은으로 0.002mg 이하 함유)을 환류냉각기를 부착한 500ml 환저플라스크에 넣고 질산 50ml를 서서히 가하면서 석면위에서 가열하여 플라스크내에 갈색의 연기가 발생하지 않을 때까지 가열한다. 플라스크내의 용액이 무색 또는 담황색으로 액이 맑아지지 않을 때는 질산을 가하여 액의 색이 맑아질 때까지 가열을 계속한다. 실온으로 냉각하고 요소용액(10W/V%) 10ml를 가하여 환류냉각기를 부착하고 끓는 상태에서 10분간 가열한다. 다시 실온으로 냉각하고 과망간산칼륨용액(10W/V%) 10ml를 넣어 흔들어 섞고 약 15분간 방치한다. 자홍색 색깔이 없어지면 과망간산칼륨용액을 2ml씩

추가하여 약 15분간 색이 지속될 때까지 반복한 후 20분간 가열한다. 액의 색이 없어지면 과망간산칼륨용액 10ml를 가하고 다시 20분간 가열하여 다시 색이 없어지면 2회까지 동일조작을 반복한다. 실온으로 냉각하고 액이 무색으로 맑아질 때까지 20% 염산히드록실아민용액을 가한 후 환류냉각기를 증류수로 씻어 그 세척액을 합하여 여과지(No. 5A 또는 이하 동등한 여지)로 여과한다. 여기에 물을 가하여 정확히 250ml로 하여 시험용액으로 한다.

#### 1.4. 시험방법

전처리한 시료(주1) 전량을 그림1의 환원용기에 옮기고 환원기화 장치와 원자흡광분석장치를 연결한 다음 환원용기에 염화제일주석 용액(수은 시험용) 10ml를 넣고 송기펌프를 작동시켜 발생한 수은증기를 흡수셀로 보낸다(주2) 253.7nm에서 흡광도가 상승하여 일정할 때의 값을 측정하고 미리 작성한 검량선으로부터 수은의 양을 구하여 함량(mg/kg)을 산출한다. 바탕시험을 행하여 보정한다. 시료의 측정이 끝나면 배기콕크를 열고 과망간산칼륨을 함유한 황산(1+4)이 들어있는 세척병을 통과시켜 대기 중에 방출한다.

##### ○검량선의 작성

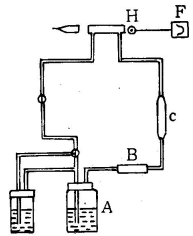
수은표준액(0.0001mg Hg/ml) 0~25ml를 단계적으로 취하여 환원용기에 넣고 황산(1+1) 20ml와 물을 넣어 약 250ml로 한 다음 이하 시료의 시험방법에 따라 시험하고 수은의 농도와 흡광도와와의 관계선을 작성한다.

주 (1) 유기물 및 기타 방해물질을 함유하지 않는 시료는 시료의 전처리를 생략하고 시료를 직접 환원용기에 넣고 황산(1+1) 20ml와 물을 넣어 약 250ml로 한 다음 시료의 시험방법에 따라 시험한다.

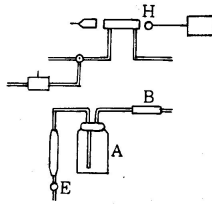
(2) 환원기화 장치가 개방식인 경우에는 염화제일주석용액을 넣은 다음 밀폐하여 약2분간 세계 흔들어 섞고 펌프의 작동과 동시에 콕크를 열어 수은증기를 흡수셀에 보낸다. 이때에는 흡광도 대신 피이크의 높이 또는 면적을 측정하여 계산한다.

비고(1) 시료 중 염화물이온이 다량 함유된 경우에는 산화조작시 유리염소를 발생하여 253.7nm에서 흡광도를 나타낸다. 이때에는 염산히드록실아민용액을 과잉으로 넣어 유리염소를 환원시키고 용기 중에 잔류하는 염소는 질소가스를 통기시켜 축출한다.

(2) 벤젠, 아세톤 등 휘발성 유기물질도 253.7nm에서 흡광도를 나타낸다. 이때에는 과망간산칼륨 분해후 핵산으로 이들 물질을 추출 분리한 다음 시험한다.



<밀폐식 환원기화장치>



<개방식 환원기화장치>

- A : 환원용기(300~350ml의 유리병)
- B : 건조관(입상의 과염소산 마그네슘 또는 염화칼슘으로 충전한 것)
- C : 유량계(0.5~5.1/min의 유량측정이 가능한 것)
- D : 흡수셀(길이 10~30cm 석영제)
- E : 송기펌프(0.5~3.1/min의 송기능력이 있는 것)
- F : 기록계
- G : 수은증공음극램프
- H : 측정부
- I : 세척병(또는 수은제거장치)

그림 1. 수은 환원기화장치의 구성

## 2. 흡광광도법(디티존법)

### 2.1. 측정원리

수은을 황산산성에서 디티존사염화탄소로 일차 추출하고 브롬화칼륨 존재하에 황산 산성에서 역추출하여 방해성분과 분리한 다음 알칼리성에서 디티존사염화탄소로 수은을 추출하여 490nm에서 흡광도를 측정하는 방법이다. 정량범위는 0.001~0.025mg 이고 표준편차율은 3~10%이다.

### 2.2. 기구 및 기기

광전광도계 또는 광전분광광도계

### 2.3. 시료의 전처리

1. 3 시료의 전처리에 따른다.

### 2.4. 시험방법

전처리한 시료를 분액깔때기에 옮기고 디티존사염화탄소용액(0.005W/V%) 20ml를 넣어 약 2분간 세계 흔들어 섞고 정치하여 사염화탄소층을 분리한다. 다시 수층에 디티존사염화탄소(0.005W/V%) 20ml씩을 넣고 2회이상 반복추출하여 사염화탄소층을 합한다. 사염화탄소층을 0.25N 황산용액 50ml로 씻어주고 사염화탄소층을 다른 분액깔때기에 옮겨 새로운 0.25N 황산용액 50ml와 브롬화칼륨용액(40W/V%) 10ml를 넣고 세계 흔들어 섞은 다음 정치하여 사염화탄소층을 분리하여 버린다. 수층을 정제 사염화탄소 소량으로 씻어주고 수층에 인산-탄산염 완충액(수은 시험용) 20ml와 디티존 사염화탄소용액(0.001W/V%) 10ml를 넣고 세계 흔들어 섞은 다음 정치하여 사염화탄소층을 분리한다. 사염화탄소층을 건조여지로 여과하여

수분을 제거하고 층장 10mm 흡수셀에 옮겨 검액으로 한다. 따로 시료와 같은 양의 물을 비이커에 취하여 시료의 전처리 및 시험방법에 따라 시험하여 바탕시험액으로 한다. 바탕시험액을 대조액으로 하여 490nm에서 검액의 흡광도를 측정하고 미리 작성한 검량선으로부터 수은의 양을 구하여 함량(mg/kg)을 산출한다.

○검량선의 작성

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

제13항 유 기 인

1. 가스크로마토그래프법

1.1. 측정원리

이 방법은 유기인 화합물 중 이피엔, 파라티온, 메틸디메톤, 다이아지논 및 펜토에이트의 측정에 적용된다. 유기화합물은 가스크로마토그래피법에 따라 확인 정량하는 방법으로서 크로마토그램을 작성하여 나타난 피이크의 머무름시간에 따라 각 성분을 확인하고 피이크의 높이 또는 면적을 측정하여 유기인을 정량한다. 정량범위는 사용하는 장치 및 측정조건에 따라 다르나 각 성분당 0.001~0.02 $\mu$ g이며, 표준편차율은 5~10%이다. 이 방법에 따라 시험할 경우 유효측정농도는 0.0005 $\mu$ g/g 이상으로 한다.

1.2. 기구 및 기기

(가) 가스크로마토그래프

- (1) 검출기 : 염광광도형 검출기(Flame Photometric Detector : FPD) 또는 질소인 검출기(Nitrogen/Phosphorous Detector : NPD)
- (2) 컬럼 : 유리제, 안지름 3~4mm, 길이 0.5~2m
- (3) 칼럼충전제 (주 1)
  - ㉔ 고정상 담체
    - ① 크로마토그래프용 크로모솔브W(AW-DMSC : 60~80mesh)
    - ② 크로마토그래프용 크로모솔브G(DMCS : 60~80mesh)
    - ③ 크로마토그래프용 가스크롬Q(60~80mesh)
  - ㉔ 고정상 액체
    - ① 가스크로마토그래프용 10% 실리콘 DC-200
    - ② 가스크로마토그래프용 10% 실리콘 DC, QF-1
    - ③ 가스크로마토그래프용 0.5% 실리콘 OV-225
    - ④ 가스크로마토그래프용 10% 실리콘 DC-200+15% 실리콘 DC, QF-1
    - ⑤ 가스크로마토그래프용 1.5% 실리콘 OV-17
- (4) 온 도
  - ㉔ 칼럼온도 : 130~230 $^{\circ}$ C
  - ㉔ 시료주입구 온도 : 170~250 $^{\circ}$ C
  - ㉔ 검출기 온도 : 170~250 $^{\circ}$ C
- (5) 운반가스
 

질소 또는 헬륨(99.9% 이상)을 사용하여 유기인 화합물이 3~30분간에 유출될 수 있도록 유량을 조절한다.
- (나) 농축장치
 

구데르나다니쉬형 농축기(K.D. 농축기) [그림 1] 또는 회전증발 농축기

(다) 정제용 칼럼

다음중 한 종류를 선택하여 사용한다.

(1) 규산 칼럼 [그림 2]

크로마토그래프용 이산화규소 0.5g, 정제규조토 0.5g을 서로 섞고 니트로메탄 0.5ml를 넣어 잘 섞은 다음 노말헥산전개액 10ml를 넣어 혼합한다. 관의 밑바닥에 헥산으로 습윤시킨 탈지면 또는 유리섬유를 깔고 그 위에 혼합물을 흘려 넣는다. 소량의 헥산으로 관의 내벽을 씻어 주고 하부의 콕크를 열어 노말헥산을 유출시킨다. 혼합물이 침착하여 안정화되고 노말헥산의 액면이 혼합물의 상단에 이르면 콕크를 닫는다.

(2) 플로리실 칼럼

안지름 10mm, 길이 300mm의 유리관 하부에 콕크를 부착한 것으로 밑바닥에 탈지면 또는 유리섬유를 깔고 크로마토그래피용 노말헥산 10ml로 관의 내부를 씻어준 다음 노말헥산이 탈지면 또는 유리섬유의 위까지 잠기도록 한다. 플로리실(입경 147~246 $\mu$ m, 130 $^{\circ}$ C 3시간 건조 후 데시케이터에서 30분간 방냉한 것) 3g을 비이커에 넣고 크로마토그래프용 노말헥산 10ml를 넣어 유리병으로 저으면서 기포를 제거한 다음 크로마토그래프용 노말헥산과 함께 유리관에 충전한다. 플로리실 층이 안정화되면 그 위에 크로마토그래프용 무수황산나트륨 1g을 넣고 소량의 크로마토그래프용 노말헥산으로 관의 내벽을 씻어준 다음 하부의 콕크를 열어 헥산이 무수황산나트륨의 상단에 이를 때까지 유출시킨다.

(3) 활성탄 칼럼

안지름 15mm, 길이 300mm의 유리관 하부에 콕크를 부착한 것으로 바

닥에 탈지면 또는 유리섬유를 끼우거나 유리여과판으로 된 관에 다르코 G-60(Darco G-60) 미결정 셀루오로스 분말(1+10) 5g을 비이커에 넣고 크로마토그래프용 아세톤으로 잘 섞어서 충전한다. 콕크를 열어 충전제 상단까지 아세톤을 유출시키고 크로마토그래프용 무수황산나트륨 3g을 넣는다. 아세톤 약 10ml로 크로마토그래프용 칼럼 내벽에 묻은 무수황산나트륨을 씻어 아래로 떨어뜨리고 콕크를 열어 아세톤이 무수황산나트륨의 상단에 이를 때까지 유출시킨다.

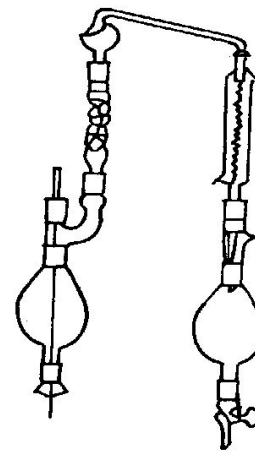


그림 1. 구테르나다니쉬 농축기

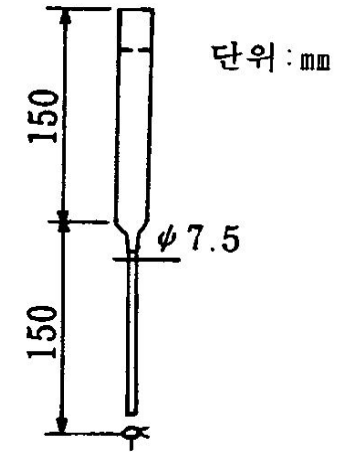


그림 2. 규산컬럼

1.3. 시료의 전처리

(가) 추출

생토 시료 20g을 100ml 원심분리관에 넣고 염산용액(1N) 10ml를 가하여 잘 혼합하여 섞고 다시 크로마토그래프용 노말헥산 40ml를 가하

여 10분간 격렬히 진탕하고 이것을 원심분리한 후 헥산층을 분액깔때기에 옮긴다. 다시 노말헥산 40ml를 원심분리관에 가하고 위와 동일한 방법으로 조작하여 얻어진 헥산층을 250ml 분액깔때기에 합한다. 헥산층을 크로마토그래프용 증류수로 20ml 씩 2회 이상 씻어주고 소량의 크로마토그래프용 무수황산나트륨으로 탈수한 다음 탈지면 또는 건조여지로 여과하여 농축기의 플라스크에 옮긴다. 분액깔때기와 무수황산나트륨을 소량의 크로마토그래프용 노말헥산으로 씻은 다음 위에서 사용한 여과장치로 여과하여 농축기의 플라스크에 합한다. K.D 농축기 또는 회전증발농축기를 40℃이하 감압상태에서 작동하여 헥산층의 대부분을 휘산시키고 실온에서 조용히 공기(또는 질소)를 송기하여 잔류 헥산층을 모두 휘산시킨다.

## (2) 정 제

추출조작에서 얻은 잔류물을 유기인정제용 칼럼용출액(이하 용출액이라 함) 2ml를 넣어 녹인다(주 2). 이 액을 피펫으로 흡입하여 조용히 칼럼의 상부에 넣고 용출액 2ml로 농축기의 플라스크를 씻어서 같은 방법으로 칼럼의 상부에 넣는다. 칼럼하부의 콕크를 열고 액면이 무수황산나트륨의 상단에 이를 때까지 유출시켜 10ml 메스실린더에 받는다. 다음에 용출액 70ml를 칼럼에 조용히 넣어 콕크를 열고 매초 한방울의 속도로 유출시켜 수기의 액량이 5ml가 되면 버리고 다른 100ml 메스실린더에 유출액 70ml를 받는다. 유출액을 농축기에 옮기고 추출조작에서와 같은 방법으로 농축하여 용출액을 모두 휘산시킨다. 잔류물에 크로마토그래프용 아세톤 10ml를 정확히 넣어 녹이고 검액으로 한다.

## 1.4. 시험방법

검액 일정량(2~10 $\mu$ l)을 마이크로실린지를 사용하여 가스크로마토그래프에 주입하고 크로마토그램을 기록한다. 각 성분별 머무름시간(Retention time)에 해당하는 피이크로부터 피이크 높이 또는 면적을 측정하여 미리 작성한 검량선으로부터 각 성분별 양을 구하고 함량(mg/kg)을 산출한다. 결과는 각 성분별 농도를 합산하여 유기인으로 표시한다.

### ○ 검량선의 작성

유기인의 성분별 표준액

(가) 이피엔 표준액(0.005mg/ml)

(나) 파라티온 표준액(0.005mg/ml)

(다) 메틸디메톤 표준액(0.005mg/ml)

(라) 다이아지논 표준액(0.005mg/ml)

(마) 펜토에이트 표준액(0.005mg/ml)

0.5~10ml를 단계적으로 취하여 10ml 용량 플라스크에 넣고 크로마토그래프용 아세톤을 넣어 표선을 채운다음 일정량(2~10 $\mu$ l)을 마이크로실린지를 사용하여 가스크로마토그래프에 주입하고 크로마토그램을 작성하여 각 성분의 양과 피이크의 높이 또는 면적과의 관계선을 작성한다.

주 (1) 칼럼충전제는 2종이상을 사용하여 크로마토그램을 작성하며, 2종이상에서 모두 확인된 성분에 한하여 정량을 한다.

(2) 방해물질을 함유하지 않은 시료일 경우에는 정제조작을 생략하고 추출조작에서 얻어진 잔류물을 유기인 정제용컬럼 용출액 일정량으로 녹여서 검액으로 한다.

비고(1) 검출기는 염광광도형검출기 대신에 알칼리열이온형검출기 또는 전자포획형 검출기를 사용할 수 있다.

(2) 노말헥산으로 추출할 경우 메틸디메톤의 추출율이 낮아질 수도 있다. 이때에는 헥산 대신 디클로로메탄과 헥산의 혼액(15:85)을 사용한다.

## 제14항 폴리클로리네이티드비페닐(PCB)

### 1. 가스크로마토그래프법

#### 1.1. 측정원리

PCB를 헥산으로 추출하여 알칼리 분해한 다음 다시 추출하고 실리카겔 또는 플로리실겔럼을 통과시켜 정제한다. 이 액을 농축시켜 가스크로마토그래피에 주입하고 크로마토그램을 작성하여 나타난 피크의 형태에 따라 PCB를 확인하고 정량하는 방법이다. 이 방법에 따라 시험할 경우 유효 측정농도는  $0.0005\mu\text{g/g}$  이상으로 한다.

#### 1.2. 기구 및 기기

##### (가) 가스크로마토그래프

##### (1) 검출기

전자포획형검출기(Electron Capture Detector:ECD) 또는 전해전도 검출기(Hall Electrolytic Conductivity Detector : HECD)

##### (2) 컬럼

유리제, 안지름 2~4mm, 길이 1~2m

##### (3) 칼럼충전제

크로마토그래프용 크로모솔브 W(PCB 시험용) 또는 이와 동등한 규격의 충전제에 가스크로마토그래프용 OV-17, SE-30, OV-1, QF-1, DEGS등을 0.5~5% 침윤시킨 것

##### (4) 온도

㉠ 칼럼온도 :  $180\sim 250^{\circ}\text{C}$  ( $^3\text{H}$ 의 경우  $220^{\circ}\text{C}$  이하)

㉡ 시료주입구 온도 :  $200\sim 250^{\circ}\text{C}$

㉢ 검출기 온도 :  $200\sim 250^{\circ}\text{C}$  ( $^3\text{H}$ 의 경우  $220^{\circ}\text{C}$  이하)

(5) 운반가스 : 질소 또는 헬륨(99.9% 이상), 유속  $30\sim 100\text{ml}/\text{분}$

(나) 농축장치 : 구테르나데니쉬 농축기(K. D. 농축기)

(다) 실리카겔 칼럼

안지름 10mm, 길이 300mm의 유리관 하부에 콕크를 부착한 것으로 밑바닥에 탈지면 또는 유리섬유를 깔고 크로마토그래프용 노말헥산을 넣어 위까지 잠기도록 한다. 크로마토그래프용 실리카겔 4g을 크로마토그래프용 노말헥산 10ml를 넣어 유리봉으로 저으면서 기포를 제거하고 관의 상부로부터 충전한다. 크로마토그래프용 노말헥산을 넣어 관의 내벽을 씻고 실리카겔층을 안정화시킨 다음 크로마토그래프용 무수황산나트륨 1g을 넣어 실리카겔층의 위를 덮는다. 다시 크로마토그래프용 노말헥산 소량으로 피펫을 사용하여 관의 내벽을 씻고 콕크를 열어 헥산층이 무수황산나트륨의 상단에 이를 때까지 유하시킨다.

○ 실리카겔 칼럼의 PCB 용출실험

PCB(3염소) 표준액과 PCB(6염소) 표준액의 크로마토그래프용 노말헥산용액(0.001W/V%)을 2:1의 용량비로 섞은 혼액 2ml를 칼럼에 조용히 넣고 콕크를 열어 액면이 무수황산나트륨의 상단에 이르도록 조절한다. 크로마토그래프용 노말헥산 2ml로 칼럼의 내벽을 씻어준 다음 콕크를 열어 액면을 조절하고 칼럼의 상부에 크로마토그래프용 노말헥산 500ml를 넣은 분액깔때기를 연결하여 칼럼과 분액깔때기의 콕크를 열고 매초 한방울의 속도로 유출시킨다. 유출액을 10ml 단위로 시험관에 분취하여 각각 순서에 따라  $5\sim 10\mu\text{l}$ 씩 가스크로마토그래프에 주입하고 크로마토그램을 작성하여 PCB의 유출시점과 종료점을 확인한다.

### 1.3. 시료의 전처리

#### (가) 추출 및 알칼리 분해

생토 시료 30~100g을 200ml 분해플라스크에 넣고 수산화칼륨·에틸알코올용액(1M) 100ml를 넣어 환류냉각기를 부착하고 수욕상에서 1시간 정도 끓인 다음 50℃까지 냉각한다. 크로마토그래프용 노말헥산 50ml를 넣어 잘 혼합하여 실온까지 냉각한다. 분해플라스크내의 용액을 여지를 통해 200ml 분액깔대기에 옮기고, 분해플라스크내의 잔류물을 노말헥산 20ml로 2회 씻어서 씻은 액을 분액깔때기에 합하고 물 25ml를 넣어 수초간 세게 흔들어 섞고 정치한다. 수층을 분리하여 다른 분액깔때기에 넣고 여기에 크로마토그래프용 노말헥산 50ml를 넣어 흔들어 섞은 다음 헥산층을 분리하여 위의 헥산층에 합한다. 헥산층에 물 100ml씩을 넣어 3회 반복 세게 흔들어 섞어서 씻어주고 헥산층을 분리한다. 헥산층을 크로마토그래프용 무수황산나트륨 10g을 충전시킨 분리관에 유출시켜 유출액을 K.D 농축기 또는 회전증발 농축기를 사용하여 수욕상에서 약 1ml가 될 때까지 농축한다.

#### (나) 정 제

알칼리 분해조작에서 얻어진 농축액을 실리카겔 칼럼의 상부에 조용히 옮기고 콕크를 열어 액면이 무수황산나트륨의 상단에 이르도록 한 다음 크로마토그래프용 노말헥산 2ml씩으로 플라스크 및 칼럼의 내벽을 수회 씻어서 넣고 칼럼의 상부에 크로마토그래프용 노말헥산 500ml를 넣은 분액깔때기를 연결하여 칼럼과 분액깔때기의 콕크를 열고 매초 한방울의 속도로 유출시킨다. 유출액은 실리카겔칼럼 용출실험에서 얻어진 PCB의 유출범위량까지 받아 농축기의 플라스크에 옮기고 수욕상에서 액량이 5ml 이하가 될때까지 농축한다. 방냉한 다음 크로마토

그래프용 노말헥산을 넣어 정확히 5ml로 하여 검액으로 한다.

### 1.4. 시험방법

#### (가) 확인시험

전처리에서 얻어진 검액 1~2 $\mu$ l를 마이크로시린지를 사용하여 가스 크로마토그래프에 주입하고 크로마토그램을 작성하여 같은 조건에서 작성된 각 PCB 표준액의 크로마토그램과 비교한다. 크로마토그램상에 나타난 피이크의 형태가 서로 비슷하면 시료 중에 PCB가 함유되어 있음을 알 수 있는데 이때에는 2종류 이상의 다른 칼럼을 사용하여 다시 크로마토그램을 작성하고 재확인한다.

#### (나) 정량시험

확인시험에서 가장 분리능이 좋은 칼럼을 사용하여 검액(1~2 $\mu$ l)에 대한 크로마토그램을 작성하고 PCB 표준액과 같은 위치에 상당하는 전체 피이크의 높이 또는 면적의 합을 측정하여 미리 작성한 검량선으로부터 검액 중의 PCB양을 구하고 함량(mg/kg)을 산출한다.

##### ○ 검량선의 작성

확인시험에서 나타난 검액의 크로마토그램과 비슷한 형태의 PCB 표준액(0.001mg PCB/ml) 또는 PCB 혼합표준액을 가스 크로마토그래프의 검출감도에 따라 단계적으로 취하여 크로마토그래프용 노말헥산을 넣어 적당한 농도로 희석한 다음 시료와 같은 조건에서 크로마토그램을 작성하고 전체 피이크의 높이 또는 면적의 합과 PCB양과의 관계선을 작성한다.

비고 (1) 알칼리 분해를 하여도 헥산층에 유분이 존재할 경우에는 실리카겔 칼럼으로 정제조작을 하기 전에 다음과 같이 플로리실 칼럼을 통과시켜 유분을

분리한다. 20x400mm의 유리컬럼에 크로마토그래프용 플로리실 20g을 크로마토그래프용 헥산에 침적시켜 충전하고 상부에 크로마토그래프용 무수황산나트륨을 넣고 소량의 헥산으로 안정화시킨다. 알칼리 분해하여 얻은 헥산 농축액을 플로리실 컬럼에 조용히 떨어뜨려 액이 무수황산나트륨층까지 내려가도록 콕크를 열어 매초 2방울 속도로 유출시킨다. 계속해서 15% 에틸에테르함유 헥산 250ml를 유출시켜 유출액을 받아 농축기의 플라스크에 넣고 수욕상에서 액량이 5ml가 될 때까지 농축시킨 다음 이 농축액을 실리카겔 컬럼에 넣어 정제조작을 한다.

### 제15항 페놀류

#### 1. 가스크로마토그래피법

##### 1.1. 측정원리

이 방법은 페놀화합물중 페놀 및 펜타클로로페놀의 측정에 이용된다. 페놀화합물을 아세톤/노말헥산(1:1)로 추출하여 가스크로마토그래피법으로 정량하는 방법이다. 이 방법에 따라 시험할 경우 불꽃이온화검출기에 검출되는 유효측정농도는 페놀이 0.014 mg/kg, 펜타클로로페놀이 0.74 mg/kg 이다.

##### 1.2. 기구 및 기기

###### (가) 가스크로마토그래프

- (1) 검출기 : 불꽃이온화검출기(Flame Ionization Detector : FID)
- (2) 컬럼 : 유리제, 안지름 2mm, 길이 1.8m
- (3) 컬럼충전제 : 크로마토그래프용 Supelcoport(80/100메쉬) 또는 이와

동등한 규격의 충전제에 가스크로마토그래프용 1% SP-1240.DA를 침윤시킨 것

###### (4) 온도

㉔ 컬럼온도 : 80℃~150℃(분당 8℃ 상승)

㉕ 운반가스 : 질소

유속 30ml/분

###### (나) 농축장치

구데르나다니쉬형 농축기(K. D. 농축기)

###### (다) 정제용컬럼

###### (라) 수욕조

###### (마) 속시렛추출장치

##### 1.3. 시료의 전처리

###### (가) 추출

생토시료 10g과 무수황산나트륨 10g을 잘 혼합하여 원통형 추출용기에 잘 혼합하여 넣고 수분이 많은 시료의 경우 시료추출동안 물이 흐르지 않도록 무수황산나트륨을 충분량 첨가한다. 아세톤/노말헥산(1:1, V/V) 300ml를 1~2개의 비등석을 넣은 500ml 환저플라스크에 넣고 플라스크를 추출장치에 부착한 후 시간당 4~6사이클을 유지하면서 16~24시간 시료를 추출한다. 추출이 완료된 후 방냉한다.

###### (나) 농축

추출액을 무수황산나트륨을 10cm 높이로 간 컬럼을 통과시키고 수분을 제거한다. 추출여액을 K. D. 농축기에 넣고 추출플라스크와 무수황산나트륨컬럼을 아세톤/노말헥산(1:1, V/V) 100~125ml로 씻어

K. D. 농축기에 합한다. 플라스크에 1~2개의 비등석을 넣고 three-ball 스나이드칼럼을 부착하고 칼럼 위에서 1ml의 메틸렌클로라이드를 첨가하여 스나이드칼럼을 미리 적신다. 수욕조(60~65℃)에 K. D. 장치를 설치하고 농축관이 열수에 일부 닿도록 한다. 장치는 수직으로 놓고 물의 온도는 10~20분안에 농축될 수 있도록 조절한다. 잔류물량이 1~2ml가 되도록 농축한 후 K. D. 장치를 분리하고 10분간 냉각한다.

스나이드칼럼을 제거하고 2-프로판올 약 50ml와 비등석 1개를 첨가한 후 스나이드칼럼을 부착하고 칼럼위에서 1ml의 메틸렌클로라이드를 첨가하여 스나이드칼럼을 미리 적신다. 수욕조(60~65℃)에 K. D. 장치를 설치하고 농축관이 열수에 일부 닿도록 한다. 장치는 수직으로 놓고 물의 온도는 10~20분안에 농축될 수 있도록 조절한다. 잔류물량이 1~2ml가 되도록 농축한 후 K. D. 장치를 분리하고 10분간 냉각한다. 스나이드칼럼을 제거하고 플라스크, 조인트를 2-프로판올 1~2ml로 씻어 농축관에 넣는다. 농축관을 따뜻한 수욕조(35℃)에 고정시키고, 질소가스를 이용하여 용매의 양이 1.0ml 되도록 날려 보내고 분석용 시료로 한다. 곧바로 분석하지 못할 경우 0~4℃에서 보관하여야 하며, 2일 이상 이후에 분석할 경우 테프론으로 봉한 뚜껑이 있는 병에 보관하여야 한다.

#### 1.4. 시험방법

검액 일정량(2~5 $\mu$ l)를 가스크로마토그래프에 주입하고 크로마토그램을 기록한다. 성분별 머무름시간에 해당되는 피이크로부터 피이크 높이 또는 면적을 측정하여 미리 작성한 검량선으로부터 각 성분별 양을 구하고 함량

(mg/kg)을 산출한다. 결과는 각 성분별 농도를 합산하여 페놀류로 표시한다.

○ 검량선의 작성

페놀류의 성분별 표준용액

(가) 페놀(10 $\mu$ g/ml)

(나) 펜타클로로페놀(10 $\mu$ g/ml)

시린지로 표준용액 0~5ml를 단계적으로 취하여 10ml 용량 플라스크에 넣고 2-프로판올을 넣어 표선까지 채운 다음 일정량(2~10 $\mu$ l)을 마이크로시린지를 사용하여 가스크로마토그래프에 주입하고 크로마토그램을 작성하여 각 성분의 양과 피이크의 높이 또는 면적과의 관계선을 작성한다.

### 제16항 트리클로로에틸렌·테트라클로로에틸렌(TCE·PCE)

#### 1.1 측정원리

시료중의 트리클로로에틸렌, 테트라클로로에틸렌을 메틸알코올로 추출하여 얻어진 검액을 가스크로마토그래프 또는 질량분석계에 부착된 퍼지트랩에 주입하거나 가스크로마토그래프 또는 질량분석계에 직접주입하여 이들 물질을 각각 정량하는 방법이다. 이 방법에 따라 시험할 경우 트리클로로에틸렌과 테트라클로로에틸렌의 유효측정농도는 0.1 mg/kg이상으로 한다.

#### 1.2 기구 및 기기

(가) 가스크로마토그래프

(1) 검출기 : 전자포획형검출기(Electron Capture Detector : ECD)

- (2) 칼럼 : 내경 0.25~0.53 mm, 필름두께 1.0~3.0  $\mu\text{m}$ , 길이 30~100 m의 VOCOL 및 DB-624, DB-5, RTx-5 등의 모세관컬럼이나 1%SP-1000/Carbopack B( 60/80 )등의 충전관컬럼 또는 이와 동등한 분리성을 가진 컬럼으로서 대상분석 물질의 분리가 양호한 것
- (3) 운반가스 : 99.999 V/V %이상의 헬륨 또는 질소
- (4) 시료도입부 온도 : 200~240 $^{\circ}\text{C}$   
컬럼온도 : 35 $^{\circ}\text{C}$ (1분)-[7 $^{\circ}\text{C}$ /분]-100 $^{\circ}\text{C}$ (1 분)- [20  $^{\circ}\text{C}$ /분]-220 $^{\circ}\text{C}$ (2분)  
검출기온도 : 220~240 $^{\circ}\text{C}$

(나) 질량분석계(Mass Spectrometer)

- (1) 질량분리장치 : 자기장형( magnetic sector ), 사중극자형( quadrupole ) 및 이온트랩형(ion trap) 또는 이와 동등 이상의 성능을 가진 것
- (2) 이온화방식 : 전자충격법( Electron Impact, EI )
- (3) 이온화에너지 : 35~70 eV
- (4) 검출방법 : 선택이온검출법(selected ion monitoring mode ) 또는 스캔모드(scan mode) 를 이용한 가스크로마토그래피- 질량분석법( gaschromatography-mass spectrometry )
- (5) 운반가스 : 99.999 V/V %이상의 헬륨가스
- (6) 각 물질별 선택이온(m/z) : <표 1> 참조

(다) 퍼지·트랩장치

: 퍼지부, 트랩관, 탈착부 및 냉각응축부( cryofocus ) 등으로 구성된다

- (1) 퍼지부 : 5~25 ml의 시료를 주입할 수 있는 스파저( sparger )와 시료를 일정온도로 가온할 수 있는 가온장치.
- (2) 트랩관 : 길이 5~30 cm이상, 내경 2 mm이상의 스테인레스강관에 휘

발성유기화합물을 흡착·농축할 수 있는 충전제가 충전된 것 또는 이와 동등 이상의 성능을 가진 것

- (3) 트랩의 종류 : Tenax나 OV-1/Tenax/Silicagel/Charcoal 또는 이와 동등 이상의 성능을 가진 것
  - (4) 탈착부 : 트랩관에 포집된 휘발성 유기화합물을 가열·탈착할 수 있는 가열장치 또는 이와 동등 이상의 성능을 가진 것
  - (5) 냉각 응축부 : 부착되는 내경 0.20~0.53 mm의 모세관컬럼을 -50~-150 $^{\circ}\text{C}$  정도로 냉각 가능하고, 또한 200  $^{\circ}\text{C}$ 로 가열 가능한 장치 또는 이와 동등 이상의 성능을 가진 것. 경우에 따라 냉각 응축과정은 생략해도 좋다.
- (라) 원심분리기 : 4 $^{\circ}\text{C}$  이하에서 원심분리가 가능한 것

1.3 시료의 채취 및 보관

제3장 제1절 제1항 시료채취 및 보관에 따른다. 시험관에 채취된 시료를 즉시 실험할 수 없는 경우에는 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$  냉암소에서 보존하고 14일 이내 분석에 사용하여야 한다.

1.4 시료의 전처리

1.4.1 퍼지·트랩방법

제3장 제1절 제1항 시료채취 및 보관에 따라 채취한 토양시료를 실험실 도착 즉시 메틸알코올이 들어 있는 시험관 전체 무게를 정확히 달아 전체 무게에서 미리 칭량(秤量)된 메틸알코올이 담긴 시험관의 무게를 뺀 값으로부터 수분이 함유된 토양의 무게를 구한 후, 무수황산나트륨을 토양시료의 양만큼 넣어 수분을 제거한다. 메틸알코올에 담긴 토양시료를 2분간 세

게 흔들어 섞어 후 정치한다. 상청액이 따로 원심분리가 필요 없는 경우 약 2 ml를 취하여 적정용기에 넣고 분석 전까지 0℃~4℃ 냉암소에서 보관한다. 그러나 상청액이 혼탁하거나 이물질이 혼입되어 원심분리가 필요한 경우 메틸알코올에 담긴 토양시료를 2분간 세게 흔들어 섞고 상대원심력(Relative Centrifugal Force, R.C.F.)이 150 이상인 조건에서 3분 이상 원심분리한 후, 약 2 ml의 상청액(上淸液)을 취하여 적정용기에 넣고 분석 전까지 0℃~4℃ 냉암소에서 보관한다.

#### 1.4.2 직접주입방법

1.4.1의 퍼지·트랩방법의 시료전처리 방법에 따른다.

### 1.5 시험방법

#### 1.5.1 퍼지·트랩방법

##### (가) 시료주입 및 퍼지

퍼지가스를 40 ml/분의 유속으로 조정한다. 퍼지장치에 트랩을 부착하고 퍼지장치의 시린지 밸브를 연다.

메틸알코올 추출액의 온도를 실온과 같게 한 다음 <표 2>을 참조하여 일정량을 마이크로시린지로 취하여 스파저에 주입한다.

##### (나) 탈착

###### (1) 크라이오제닉이 부착되지 아니한 경우

퍼지트랩장치를 탈착모드로 놓고 탈착가스를 통과시키지 아니하면서 트랩을 180℃로 예열한다. 이어서 탈착가스를 15 ml/분의 유속으로 4분 동안 통과시킨다. 이때 가스크로마토그래프의 승온조작을 작동시킨다.

###### (2) 크라이오제닉이 부착된 경우

퍼지트랩시스템을 탈착모드로 놓고 크라이오제닉이 -150℃ 이하인지 확인한다. 불활성가스를 4 ml/분의 유속으로 약 5분 동안 역세정하는 동안 트랩을 180℃로 급속히 가열한다. 이어서 크라이오제닉트랩을 200℃로 급속히 가열한다. 동시에 가스크로마토그래프의 승온조작을 작동시킨다.

##### (다) 퍼지용기의 세척

퍼지용기중의 검수(檢水)를 제거하고 정제수로 2회 씻는다. 퍼지용기를 비우고 시린지 밸브를 연 상태로 불활성가스를 통과시켜 환기시킨다.

##### (라) 트랩 재조정

탈착한 후 퍼지트랩장치를 퍼지모드로 놓는다. 15초 동안 기다린 다음 퍼지용기의 시린지 밸브를 닫아 불활성가스가 트랩을 통과하도록 한다. 그리고 트랩을 180℃로 가열한다. 약 7분 후 트랩의 가열기를 끄고 퍼지용기의 시린지 밸브를 열어 불활성가스가 트랩을 통과하지 아니하도록 한다.

##### (마) 확인 및 정량

검액에서 얻어진 크로마토그램의 피이크와 표준물질에서 얻어진 크로마토그램의 피이크 머무름시간을 비교하거나 가스크로마토그래프/질량검출기에서 얻어진 각 물질의 메스스펙트럼을 비교하여 동일 물질임을 확인한 다음 미리 작성한 검량선으로부터 각 성분별 양을 구하고 함량(mg/kg)을 산출한다.

$$\text{각 성분별 농도(mg/kg)} = \frac{A_s \times V_f \times D}{W_d \times V_i}$$

A<sub>s</sub> : 검량선에서 얻어진 검출량(ng)

V<sub>f</sub> : 메틸알콜 양(ml)

D : 희석배수

W<sub>d</sub> : 수분보정한 토양시료의 건조중량(g)

V<sub>i</sub> : 검액의 주입량 (μl)

○ 검량선의 작성

각 성분별 표준용액

(가) 트리클로로에틸렌(0.2 mg/ml)

(나) 테트라클로로에틸렌(0.2 mg/ml)

(다) (가)와 (나)의 혼합표준액(각 성분별 0.2 mg/ml)

(다) 내부표준액

(1) 플루오르벤젠(0.125 mg/ml)

가스크로마토그래프용 메탄올 약 80 ml를 넣은 100 ml 용량플라스크에 혼합표준액( 200 μg C<sub>2</sub>HCl<sub>3</sub>/ml, 200 μg C<sub>2</sub>Cl<sub>4</sub>/ml ) 0.5~10 ml를 단계적으로 취하여 넣고 가스크로마토그래프용 메탄올을 넣어 표선까지 채운다(이 용액은 1시간 이내에 사용한다). 기밀실린지에 증류수 5 ml를 취하고, 조제된 정량용 표준액 2 μl를 마이크로실린지를 이용하여 주입하고 (가)항 시료주입 및 퍼지에 따라 시험한 후 가스크로마토그램을 작성하여 각 성분의 양과 피이크의 높이 또는 면적과의 관계선을 작성한다(비고 2, 3, 4)

<표 1> 각 물질별 선택이온

물질명	분자량	제1선택 이온 (m/z)	제2선택이온 (m/z)
트리클로로에틸렌	131.4	95	97, 130, 132
테트라클로로에틸렌	165.9	164	129, 131, 166

<표 2> 시료중 휘발성 유기물질 농도에 따른 메틸알코올 추출액의 주입량

농도범위(μg/kg)	메틸알코올 추출액 주입량(μl)
500~10,000	100
1,000~20,000	50
5,000~100,000	10
25,000~500,000	50배 희석후 100

1.5.2 직접주입방법

(가) 시료주입

메틸알코올 추출액의 온도를 실온과 같게 한 다음 이 추출액 2μl를 마이크로시린지로 취하여 가스크로마토그래프에 직접 주입한다. 단, 주입량은 시료의 농도에 따라 조절할 수 있다.

(나) 확인 및 정량

검액에서 얻어진 크로마토그램의 피이크와 표준물질에서 얻어진 크로마토그램의 피이크 머무름시간을 비교하거나 가스크로마토그래프/질량검출기에서 얻어진 각 물질의 메스스펙트럼을 비교하여 동일 물질임을 확인한 다음 미리 작성한 검량선으로부터 각 성분별 양을 구하고 함량(mg/kg)을 산출한다.

$$\text{각 성분별 농도(mg/kg)} = \frac{A_s \times V_f \times D}{W_d \times V_i}$$

$A_s$  : 검량선에서 얻어진 검출량(ng)

$V_f$  : 메틸알콜 양(ml)

$D$  : 희석배수

$W_d$  : 수분보정한 토양시료의 건조중량(g)

$V_i$  : 검액의 주입량 ( $\mu$ l)

#### ○검량선의 작성

##### 각 성분별 표준용액

(가) 트리클로로에틸렌(0.2 mg/ml)

(나) 테트라클로로에틸렌(0.2 mg/ml)

(다) (가)와 (나)의 혼합표준액(각 성분별 0.2 mg/ml)

(다) 내부표준액

(1) 플루오르벤젠(0.125 mg/ml)

가스크로마토그래프용 메탄올 약 80 ml를 넣은 100 ml 용량플라스크에 혼합표준액( 200  $\mu$ g  $C_2HCl_3$ /ml, 200  $\mu$ g  $C_2Cl_4$ /ml ) 0.5~10 ml를 단계적으로 취하여 넣고 가스크로마토그래프용 메탄올을 넣어 표선까지 채운다(이 용액은 1시간 이내에 사용한다). 조제된 정량용 표준액 2  $\mu$ l를 마이크로실린지를 이용하여 주입하고 시험한 후 가스크로마토그램을 작성하여 각 성분의 양과 피이크의 높이 또는 면적과의 관계선을 작성한다(비고 2, 3, 4).

비고 1) 상대원심력 (Relative Centrifugal Force, R.C.F.)의 계산방법

$$R.C.F. = 0.00001118 \times r \times n^2$$

$r$  : 원심분리기 로타의 반지름 (cm)

$n$  : 회전속도 (rpm)

비고 2) 검량선은 절대검량선법 또는 내부표준법으로 작성한다

비고 3) 내부표준물질을 이용하여 분석할 경우 0.125 mg/ml의 플루오르벤젠을 10 배 희석한 후 일정량을 시료 10 ml에 대해 2  $\mu$ l(25 ng)의 비율로 마이크로실린지로 주입한 후 셉텀과 알루미늄 마개를 이용하여 밀봉한 다음 사용한다.

비고 4) 시료의 피이크 높이 또는 면적이 검량선의 상한치를 초과할 경우에는 시료 일정량을 취하여 적당한 농도로 정확히 희석한 다음 이 용액을 가지고 실험한다.

## 제17항 벤젠·톨루엔·에틸벤젠·크실렌 (BTEX)

### 1.1 측정원리

이 방법은 납사, 휘발유, 등의 저비점 석유류중에 다량 함유되어 있는 벤젠·톨루엔·에틸벤젠·크실렌(BTEX)의 측정에 적용한다. 시료중의 벤젠·톨루엔·에틸벤젠·크실렌을 메틸알코올로 추출하여 얻어진 검액을 가스크로마토그래프에 부착된 퍼지트랩에 주입하여 이들 물질을 각각 정량한다. 이 방법에 따라 시험할 경우 BTEX의 유효측정농도는 0.5mg/kg 이상으로 한다.

### 1.2 기구 및 기기

가. 가스크로마토그래프

(1) 검출기 : 불꽃이온화검출기(Flame Ionization Detector : FID), 광이온화검출기(Photo Ionization Detector : PID) 또는 가스크로마토

그래프/질량분석검출기(GasChromatograph/Mass Spectrometer : GC/MS).

다만, 검출기로 GC/MS를 사용할 때 각 물질별 선택이온은 <표 1>과 같다.

- (2) 컬럼 : 모세관의 길이가 25 m 이상의 것으로 ULTRA-2, VOCOL, DB-624 컬럼 또는 이와 동등한 것
- (3) 운반가스 : 헬륨 또는 질소
- (4) 시료도입부 온도 : 200℃

나. 퍼지트랩장치 : 퍼지부, 트랩관, 탈착부 및 냉각응축부(cryofocus) 등으로 구성된다.

- (1) 퍼지부 : 5~25 ml의 시료를 주입할 수 있는 스파저(sparger)와 시료를 일정온도로 가온할 수 있는 가온장치
- (2) 트랩관 : 길이 5~30 cm 이상, 내경 2 mm 이상의 스테인레스강관에 휘발성유기화합물을 흡착농축할 수 있는 충전제가 충전된 것 또는 이와 동등 이상의 성능을 가진 것
- (3) 트랩의 종류 : Tenax, Carbopack, OV-1/Tenax/Silicagel/Charcoal 또는 이와 동등 이상의 성능을 가진 것
- (4) 탈착부 : 트랩관에 포집된 휘발성 유기화합물을 가열탈착할 수 있는 가열장치 또는 이와 동등이상의 성능을 가진 것
- (5) 냉각 응축부 : 부착되는 내경 0.20~0.53 mm의 모세관컬럼을 -50~-150℃ 정도로 냉각 가능하고, 또한 200℃로 가열 가능한 장치 또는 이와 동등 이상의 성능을 가진 것으로 경우에 따라 냉각 응축과정은 생략해도 좋다.

다. 원심분리기 : 4℃ 이하에서 원심분리가 가능한 것

### 1.3 시료의 보존

시험관에 채취된 시료를 즉시 실험할 수 없는 경우에는 0℃~4℃ 냉암소에서 보존하고 14일 이내 분석에 사용하여야 한다.

### 1.4 시료의 전처리

제3장 제1절 제1항에 따라 채취한 토양시료 및 메틸알코올이 들어 있는 시험관 전체 무게를 실험실 도착 즉시 정확히 달아 수분이 함유된 토양의 무게를 구한다. 이때 토양만의 무게는 전체 무게로부터 미리 칭량(秤量)된 메틸알코올이 담긴 시험관의 무게를 뺀 값으로 한다. 이어서 시험관에 내부표준물질 150μg(10,000μg/ml×15μl)을 넣고 수분제거를 위해 무수황산나트륨을 토양시료의 양만큼 넣은 후 2분간 세계 흔들어 섞은 후 정지한다. 원심분리가 필요 없는 경우 약 2 ml의 상청액(上淸液)을 취하여 적정용기에 넣고 분석 전까지 0~4℃ 암소에서 보관한다. 그러나 상청액이 혼탁하거나 이물질이 혼입되어 원심분리가 필요한 경우 메틸알코올에 담긴 토양시료를 2분간 세계 흔들어 섞고 상대원심력(Relative Centrifugal Force, R.C.F.)이 150 이상인 조건에서 3분 이상 원심분리한 후, 약 2ml의 상청액(上淸液)을 취하여 적정용기에 넣고 분석 전까지 0~4℃ 암소에서 보관한다

### 1.5 시험방법

#### 가. 시료주입 및 퍼지

퍼지가스를 40ml/분의 유속으로 조정한다. 퍼지장치에 트랩을 부착하

고 퍼지장치의 시린지 밸브를 연다. 메틸알코올 추출액의 온도를 실온과 같게 한 다음 일정량(10  $\mu$ l)을 마이크로시린지로 취하여 스파저에 주입한다.

#### 나. 탈 착

##### (1) 크라이오제닉이 부착되지 아니한 경우

퍼지트랩장치를 탈착모드로 놓고 탈착가스를 통과시키지 아니하면서 트랩을 180℃로 예열한다. 이어서 탈착가스를 15ml/분의 유속으로 4분 동안 통과시킨다. 이때 가스크로마토그래피의 승온조작을 작동시킨다.

##### (2) 크라이오제닉이 부착된 경우

퍼지트랩시스템을 탈착모드로 놓고 크라이오제닉이 -150℃ 이하인지 확인한다. 불활성가스를 4ml/분의 유속으로 약 5분 동안 역세정하는 동안 트랩을 180℃로 급속히 가열한다. 이어서 크라이오제닉트랩을 200℃로 급속히 가열한다. 동시에 가스크로마토그래피의 승온조작을 작동시킨다.

#### 다. 퍼지용기의 세척

퍼지용기중의 검수(檢水)를 제거하고 정제수로 2회 씻는다. 퍼지용기를 비우고 시린지 밸브를 연 상태로 불활성가스를 통과시켜 환기시킨다.

#### 라. 트랩재조정

탈착한 후 퍼지트랩장치를 퍼지모드로 놓는다. 15초 동안 기다린 다음 퍼지용기의 시린지 밸브를 닫아 불활성가스가 트랩을 통과하도록 한다. 트랩을 180℃로 가열한다. 약 7분후 트랩의 가열기를 끄고 퍼지용기의 시린지 밸브를 열어 불활성가스가 트랩을 통과하지 아니하도록

록 한다.

#### 마. 확인 및 정량

검액에서 얻어진 크로마토그램의 피이크와 표준물질에서 얻어진 크로마토그램의 피이크 머무름시간을 비교하거나 가스크로마토그래프/질량검출기에서 얻어진 각 물질의 메스스펙트럼을 비교하여 동일 물질임을 확인한 다음 미리 작성한 검량선으로부터 각 성분별 양을 구하고 함량(mg/kg)을 산출한다. 결과는 각 성분별 농도를 합산하여 BTEX로 표시한다(비고 2, 3).

$$\text{각 성분별 농도(mg/kg)} = \frac{A_s \times V_f \times D}{W_d \times V_i}$$

$A_s$  : 검량선에서 얻어진 검출량(ng)

$V_f$  : 메틸알코올 양(ml)

$D$  : 희석배수

$W_d$  : 수분보정한 토양시료의 건조중량(g)

$V_i$  : 검액의 주입량 ( $\mu$ l)

#### ○ 검량선의 작성

BTEX의 성분별 표준용액

(가) 벤젠(0.2mg/ml)

(나) 톨루엔(0.2mg/ml)

(다) 에틸벤젠(0.2mg/ml)

(라) 크실렌(o, m, p-체 각 성분별 0.2mg/ml)

(마) (가), (나), (다) 및 (라)의 혼합표준액(각 성분별 0.2mg/ml)

(바) 내부표준액

(1) 플루오로벤젠(10mg/ml)

가스크로마토그래프용 메틸알코올 약 8 ml를 넣은 10ml 용량플라스크에 혼합표준액 0.025~1.0ml를 마이크로시린지로 단계적으로 취하여 넣고 가스크로마토그래프용 메틸알코올을 넣어 표선까지 채운다. 이어서 이들 혼합표준액에 각각 내부표준액 15 μl를 넣은 후 3회 흔들어 섞는다(이 용액은 1시간 이내에 사용한다). 기밀시린지에 증류수 5 ml를 취하고, 조제된 정량용 혼합표준액 10 μl를 마이크로시린지를 이용하여 주입하고 (가) 시료주입 및 퍼지에 따라 시험한 후 가스크로마토그램을 작성하여 내부표준물질에 대한 각 성분의 면적비와 양에 대한 관계선을 작성한다.

<표 1> 각 물질별 선택이온

물질명	분자량	제1선택이온	제2선택이온
벤젠	78	78	77
톨루엔	92	92	91
에틸벤젠	106	91	106
o-크실렌	106	106	91
m-크실렌	106	106	91
p-크실렌	106	106	91

비고 1) 상대원심력(Relative Centrifugal Force, R.C.F.)의 계산방법

$$R.C.F. = 0.00001118 \times r \times n^2$$

r : 원심분리기 로타의 반지름 (cm)  
n : 회전속도 (rpm)

비고 2) 시료분석을 수행하고자 할때는 다섯점의 검량선을 작성한다. 이때 상관계수는 0.990이상이어야 한다. 그러나 시료분석을 연속으로 수행할 경우에는 일주일에 1회 다섯점의 검량선을 작성하고, 그 기간중에는 매일 한 개의

표준액(검량선 작성 중간농도)을 GC에 주입하여 아래와 같이 검량인자(calibration factor : CF)를 구하고 이 값이 초기 검량선 작성시 구하여진 검량인자와 비교했을 때 편차백분율이 ±20%이내일 때는 원래의 검량선을 이용하여 시료중의 농도를 정량하며, 편차백분율이 ±20% 이상일 때는 새로운 검량선을 작성하여야 한다. 이때 편차 백분율은 다음과 같이 구한다.

$$\text{편차백분율}(\%) = \frac{R_1 - R_2}{R_1} \times 100$$

R<sub>1</sub> : 초기검량선의 평균

$$CF = \frac{\text{개별성분의 총높이 또는 농도 총면적}}{\text{개별성분 총주입량}(\text{ng})}$$

R<sub>2</sub> : 초기검량선 확인용

$$CF = \frac{\text{개별성분의 높이 또는 농도면적}}{\text{개별성분 주입량}(\text{ng})}$$

비고 3) 시료의 피이크 높이 또는 면적이 검량선의 상한치를 초과할 경우에는 시료 일정량을 취하여 적당한 농도로 정확히 희석한 다음 이 용액을 가지고 실험한다.

비고 4) 시료 분석과정에서 시스템으로 부터 오염여부를 확인하기 위하여 시료 20개마다 바탕시료를 하나씩 추가한다. 이때 바탕시료는 시료추출에 사용한 용매로 한다.

비고 5) 정확한 분석을 위해 회수율시험이 필요한 경우 메틸알코올이 담긴 시험관에 오염이 안된 토양시료 5g을 넣고, 여기에 a,a,a-trifluorotoluene 표준액 0.75ml와 내부표준액 15 μl를 넣은 다음 1.4 시료의 전처리에 따라 조작하여 a,a,a-trifluorotoluene의 회수율을 구한다. 이 경우 a,a,a-trifluorotoluene에 대한 검량선은 10 ml 용량플라스크에 a,a,a-trifluorotoluene 표준원액을 0.5~20 μg/ml이 되도록 단계적으로 조제하고 여기에 각각 내부표준액 15 μl를 넣어 흔들어 섞는다. 그리고 마이크로시린지를 사용하여 10 μl씩을 가스크로마토그래프에 주입하고 크로마토그램을 작성하여 내부표준물질에 대한 a,a,a-trifluorotoluene의 면적비와 양에 대한 관계선을 작성한다

## 제18항 석유계총탄화수소(TPH)

### 1.1 측정원리

이 방법은 비등점이 높은(150℃~500℃) 유류에 속하는 제트유·등유·경유·벙커C유·운활유·원유 등의 측정에 적용한다. 시료중의 제트유·등유·경유·벙커C유·운활유·원유 등을 디클로로메탄으로 추출하여 정제한 후 가스크로마토그래프법에 따라 확인 및 정량하는 방법으로, 크로마토그램에 나타난 피이크의 패턴에 따라 유류의 성분을 확인하고, 짝수의 노말알칸(C<sub>8</sub>-C<sub>40</sub>) 표준물질의 총면적과 시료 피이크의 총면적을 비교하여 석유계총탄화수소를 정량한다. 이 방법에 따라 시험할 경우 유효측정농도는 석유계총탄화수소로 10mg/kg이상으로 한다.

### 1.2 기구 및 기기

#### (가) 가스크로마토그래프

- (1) 검출기 : 불꽃이온화검출기(Flame Ionization Detector : FID) 또는 가스크로마토그래프/질량분석기(Gas chromatograph/Mass Spectrometer : GC/ MS)
  - (2) 컬 럼 : 안지름 0.32mm, 필름두께 0.25 $\mu$ m, 모세관의 길이가 30m 이상의 것으로 컬럼 DB-5, HP-5, Rtx-5 또는 이와 유사한 것
  - (3) 온도(비고1)
    - 가) 컬럼온도 : 45℃(2분)→[10℃/분]→310℃(25분)
    - 나) 시료주입구 온도 : 280℃
    - 다) 검출기 온도 : 300℃
  - (4) 운반가스 : 질소 또는 헬륨, 유속 1~2ml/분
- (나) 속시렛추출장치

### (다) 초음파추출기

끝이 티타늄으로 되어 있는 원추형(horn) 모양의 최소 375와트의 진동 능력을 가진 것

### (라) 농축장치 : 구데르나데니쉬형 농축기(K.D.농축기) 또는 회전증발농축기

### 1.3 시료의 보존

채취한 시료를 즉시 실험할 수 없을 경우 0~4℃ 냉암소에서 보존하고 14일 이내에 추출하여야 하며, 시료채취일로부터 40일 이내에 분석하여야 한다.

### 1.4 시료의 전처리

#### (가) 추출

##### (1) 속시렛추출법

석유계총탄화수소의 오염정도에 따라 토양시료 10~25g을 비이커에 넣고 분말형태로 유지되도록 무수황산나트륨을 적당량 넣어 잘 흔들어 섞은 다음, 원통형 추출용기에 넣는다. 이때 함수율이 높은 시료는 물이 흐르지 않도록 무수황산나트륨을 충분량 첨가하여 분말형태가 유지되도록 한다. 1~2개의 비등석을 넣은 500ml 환저플라스크에 디클로로메탄 300ml를 넣고, 이 환저플라스크를 추출장치에 부착시켜 시간당 4~6사이클을 유지하면서 18~24시간 동안 추출한 후 방냉한다. 추출액을 크로마토그래프용 무수황산나트륨 10g을 충전시킨 분리관을 통과시켜 탈수시킨다. 유출액을 K.D. 농축기 또는 회전증발농축기로 2ml가 될 때까지 농축한다.

(2) 초음파추출법

석유계총탄화수소의 오염정도에 따라 토양시료 10~25g을 비이커에 넣고 시료가 분말형태로 유지되도록 무수황산나트륨을 적당량 넣어 잘 흔들어 섞고 디클로로메탄 100ml를 넣는다. 이때 함수율이 높은 시료는 물이 흐르지 않도록 무수황산나트륨을 충분량 첨가하여 분말형태가 유지되도록 한다

초음파추출기의 원추형 팁을 용매 상부층으로부터 1.3cm 내리되 토양층에는 닿지 않도록 한다. 이때 초음파추출기의 출력을 최대로 하고, 듀티사이클(duty cycle)은 50%에 맞추고 펄스모드는 1초에 고정한다. 다음 3분간 초음파로 추출한다. 이와 같은 추출조작을 2회 이상 반복하여 얻어진 추출액을 여지(5B)를 간 부호너 깔때기로 진공여과하거나 원심분리한 다음, 소량의 디클로로메탄으로 씻어낸다. 이 추출액과 세척액을 합하여 크로마토그래프용 무수황산나트륨 10g을 충전시킨 분리관을 통과시켜 탈수시킨다. 유출액을 K.D. 농축기 또는 회전증발농축기로 2ml가 될 때까지 농축한다.

(나) 정제

시료 중 방해물질의 제거를 위하여 농축된 추출액에 실리카겔 0.3 g을 넣고, 약 5분간 진탕하고 정치시킨 후 상등액을 2ml 바이알에 옮겨 검액으로 한다.

1.5 시험방법

검액 일정량(2μl)을 마이크로시린지로 가스크로마토그래프에 주입하여 크로마토그램을 기록한다. 노말알칸 표준액(C<sub>8</sub>-C<sub>40</sub>)의 머무름시간(Retention time)에 해당하는 피이크의 범위를 구분하고, 모든 피이크의 면적을 합산

하여 미리 작성한 검량선으로부터 유류의 양(ng)을 구한 후 석유계총탄화수소의 함량(mg/kg)을 산출한다.

○ 검량선의 작성

노말알칸표준원액(C<sub>8</sub>-C<sub>40</sub>)을 디클로로메탄에 녹여 각각의 노말알칸의 농도가 10, 20, 50, 100, 200μg/ml이 되도록 단계적으로 조제하여 표준액으로 한다. 이때 총 노말알칸의 농도는 170, 340, 850, 1,700, 3,400μg/ml이 된다.

마이크로시린지를 사용하여 조제된 각각의 표준액을 2μl씩 가스크로마토그래프에 주입하여 크로마토그램을 작성하고 석유계총탄화수소의 양과 피이크의 총면적과의 관계선을 작성한다. 이 경우 검량선의 범위는 340~6,800ng이 된다. 또한, 검량선의 작성은 C<sub>8</sub>-C<sub>40</sub>사이의 피이크를 대상으로 모든 피이크의 면적을 합산한 값으로 한다. 검량선의 작성이 끝나면 검량선의 평가를 위해 중간농도의 표준액을 주입하여 검량선과의 농도차이가 ±20% 이내에 들어야 한다(비고 2, 3, 4, 5, 6, 7).

○ 농도계산

$$\text{석유계총탄화수소 농도(mg/kg)} = \frac{A_s \times V_f \times D}{W_d \times V_i}$$

A<sub>s</sub> : 검량선에서 얻어진 석유계총탄화수소의 양(ng)

V<sub>f</sub> : 최종액량(ml)

D : 희석배수

W<sub>d</sub> : 수분보정한 토양시료의 건조중량(g)

V<sub>i</sub> : 검액의 주입량(μl)

비고 1) 주입구 또는 컬럼의 오염이 우려되는 경우는 가스크로마토그래프의 온도조건을 다음과 같이 변경할 수 있다.

가) 컬럼온도 : 50℃(2분)→[8℃/분]→320℃(10분)

나) 시료주입구 온도 : 300℃

다) 검출기 온도 : 320℃

비고 2) 시료분석을 수행하고자 할 때는 다섯점의 검량선을 작성한다. 이때 상관계수는 0.995 이상이어야 한다. 그러나 시료분석을 연속으로 수행할 경우에는 일주일에 1회 다섯점의 검량선을 작성하고, 그 기간중에는 매일 한 개의 표준액(검량선 작성 중간농도)을 GC에 주입하여 아래와 같이 검량인자(calibration factor : CF)를 구하고 이 값이 초기 검량선 작성시 구하여진 검량인자와 비교했을 때 편차백분율이 ±20% 이내일 때는 원래의 검량선을 이용하여 시료중의 농도를 정량하며, 편차백분율이 ±20% 이상일 때는 새로운 검량선을 작성하여야 한다. 이때 편차 백분율은 다음과 같이 구한다.

$$\text{편차백분율(\%)} = \frac{R_1 - R_2}{R_1} \times 100$$

R<sub>1</sub> : 초기검량선의 평균

$$CF = \frac{\text{노말알칸의 총면적}}{\text{노말알칸의 총주입량(ng)}}$$

R<sub>2</sub> : 초기검량선 확인용

$$CF = \frac{\text{노말알칸의 면적}}{\text{노말알칸의 주입량(ng)}}$$

비고 3) 시료의 피이크 면적이 검량선의 상한치를 초과할 경우에는 시료 일정량을 취하여 적당한 농도로 정확히 희석한 다음 이 용액을 가지고 실험한다.

비고 4) 총면적은 바탕선(C<sub>8</sub>) - 바탕선(C<sub>40</sub>) 적분방법을 이용하여 계산한다.

비고 5) 시료의 분석은 오염이 안된 시료에서 오염이 심한 시료순으로 분석을 하며,

유종에 따라서는 제트유, 등유, 경유, 오일류 등의 순으로 분석을 한다. 그리고 시료 분석과정에서 시스템 및 고농도시료로부터의 오염여부를 확인하기 위하여 시료 20개마다 바탕시료를 하나씩 추가한다. 이때 바탕시료는 시료추출에 사용한 용매로 한다.

비고 6) 바탕시료에 대한 바탕선 보정은 하지 않는다. 그러나 이때 바탕시료의 농도는 항상 유효측정농도 이하여야 한다.

비고 7) 머무름시간(retention time)의 결정 : 머무름시간의 결정은 매주 1회 검량선 작성시 또는 GC의 조건이 달라질 경우 즉, 컬럼과 가스의 교체, 기기의 고장수리 등의 경우 반드시 머무름시간에 대한 결정시험을 실시하여야 한다. 우선 GC의 상태가 최적상태임을 확인한다. 그리고 각각의 검량선작성용 표준액을 주입한 후 C<sub>8</sub>과 C<sub>40</sub> 피이크의 절대 머무름시간에 대한 표준편차를 구한다. 각 물질에 대한 머무름시간은 절대머무름시간에 대한 표준편차의 ±3배로 한다. 만일 표준편차가 0일 경우는 절대머무름시간에 대해 ±0.05분을 머무름시간으로 한다.

비고 8) 정확한 분석을 위해 회수율 시험이 필요한 경우 오염이 안된 토양시료 10g에 ortho-terphenyl 및 nonatriacontane(C<sub>39</sub>) 표준액을 2 ml씩 넣은 다음 1.4 시료의 전처리에 따라 조작하여 ortho-terphenyl 및 nonatriacontane(C<sub>39</sub>)의 회수율을 구한다. 이 경우 이들 물질에 대한 검량선은 ortho-terphenyl과 nonatriacontane(C<sub>39</sub>)의 표준원액을 10~200 μg/ml이 되도록 단계적으로 조제하고, 마이크로시린지를 사용하여 2 μl씩을 가스크로마토그래프에 주입하고 크로마토그램을 작성하여 이들 성분의 양과 피이크의 높이 또는 면적과의 관계선을 작성한다.

## 제4절 시약 및 용액, 완충액, 표준액

### 제1항 시약 및 용액

- 크로마토그래프용 실리카겔(활성이 없는것)  
60~70메쉬의 입경을 가진 것으로 1~2%의 수분을 함유한 것
- 크로마토그래프용 가스크롬Q(60~80메시)
- 검량선용 바탕용액  
염산 210 ml와 질산 70 ml를 물로 희석하여 1,000 ml로 한다.
- 과망간산칼륨[KMnO<sub>4</sub>]
- 과망간산칼륨(10W/V%)  
과망간산칼륨 10g을 물에 녹여 100ml로 한다.
- 과망간산칼륨 황산용액  
6% 과망간산칼륨용액 10ml와 10% 황산용액 50ml에 물을 넣어 전량 1,000ml로 한다.
- 과산화수소[H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 30%]
- 과염소산[HClO<sub>4</sub>](70-72%)  
비중 : 약 1.67
- 과염소산은(AgClO<sub>4</sub>) 용액(17.5%)  
AgClO<sub>4</sub> 17.5 g을 물에 녹여 100 ml로 한다.
- 구연산이암모늄[C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>7</sub>]
- 구연산이암모늄용액(10W/V%)(디티존사염화탄소법 시험용)  
구연산이암모늄 10g을 물에 녹여 100ml로 하여 디티존사염화탄소용액(0.005W/V%) 소량을 넣어 흔들어 섞고 정치하여 사염화탄소층을 분리한다. 이 조작을 사염화탄소층이 변색하지 않을 때까지 반복한다. 다음

에 정제사염화탄소 5~10ml를 넣고 흔들어 섞고 정치하여 사염화탄소층을 분리한다. 수층을 건조한 여지로 여과하고 사염화탄소의 작은방울을 제거한다.

- 구연산이암모늄용액(10W/V%)(DDTC-MIBK, 초산부틸법 시험용)  
구연산이암모늄 10g을 물 약 80ml에 녹이고 메타크레졸퍼플-에틸알코올용액(0.1W/V%) 2~3방울을 넣고 암모니아수(1+1)을 한방울씩 떨어뜨려 pH를 약 9로 조절하고 물을 넣어 100ml로 한다. 이 액을 분액깔때기에 옮겨 디에틸디티오카르바민산나트륨용액(1W/V%) 2ml와 초산부틸 10ml를 넣어 흔들어 섞고 정치하여 분리한다. 다시 구연산이암모늄층에 초산부틸 10ml를 넣어 흔들어 섞고 정치하여 구연산이암모늄층을 분리하여 건조한 여지로 여과하여 초산부틸을 제거한다.
- 정제규조토  
세라미트 545 또는 이와 동등한 규격의 것
- 니트로메탄[CH<sub>3</sub>NO<sub>2</sub>]
- 니트로페놀(p-Nitrophenol) 지시약(0.5%)  
p-nitrophenol 0.5 g을 물에 녹여 100 ml로 한다.
- 다르코 G-60(Darco G-60)
- 크로마토그래프용 다르코 G-60
- 다이아지논[C<sub>12</sub>H<sub>21</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>PS](98.0% 이상)
- 디메틸글리옥심[(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>C<sub>2</sub>(NOH)<sub>2</sub>]
- 디메틸글리옥심 에틸알코올용액(1 W/V %)  
디메틸글리옥심 1 g을 에틸알코올(95 V/V %)에 녹여 100 ml로 한다. 불용물을 여과하여 사용한다.
- 디메틸글리옥심·수산화나트륨용액(1 W/V %)

디메틸글리옥심 1 g을 1% 수산화나트륨용액에 녹여 100 ml로 한다. 불용물은 여과하여 사용한다.

- 디에틸디티오카르바민산나트륨용액(1W/V%)

디에틸디티오카르바민산나트륨(3수화물) 1.3g을 물에 녹여 100ml로 한다. 착색용기에 보관하여 14일 이내에 사용한다.

- 디에틸디티오카르바민산은 $[(C_2H_5)_2NAgCS_2]$

- 디에틸디티오카르바민산은용액(0.5W/V%)

디에틸디티오카르바민산은 0.5g을 피리딘에 녹여 100ml로 한다.

- 디클로로메탄[메틸렌클로라이드 :  $CH_2Cl_2$ ]

- 1,2-디클로벤젠-d4( $C_6H_4Cl_2$ )

- 디티존 $[C_6H_5NHNHCSN : NC_6H_5]$

- 디티존사염화탄소용액(0.01W/V%)

디티존 0.111g을 정제사염화탄소 400ml에 잘 저어 주면서 녹이고 여과한다. 이 용액을 분액깔때기에 옮겨 암모니아수(1+100) 400ml를 넣어 흔들어 섞어 디티존을 수층에 옮기고 정치하여 사염화탄소층을 분리한다. 수층에 정제사염화탄소 500ml를 넣어 흔들어 씻어주고 정치한다. 사염화탄소층을 분리하고 사염화탄소층이 옅은 녹색이 될 때까지 수층을 반복하여 씻는다. 수층에 정제사염화탄소 500ml와 염산(1+10) 50ml를 넣어 흔들어 섞고 디티존을 사염화탄소층에 옮기고 정치하여 사염화탄소층을 분리한다. 수층에는 정제사염화탄소 50ml를 넣어 흔들어 섞어 나머지 디티존을 추출하고 정치하여 전체 사염화탄소층을 합하고 정제사염화탄소층을 넣어 1,000ml로 하여 착색병에 넣어 아황산수(포화) 정제사염화탄소층을 넣어 1,000ml로 하여 착색병에 넣어 아황산수(포화) 100ml를 넣어 표면을 덮고 10°C 이하의 냉암소에서 보존한다.

- 디티존 사염화탄소용액(0.005W/V%)

디티존 사염화탄소용액(0.01W/V%)을 정제사염화탄소로 정확히 2배 희석한다.

- 디티존 사염화탄소용액(0.001W/V%)

디티존 사염화탄소용액(0.05W/V%)을 정제사염화탄소로 정확히 5배 희석한다.

- 2, 6-디페닐렌옥사이드 폴리머

크로마토그래프용으로 60~80mesh

- 디페닐 카르바지드 $[C_{13}H_{14}N_4O]$

- 디페닐 카르바지드용액(1W/V%)

디페닐 카르바지드 0.5g을 아세톤 25ml에 녹이고 물 25ml를 넣어 50ml로 한다. 이 용액은 약 7일 이내에 사용하여야 한다.

- 묽은 질산(1:3(V/V))

질산 250 ml를 물 500 ml에 가한 다음 물을 넣어 1,000 ml로 한다.

- 메틸디메톤 $[C_6H_{15}O_3PS_2]$ (98.0%이상)

- 메틸렌클로라이드( $CH_2Cl_2$ )

- 메틸실리콘 충전물

가스크로마토그래프용 규조토(60~80mesh)에 OV-1을 3% 코팅시킨 것

- 메틸알코올( $CH_3OH$ )

공시험할때 표준물질의 피크부근에 불순물피크가 없는 것

- 유류시험용 메틸알코올

크로마토그래프용 메틸알코올과 동등의 것

- 메틸이소부틸케톤 $[CH_3COCH_2CH(CH_3)_2]$

- 벤젠 $[C_6H_6]$  (98.0% 이상)

- 크로마토그래프용 벤젠  
예기 머무름(維持)시간 부근에서 피이크가 나타나지 않는 벤젠을 사용한다.
- 브롬[Br<sub>2</sub>]
- 브롬수(포화)
- 브롬화칼륨[KBr]
- 산화칼슘[CaO] (생석회)
- 산 zirconyl-SPADNS 시약  
지르코닐산 용액과 SPADNS 시약을 같은 부피만큼을 혼합한다. 이 혼합시약은 암색용기에 보관할 경우 적어도 2년간은 안정하다.
- 사염화탄소[CCl<sub>4</sub>]
- 정제사염화탄소  
사염화탄소에 황산 소량을 넣어 흔들어 섞고 정치하여 사염화탄소층을 분리한다. 황산층이 착색하지 않을 때까지 이 조작을 반복한 다음 물 소량을 넣어 흔들어 섞고 정치하여 사염화탄소층을 분리하고 산화칼슘을 넣어 흔들어 섞고 산화칼슘이 있는 그대로 증류하여 77°C의 유분을 취한다.
- 미결정 셀룰로오스 분말
- 크로마토그래프용 미결정 셀룰로오스 분말
- 수산화나트륨[NaOH]
- 수산화나트륨용액(50%)  
수산화나트륨 50 g을 물 50 ml에 녹여 사용한다.
- 수산화나트륨용액(1N)  
수산화나트륨 42g을 물 950ml를 넣어 녹이고 새로 만든 수산화바륨용액(포화)을 침전이 생기지 않을 때까지 한방울씩 떨어뜨려 잘 섞고 마개

- 를 하여 24시간 방치한 다음 여과하여 사용한다.
- 수산화나트륨용액(0.1N)  
수산화나트륨용액(1N)을 물로 10배 희석한다.
  - 수산화칼륨[KOH]
  - 수산화칼륨 에틸알콜용액(1M)  
70g을 소량의 물에 녹이고 에틸알콜(95.0V/V%)을 넣어 1,000ml로 하여 흔들어 섞고 마개를 하여 2~3일간 방치한다. 상층액을 여과하여 내(耐)알칼리성 유리마개병에 넣어 보관한다.
  - 크로마토그래프용 Supelcoport(80~100mesh)
  - 슬퍼민산암모늄[NH<sub>4</sub>OSO<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>]
  - 시안화칼륨[KCN, 표준시약]
  - 시안화칼륨용액(5W/V%)(납 시험용)  
시안화칼륨 50g을 물에 녹여 1,000ml로 한다. 이 용액에 의한 바탕시험값이 높을 경우에는 다음과 같이 정제하여 사용한다. 강산성 양이온 교환수지(입경 0.36~1.18mm)를 물에 침적시켜 유리관(15x350mm)에 용기가 들어가지 않게 주의하여 옮긴다. 염산(1N) 약 1ℓ를 300ml/min으로 유출시킨 다음 물을 약 80ml/min의 유속으로 유하시킨다. 유출액이 메틸레드-브롬크레졸그린 혼합지식액이 중성이 될 때까지 씻어 주고 수산화칼륨용액(1N)을 약 20ml/min로 유출액이 알칼리성이 될 때까지 유하시킨다. 여기에 조제한 시안화칼륨을 20ml/min으로 유출시켜 최초 유출액 50ml는 버리고 다음 유출액을 받아 사용한다.
  - 시안화칼륨용액(1W/V%)(카드뮴 시험용)  
시안화칼륨용액(5W/V%)(납 시험용)을 물로 정확히 5배 희석한다.
  - 시안화칼륨용액(0.5W/V%)(납 시험용)

- 시안화칼륨용액(5W/V%)(납 시험용)을 물로 정확히 10배 희석한다.
- 시안화칼륨용액(0.1W/V%)(카드뮴 시험용)  
시안화칼륨용액(1W/V%)(납 시험용)을 물로 정확히 10배 희석한다.
  - 실리카겔  
크로마토그래프용으로 35~60메시
  - SPADNS용액  
(Sodium 2-(parasulfophenylazo)-1, 8-dihydroxy-3, 6-naphthalene disulfonate [또는 4,5-dihydroxy-3-(parasulfophenylazo)-2, 7-naphthalenedisulfonic acid trisodium salt]  
SPADNS 958 mg을 물에 녹여 500 ml로 한후 암색용기에 보관한다. 이 용액은 암색용기에 보관할 경우 1년 동안은 안정하다.
  - 크로마토그래프용 실리카겔  
실리카겔을 크로마토그래프용 노말헥산으로 씻은 다음 여과하여 비이커에 넣고 층의 두께를 10mm 이하로 하여 130℃에서 18시간 건조한 다음 데시케이터안에서 30분간 방냉한다.
  - 가스크로마토그래프용 10% 실리콘 DC-200
  - 가스크로마토그래프용 10% 실리콘 DC, QF-1
  - 가스크로마토그래프용 10% 실리콘 DC-200+
  - 가스크로마토그래프용 15% 실리콘 DC, QF-1
  - 아비산 나트륨[NaAsO<sub>2</sub>]
  - 아비산나트륨(NaAsO<sub>2</sub>) 용액  
NaAsO<sub>2</sub> 5.0 g을 물에 녹여 1,000 ml로 한다.
  - 아세톤[CH<sub>3</sub>COCH<sub>3</sub>]
  - 크로마토그래프용 아세톤

- 아세톤 300ml를 취하여 농축해서 약 3ml로 한다. 이 액 10μl를 마이크로실린지를 사용하여 가스크로마토그래프에 주입하였을 때 아세톤의 예기 머무름(維持)시간 부근에서 피이크가 나타나고 이외의 피이크가 나타나지 않는 것을 사용한다.
- 아세틸렌(가스)[C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>](99.9%이상)
  - 아스코르빈산[C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>6</sub>]
  - 아스코르빈산나트륨[C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>O<sub>6</sub>Na]
  - 입상아연(1,410~1,000μ)  
비소 0.1mg/ℓ 이하를 함유하는 것을 염산(1+10)과 물로 표면을 씻어 사용한다.
  - 아연분말[Zn]
  - 암모니아수[NH<sub>4</sub>OH](28% 이상)  
비중 : 0.90
  - 가스크로마토그래프용 1% SP-1240, DA
  - 에틸렌아민테트라초산이나트륨(2수화물)(C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>·2H<sub>2</sub>O)
  - 에틸렌아민테트라초산이나트륨용액(시안 시험용)  
에틸렌아민테트라초산이나트륨(2수화물) 10g을 물에 넣어 녹이고 0.4% 수산화나트륨용액으로 약 알칼리성으로 하여 물을 넣어 100ml로 한다.
  - 에틸렌디아민테트라초산이나트륨용액(구리 시험용)  
에틸렌디아민테트라초산이나트륨(2수화물) 2g을 물에 녹여 100ml로 한다.
  - 에틸렌디아민테트라초산이나트륨(0.1M)(수은시험용)  
에틸렌디아민테트라초산이나트륨(2수화물) 3.8g을 물에 녹여 100ml로 한다. 필요하다면 이것을 분액깔때기에 옮기고 구연산이암모늄용액(10W/V%)과 같은 방법으로 디티존 사염화탄소용액(0.005W/V%)으로

씻은 다음 사용한다.

- 에틸벤젠[C<sub>8</sub>H<sub>10</sub>](98.0%이상)
- 에틸알코올[C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH](99.5V/V%)
- 에틸알코올(95.0V/V%)
- 에틸에테르[C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>]  
0.4% 수산화나트륨용액과 물로 차례로 씻어 준 다음 무수황산나트륨으로 탈수하고 증류하여 사용한다.
- 염산[HCl](35.0%이상)
- 염산용액(1N)  
염산 90ml에 물을 넣어 1,000ml로 한다.
- 염산용액(0.1N)  
1N-염산용액을 물로 10배 희석한다.
- 염산(비소 시험용)  
비소 0.01mg/ℓ 이하를 함유하는 것을 사용한다.
- 염산(1+1)(비소시험용)  
염산(비소시험용)과 비소를 함유하지 않은 물을 사용하여 조제한다.
- 염산히드록실아민[NH<sub>2</sub>OH·HCl]
- 염산히드록실아민(10W/V%)(수은시험용)  
염산히드록실아민 10g을 물에 녹여 100ml로 한다. 필요에 따라서 이것을 분액깔때기에 옮기고 소량의 디티존 사염화탄소용액(0.005W/V%)을 넣고 흔들어 섞고 정치하여 사염화탄소층을 분리한다. 사염화탄소층이 변색하지 않을 때까지 이 조작을 반복하여 수층을 건조한 여지로 여과하여 사염화탄소의 작은 방울을 제거한다.
- 염화제이철용액(비소 시험용)

염화제이철(6수화물) 5g을 염산(1+1)(비소시험용) 10ml와 물에 녹여 100ml로 한다.

- 염화제일주석(2수화물) [SnCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O]
- 염화제일주석용액(비소 시험용 I)  
염화제일주석(2수화물) 10g을 염산(비소 시험용)에 넣어 녹이고 염산(비소 시험용)을 넣어 100ml로 한다.
- 염화제일주석용액(수은 시험용)  
염화제일주석(2수화물) 10g에 황산(1+20)(수은 시험용) 60ml를 넣어 섞으면서 가열하여 녹이고 냉각시킨 다음 물을 넣어 100ml로 한다.
- 가스크로마토그래프용 1.5% 실리콘 OV-17
- 가스크로마토그래프용 5% OV-17
- 가스크로마토그래프용 0.5% 실리콘 OV-225
- 요오드화칼륨[KI]
- 요오드화칼륨용액(20W/V%)(비소시험용)  
요오드화칼륨 20g을 물에 녹여 100ml로 한다.  
사용할 때 조제한다.
- 유기인 정제용 칼럼용출액(규산 칼럼용)  
크로마토그래프용 노말헥산 400ml를 분액깔때기에 넣고 니트로메탄 20ml를 넣어 5분간 흔들어 섞은 다음 정치하여 상층의 니트로메탄 포화노말헥산을 사용한다.
- 유기인 정제용 칼럼용출액(플로리실 칼럼용)  
초산부틸 및 이소프로필알콜 각 5ml씩을 섞고 크로마토그래프용 노말헥산을 넣어 100ml로 한다.
- 유기인 정제용 칼럼용출액(활성탄 칼럼용)

- 크로마토그래프용 벤젠을 사용한다.
- 유도체시약(페놀)
  - 크로마토그래프용 이산화규소
  - 이피엔[C<sub>14</sub>H<sub>14</sub>NO<sub>4</sub>PS](98.0% 이상)
  - o-크실렌 [o-C<sub>8</sub>H<sub>10</sub>](98.0%이상)
  - m-크실렌 [m-C<sub>8</sub>H<sub>10</sub>](98.0%이상)
  - p-크실렌 [p-C<sub>8</sub>H<sub>10</sub>](98.0%이상)
  - 주석산[C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>6</sub>]
  - 주석산용액(2W/V%)(카드뮴 시험용)  
주석산 2g을 물에 녹여 100ml로 한다.  
구연산이암모늄용액(10W/V%)과 같은 방법으로 디티조 사염화탄소용액(0.005W/V%)으로 씻은 다음 사용한다.
  - 크로마토그래프용 증류수  
증류수를 크로마토그래프용 노말헥산으로 씻어주고 사용한다.
  - 지르코닐산 용액  
ZrOCl<sub>2</sub>·8H<sub>2</sub>O 133 mg을 물 약 25 ml에 녹인후, 진한 HCl 350 ml를 가하고, 물로 500 ml까지 채운다.
  - 진콘[C<sub>20</sub>H<sub>15</sub>O<sub>6</sub>N<sub>4</sub>SNa]
  - 진콘용액  
진콘 0.130 g을 취하여 메틸알코올(95.0 V/V %) 약 50 ml를 넣어 약 50°C 이하에서 가운하여 녹이고 메틸알코올(95.0 V/V %)을 넣어 100 ml로 한다.
  - 질산[HNO<sub>3</sub>]  
비중 : 약 1.42

- 질산(0.5 M)  
질산 32 ml를 물로 희석하여 1,000 ml로 한다.
- 질산암모늄[NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>]
- 질산은[AgNO<sub>3</sub>]
- 질소(가스)[N<sub>2</sub>](99.9% 이상)
- 초산[CH<sub>3</sub>COOH](99~100%)
- 초산납(3수화물)[Pb(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>·3H<sub>2</sub>O]
- 초산납용액(10W/V%)  
초산납(3수화물) 11.8g을 물과 초산 1~2방울에 녹이고 물을 넣어 100 ml로 한다.
- 초산부틸[CH<sub>3</sub>COOCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>]
- 초산아연[Zn(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>]
- 쿠페론[C<sub>6</sub>H<sub>9</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub>] (니트로소페닐히드록실아민 암모늄염)
- 쿠페론용액(5W/V%)  
쿠페론 5g을 물에 녹여 100ml로 한다.  
사용할때 조제한다.
- m-크레솔퍼플[C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>SO<sub>5</sub>]
- m-크레솔퍼플 에틸알코올용액(0.1W/V%)  
m-크레솔퍼플 0.1g을 에틸알코올(95.0V/V%) 50ml에 녹이고 물을 넣어 100ml로 한다.
- 클로라민 T(3수화물) [C<sub>7</sub>H<sub>7</sub>CINNaO<sub>2</sub>S·3H<sub>2</sub>O]
- 클로라민 T용액(1W/V%)  
클로라민 T(3수화물) 1.25g을 물에 녹여 100ml로 한다.  
사용할때 조제한다.

- 크로마토그래프용 크로모솔브 G(DMCS) (60~80mesh)
- 크로마토그래프용 크로모솔브 W(AW-DMS)(60~80mesh)
- 크로마토그래프용 크로모솔브 W(AW-DMCS)(80~100mesh)
- 크로마토그래프컬럼용 크로모솔브 W(PCB시험용)  
산으로 씻은 다음 시란처리한 크로모솔브 W[Chromosorb W(149~177 $\mu$ m)]
- 클로르포름[CHCl<sub>3</sub>]
- 무수탄산칼륨[K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>]
- 테트라수산칼륨[KH<sub>3</sub>(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)<sub>2</sub>](pH측정용)
- 톨루엔[C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>CH<sub>3</sub>](98.0% 이상)
- 트리옥틸아민[(C<sub>8</sub>H<sub>17</sub>)<sub>3</sub>N]
- 티사브용액(TISAB Soln.)  
염화나트륨 58 g과 구연산이암모늄 4 g을 물 500 ml에 녹이고 초산 57 ml를 넣은 다음 20% 수산화나트륨용액으로 pH 5.2로 조절하고 물을 넣어 1,000 ml로 한다.
- 페놀[C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>OH](98.0%이상)
- 페놀프탈레인[C<sub>20</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub>]  
변색범위 pH : (무색) 8.0~10.0(홍색)
- 페놀프탈레인 에틸알코올용액(0.5W/V%)  
페놀프탈레인 0.5g을 에틸알코올(95V/V%) 90ml에 녹이고 물을 넣어 100ml로 한다. 이 액에 수산화나트륨용액(0.02N)을 넣어 액의 색을 홍색으로 한다.
- 펜타코산[C<sub>25</sub>H<sub>52</sub>]
- 펜타클로로페놀[C<sub>6</sub>Cl<sub>5</sub>OH](98.0%이상)
- 노말펜탄[C<sub>5</sub>H<sub>12</sub>]

- 펜토에이트[C<sub>12</sub>H<sub>17</sub>O<sub>4</sub>PS<sub>2</sub>](98% 이상)
- 포수클로랄[CCl<sub>3</sub>CHOH<sub>2</sub>O]
- 포수클로랄용액(10 W/V %)  
포수클로랄 10 g을 물에 녹여 100 ml로 한다.
- 플루오르벤젠(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>F)
- 2-플로로비페닐[C<sub>12</sub>H<sub>9</sub>F]
- 플로리실
- 크로마토그래프용 플로리실  
플로리실 100g에 크로마토그래프용 노말헥산 50ml를 흔들어 섞고 여과한다. 잔사에 크로마토그래프용 노말헥산 25ml를 섞고 여과하여 풍건한다. 이 액 10 $\mu$ l를 마이크로실린지를 사용하여 가스크로마토그래프에 주입하여 PCB의 예기 머무름시간 부근에서 피크가 나타나지 않는 것을 사용한다.
- 2-프로판올[2-CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>(OH)CH<sub>3</sub>]
- 피로인산 나트륨(10수화물)[Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>]
- 피로인산 나트륨 10수화물용액(5%)  
피로인산 나트륨 10수화물 5g을 물에 녹여 100ml로 한다.
- 피리딘[C<sub>5</sub>H<sub>5</sub>N]
- 피리딘·피라졸론혼액  
1-페닐-3-메틸-5-피라졸론 0.25g을 75°C의 열수 100ml에 녹이고 실온으로 냉각하여 비스(1-페닐-3-메틸-5-피라졸론) 0.02g을 피리딘 20ml에 녹인 액과 섞는다. 사용할 때 조제한다.
- 피·시·비(P.C.B)(폴리클로리네이티드비페닐)
- P.C.B(2염소)[C<sub>12</sub>H<sub>8</sub>Cl<sub>2</sub>](표준시약) 일반상품명 : KC-200

- P.C.B(3염소)[C<sub>12</sub>H<sub>7</sub>Cl<sub>3</sub>](표준시약) 일반상품명 : KC-300
- P.C.B(4염소)[C<sub>12</sub>H<sub>6</sub>Cl<sub>4</sub>](표준시약) 일반상품명 : KC-400
- P.C.B(5염소)[C<sub>12</sub>H<sub>5</sub>Cl<sub>5</sub>](표준시약) 일반상품명 : KC-500
- P.C.B(6염소)[C<sub>12</sub>H<sub>4</sub>Cl<sub>6</sub>](표준시약) 일반상품명 : KC-600
- 노말헥산[C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>]
- 크로마토그래프용 노말헥산  
노말헥산 300ml를 취하여 농축하여 약 3ml로 한다. 이 액 10 $\mu$ l를 마이크로 실린지를 사용하여 가스크로마토그래프에 주입하였을 때 노말헥산의 예기 머무름(維持)시간에서 피이크가 나타나고 이외의 피이크가 나타나지 않는 것을 사용한다.
- 헥산 전개액  
유기인 정제용 칼럼용출액(규산칼럼용)과 같다.
- 헬륨(가스) [He] (99.9%이상)
- 활성탄[C]
- 황산[H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>](95.0%이상)
- 황산용액(2N)  
황산 60ml를 물 1 l 중에 섞으면서 천천히 넣어 식힌다.
- 황산(수은 시험용)  
필요에 따라 황산을 감압증류(5mmHg)하여 전체의 1/2에 상당하는 증류(中溜)를 취하여 같은 양의 수은을 함유하지 않은 물에 주의하여 섞는다.
- 황산(1+1)(수은 시험용)  
황산(수은 시험용)과 수은을 함유하지 않은 물을 사용하여 조제한다.
- 무수황산나트륨[Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>]
- 크로마토그래프용 무수황산나트륨

무수황산나트륨 100g에 크로마토그래프용 노말헥산 50ml를 흔들어 섞고 여과한다. 잔사에 크로마토그래프용 노말헥산 25ml를 섞고 여과하여 풍건한다. 이 액 10 $\mu$ l를 마이크로실린지를 사용하여 가스크로마토그래프에 주입하여 PCB의 예기 머무름(維持)시간 부근에서 피이크가 나타나지 않는 것을 사용한다.

- 황산아연[ZnSO<sub>4</sub>]
- 황산암모늄[(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>]
- 황산제이철암모늄(12수화물)[FeNH<sub>4</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·12H<sub>2</sub>O]
- 황산제이철암모늄용액  
황산제이철암모늄(12수화물) 5g을 황산(1+1) 1ml에 녹이고 물을 넣어 100ml로 한다.
- 황산제일철암모늄(6수화물) [FeSO<sub>4</sub>(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>·6H<sub>2</sub>O]
- 황산제일철암모늄용액  
황산제일철암모늄(6수화물) 3.5g을 황산 0.5ml와 물에 녹여 100ml로 한다.

## 제2항 완충액

- 염화칼륨·수산화나트륨완충액(pH 9.0)  
4% 수산화나트륨용액 213 ml에 물을 넣어 약 600 ml로 한 후 염화칼륨 37.8 g 및 붕산 31 g을 넣어 녹인 다음 물을 넣어 1,000 ml로 한다. 유리마개병에 넣어 보관한다.
- 인산염완충액(pH 6.8)  
인산이수소칼륨 34g과 무수 인산일수소나트륨 35.6g을 물에 녹여 1,000ml로 한다.

- 인산·탄산염 완충액(수은시험용)  
인산일수소나트륨(12수화물) 150g과 무수탄산칼륨 38g을 물에 녹여 1,000ml로 한다. 이 액을 분액깔때기에 옮기고 구연산이암모늄용액(10W/V%)과 같은 방법으로 디티존 사염화탄소용액(0.005W/V%)으로 씻은 다음 사용한다.
- 프탈산수소칼륨완충액(pH 3.4)  
프탈산수소칼륨용액(0.2M) 250ml의 염산용액(0.2M) 50ml를 섞고 물을 넣어 1,000ml로 한다.

### 제3항 표준액

- 구리표준액(0.05, 0.01, 0.001mg Cu/ml)  
구리표준원액 500, 100, 10ml씩을 정확히 취하여 물을 넣어 정확히 1,000ml로 한다.
- 구리표준원액(0.1mg Cu/ml)  
금속구리(99.9%이상) 0.1g에 질산(1+2) 20ml를 넣어 녹이고 가열하여 질소산화물을 추출한 다음 물을 넣어 정확히 1,000ml로 한다. 또는 황산구리(5수화물)(표준시약) 0.393g을 질산(1+1) 20ml에 녹이고 물을 넣어 정확히 1,000ml로 한다.
- 납 표준액(0.05, 0.01, 0.001mg Pb/ml)  
납 표준원액 500, 100, 10ml씩을 정확히 취하여 물을 넣어 정확히 1,000ml로 한다.
- 납 표준원액(0.1mg Pb/ml)  
납(99.9%이상) 0.1g을 질산(1+3) 40ml에 녹이고 가열하여 질소산화물을 추출한 다음 방냉하고 물을 넣어 정확히 1,000ml로 한다. 또는 질산

- 납(표준시약) 1.60g을 소량의 질산(1+1) 20ml와 소량의 물에 녹이고 물을 넣어 정확히 1,000ml로 한다.
- 노말알칸 표준원액 (작수번의 노말알칸으로 각 성분별 0.5mg C<sub>8</sub>H<sub>18</sub>~C<sub>40</sub>H<sub>82</sub>/ml)  
미리 희석하여 판매되는 표준원액을 사용한다.
- 니켈 표준원액(0.1 mg Ni/ml)  
니켈(99.9% 이상) 0.1000 g을 염산 10 ml와 질산(1+1) 10 ml에 녹이고 가열하여 질소산화물을 추출한 다음 방냉하고 물을 넣어 정확히 1,000 ml로 한다. 또는 황산니켈 암모늄(6 수화물) (표준시약) 0.6730 g을 물과 질산 10 ml를 넣어 녹이고 물을 넣어 정확히 1,000 ml로 한다.
- 니켈표준액(0.01 mg Ni/ml)  
니켈 표준원액 100 ml를 정확히 취하여 묽은 질산 20 ml와 물을 넣어 정확히 1,000 ml로 한다.
- 니켈 표준액(0.05 mg Ni/ml)  
니켈 표준원액 500 ml를 정확히 취하여 물을 넣어 정확히 1,000 ml로 한다.
- 니켈 표준액(0.005 mg Ni/ml)  
니켈 표준원액 50 ml를 정확히 취하여 물을 넣어 정확히 1,000 ml로 한다.
- 다이아지논 표준액(5μg C<sub>12</sub>H<sub>21</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>PS/ml)  
다이아지논(98.0%이상) 적당량을 정밀히 취하여 크로마토그래프용 노말헥산으로 정확히 5μg/ml로 희석한다.
- 메틸디메톤 표준액(5μg C<sub>6</sub>H<sub>15</sub>O<sub>3</sub>PS<sub>2</sub>/ml)  
메틸디메톤(98.0%이상) 적당량을 정밀히 취하여 크로마토그래프용 노말헥산으로 정확히 5μg/ml로 희석한다.

- 불소표준원액(1,000  $\mu\text{g F}^-/\text{ml}$ )  
100% NaF분말을 니켈도가니에 넣고 500~550°C에서 50분간 가열한 후 데시케이터에서 방냉시킨 다음 2.2100 g을 정확히 달아 물에 녹여 정확히 1 l 로 하고 폴리에틸렌병에 보관한다.
- 불소표준액(100  $\mu\text{g F}^-/\text{ml}$ )  
불소 표준원액 10 ml를 정확히 취하여 물을 넣어 정확히 100 ml로 한다.
- 불소표준액(10  $\mu\text{g F}^-/\text{ml}$ )  
불소 표준원액 10 ml를 정확히 취하여 물을 넣어 정확히 100 ml로 한 다음 이 용액 10 ml를 정확히 취하여 물을 넣어 정확히 100 ml로 한다.
- 벤젠, 톨루엔, 에틸벤젠, o-크실렌, m-크실렌, p-크실렌 혼합표준액 (각 성분별 0.2 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ) 10ml 용량플라스크에 벤젠·톨루엔·에틸벤젠·o-크실렌, m-크실렌, p-크실렌이 각각 2mg 상당하는 표준원액을 시린지로 취하여 넣고 메틸알코올로 표선까지 채운다음 마개를 하고 플라스크를 흔들어서 혼합한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 아니하도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고에 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.
- 벤젠, 톨루엔, 에틸벤젠, o-크실렌, m-크실렌, p-크실렌 혼합표준원액 미리 희석하여 판매되는 표준원액(0.1~1mg/ml)을 사용하거나 각 물질별 표준원액을 다음과 같이 조제한다.  
(가) 10ml 용량플라스크에 메틸알코올 9.8ml를 넣고 마개를 연 상태에서 용량플라스크의 표면에 묻은 모든 메틸알코올이 마를 때까지 약 10분간 방치한 다음 0.1mg 단위까지 무게를 잰다.  
(나) 각각의 용량플라스크에 100 $\mu\text{l}$  시린지로 위의 표준물질을 취하여 플라스크의 내벽에 닿지 아니하도록 조심하면서 메틸알코올에 직

접 2-3방울을 넣는다.

- (다) 다시 무게를 잰다. 이어서 메틸알코올로 표선까지 채운 다음 마개를 하고 플라스크를 흔들어서 혼합한다.
- (라) 각각의 표준물질의 첨가량을 구하여 표준원액의 농도( $\mu\text{g}/\text{ml}$ )를 구한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 아니하도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고(4°C 이하)에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.
- 비소 표준액(0.001mg As/ml)  
비소 표준원액 10ml를 정확히 취하여 물을 넣어 정확히 1,000ml로 한다.
- 비소 표준액(0.0001mg As/ml)  
비소 표준액(0.001mg As/ml) 10ml를 정확히 취하여 염산(1+10) 2ml와 물을 넣어 정확히 100ml로 한다.
- 비소 표준원액(0.1mg As/ml)  
삼산화비소(표준시약) 0.132g에 4% 수산화나트륨용액 2ml를 넣어 녹이고 물을 넣어 약 500ml로 한 다음 황산(1+10)을 넣어 약산성으로 하고 물을 넣어 정확히 1,000ml로 한다.
- 수은 표준액(0.001, 0.0001mg Hg/ml)  
수은 표준원액 10ml를 정확히 취하여 물을 넣어 정확히 500ml로 한 다음 이 액 100, 10ml씩을 정확히 취하여 물을 넣어 정확히 1,000ml로 한다. 사용할 때 조제한다.
- 수은 표준원액(0.5mg Hg/ml)  
염화제이수은(표준시약) 0.678g을 물에 녹이고 질산(1+1) 10ml와 물을 넣어 정확히 1,000ml로 한다.
- 시안이온 표준액(0.001mg CN $^-$ /ml)

시안이온으로서 10mg에 해당하는 양의 시안 표준원액의 ml수를 정확히 취하여 2% 수산화나트륨용액 100ml와 물을 넣어 정확히 1,000ml로 한다. 이 액 10ml를 정확히 취하여 물을 넣어 정확히 100ml로 한다. 사용할 때 조제한다.

- 시안이온 표준원액(약 1mg CN<sup>-</sup>/ml)

시안화칼륨(표준시약) 2.51g을 물에 녹여 1,000ml로 한다. 이 액은 사용시 조제하며 정확한 농도는 다음과 같이 표정하여 구한다.

표정 : 시안이온 표준원액 100ml를 정확히 취하여 2W/V% 수산화나트륨용액 1ml와 지시약으로 p-디메틸아미노벤지리덴로다닌아세톤용액(0.02W/V%) 0.5ml를 넣고 0.1N-질산은액으로 액의 황색이 적색으로 되는 점을 종말점으로 하여 적정한다.

$$C = a \times f \times 5.204 \times \frac{1}{100}$$

C : 시안의 함량(mg/ml)

a : 0.1N-질산은액 소비량(ml)

f : 0.1N-질산은액의 역가(factor)

- 아연표준원액(0.1 mg Zn/ml)

금속아연(99.9% 이상) 0.1000 g을 질산(1+1) 20 ml에 녹이고 가열하여 질소산화물을 추출한 다음 방냉하고 물을 넣어 정확히 1,000 ml로 한다.

- 아연표준액(0.05 mg Zn/ml)

아연 표준원액 500 ml를 정확히 취하여 물을 넣어 정확히 1,000 ml로 한다.

- 아연표준액(0.01 mg Zn/ml)

아연 표준원액 100 ml를 정확히 취하여 묽은 질산 20 ml와 물을 넣어 정확히 1,000 ml로 한다.

- 아연표준액(0.002 mg Zn/ml)

아연 표준원액 20 ml를 정확히 취하여 물을 넣어 정확히 1,000 ml로 한다.

- 이피엔 표준액(5μg C<sub>14</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub>NPS/ml)

이피엔(98.0%이상) 적당량을 정밀히 취하여 크로마토그래프용 노말헥산으로 정확히 5μg/ml로 희석한다.

- 카드뮴 표준액(0.01, 0.001mg Cd/ml)

카드뮴 표준원액 100, 10ml씩을 정확히 취하여 물을 넣어 정확히 1,000ml로 한다.

- 카드뮴 표준원액(0.1mg Cd/ml)

금속 카드뮴(99.9% 이상) 0.100g을 질산(1+1) 20ml에 녹이고 가열하여 질소 산화물을 추출한 다음 물을 넣어 정확히 1,000ml로 한다.

- 크롬 표준액(0.01, 0.002mg Cr/ml)

크롬 표준원액 100, 20ml씩을 정확히 취하여 물을 넣어 정확히 1,000 ml로 한다.

- 크롬 표준원액(0.1mg Cr/ml)

중크롬산칼륨(표준시약) 0.283g을 물에 녹여 정확히 1,000ml로 한다.

- 테트라클로로에틸렌 표준원액(약 20 mg C<sub>2</sub>Cl<sub>4</sub>/ml)

50 ml 용량플라스크에 가스크로마토그래프용 메탄올 약 40 ml를 넣고 밀봉하여 그 무게를 정확히 측정한다 다음 여기에 테트라클로로에틸렌 약 0.6 ml를 신속히 넣고 즉시 밀봉하여 그 무게를 측정하고 가스크로마토그래프용 메탄올을 넣어 표선까지 채운다. 이 표준원액의 농도는 전후의 무게차로 부터 구한다.

- 테트라클로로에틸렌 표준액(0.2 mg C<sub>2</sub>Cl<sub>4</sub>/ml)  
테트라클로로에틸렌으로서 20 mg에 상당하는 테트라클로로에틸렌 표준원액 수 ml를 정확히 취하여 미리 가스크로마토그래프용 메탄올 약 80 ml를 넣어둔 100 ml 용량플라스크에 넣고 가스크로마토그래프용 메탄올을 넣어 표선까지 채운다.
- 트리클로로에틸렌 표준원액(약 20 mg C<sub>2</sub>HCl<sub>3</sub>/ml)  
50 ml 용량 플라스크에 가스크로마토그래프용 메탄올 약 40 ml를 넣고 밀봉하여 그 무게를 정확히 측정한 다음 여기에 트리클로로에틸렌 약 0.7 ml를 신속히 넣고 즉시 밀봉하여 그 무게를 측정하고 가스크로마토그래프용 메탄올을 넣어 표선까지 채운다. 이 표준원액의 농도는 전후의 무게차로부터 구한다.
- 트리클로로에틸렌 표준액(0.2 mg C<sub>2</sub>HCl<sub>3</sub>/ml)  
트리클로로에틸렌으로서 20 mg에 상당하는 트리클로로에틸렌 표준원액 수 ml를 정확히 취하여 미리 가스크로마토그래프용 메탄올 약 80 ml를 넣어둔 100 ml 용량플라스크에 넣고 가스크로마토그래프용 메탄올을 넣어 표선까지 채운다
- 트리클로로에틸렌, 테트라클로로에틸렌 혼합표준용액(0.2 mg C<sub>2</sub>HCl<sub>3</sub>/ml, 0.2 mg C<sub>2</sub>Cl<sub>4</sub>/ml) 100 ml 용량플라스크에 가스크로마토그래프용 메탄올 약 80 ml를 넣고 여기에 트리클로로에틸렌표준액(20 mg C<sub>2</sub>HCl<sub>3</sub>/ml) 및 테트라클로로에틸렌 표준액(20 mg C<sub>2</sub>Cl<sub>4</sub>/ml) 각각 1 ml씩을 정확히 넣은 다음 가스크로마토그래프용 메탄올을 넣어 표선까지 채운다.
- 파라티온 표준액(5μg C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>NO<sub>5</sub>PS/ml)  
파라티온(98.0%이상) 적당량을 정밀히 취하여 크로마토그래프용 노말헥산으로 정확히 5μg/ml로 희석한다.
- 페놀표준액(10μg C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>OH/ml)  
페놀표준원액 적당량을 정확히 취하여 2-프로판올로 정확히 10배 희석한다.
- 페놀표준원액(100μg C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>OH/ml)  
페놀(98.0% 이상) 적당량을 정밀히 취하여 2-프로판올로 정확히 100 μg/ml로 희석한다.
- 펜타클로로페놀표준액(10μg C<sub>6</sub>Cl<sub>5</sub>OH/ml)  
펜타클로로페놀표준원액 적당량을 정확히 취하여 2-프로판올로 정확히 10배 희석한다.
- 펜타클로로페놀표준원액(100μg C<sub>6</sub>Cl<sub>5</sub>OH/ml)  
펜타클로로페놀(98.0% 이상) 적당량을 정밀히 취하여 2-프로판올로 정확히 100μg/ml로 희석한다.
- 펜토에이트 표준액(5μg C<sub>12</sub>H<sub>17</sub>O<sub>4</sub>PS<sub>2</sub>/ml)  
펜토에이트(98.0% 이상) 적당량을 정밀히 취하여 크로마토그래프용 노말헥산으로 정확히 5μg/ml로 희석한다.
- 플루오로벤젠 내부 표준액(10 mg/ml)  
벤젠, 톨루엔, 에틸벤젠, o-크실렌, m-크실렌, p-크실렌 혼합표준액 조제 방법과 같다.
- 플루오로벤젠 내부 표준원액  
벤젠, 톨루엔, 에틸벤젠, o-크실렌, m-크실렌, p-크실렌 혼합표준원액 조제 방법과 같다.
- α,α,α-trifluorotoluene 표준액(0.2 mg/ml)  
벤젠, 톨루엔, 에틸벤젠, o-크실렌, m-크실렌, p-크실렌 혼합표준액

조제 방법과 같다.

- $\alpha, \alpha, \alpha$ -trifluorotoluene 표준원액  
벤젠, 톨루엔, 에틸벤젠, *o*-크실렌, *m*-크실렌, *p*-크실렌 혼합표준원액 조제 방법과 같다.
- ortho-terphenyl 및 nonatriacontane( $C_{39}$ ) 표준액(ortho-terphenyl 50  $\mu\text{g}/\text{ml}$ , nonatriacontane( $C_{39}$ ) 100  $\mu\text{g}/\text{ml}$ ) 10 ml 용량플라스크에 각각 0.5 mg, 1 mg에 해당하는 ortho-terphenyl과 nonatriacontane( $C_{39}$ ) 표준원액을 마크로시린지로 취하여 넣고 디클로로메탄으로 표선까지 채운 다음 마개를 하고 플라스크를 흔들어서 혼합한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 아니하도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 냉장고에 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.
- ortho-terphenyl 및 nonatriacontane( $C_{39}$ ) 표준원액  
미리 희석하여 판매하는 표준원액(ortho-terphenyl 2,000  $\mu\text{g}/\text{ml}$ , nonatriacontane( $C_{39}$ ) 3,000  $\mu\text{g}/\text{ml}$ )을 사용하거나 각 물질별 표준원액을 다음과 같이 조제한다.
  - (가) 10ml 용량플라스크에 디클로로메탄 9.8ml를 넣고, 마개를 연 상태에서 용량플라스크의 표면에 묻은 모든 디클로로메탄이 마를 때까지 약 10분간 방치한 다음 0.1mg 단위까지 무게를 단다.
  - (나) 각각의 용량플라스크에 100 $\mu\text{l}$  실린지로 ortho-terphenyl 및 nonatriacontane ( $C_{39}$ )의 농도가 2,000  $\mu\text{g}/\text{ml}$  및 3,000  $\mu\text{g}/\text{ml}$ 에 해당하는 표준물질 일정량을 취하여 플라스크의 내벽에 닿지 않도록 조심하면서 디클로로메탄에 직접 2~3 방울 넣는다.
  - (다) 다시 0.1mg 단위까지 무게를 달고 디클로로메탄으로 표선까지 채운 다음 마개를 하고 플라스크를 흔들어서 섞는다.

(라) 각각의 표준물질의 첨가량을 구하여 표준원액의 농도( $\mu\text{g}/\text{ml}$ )를 구한다. 이 용액은 될 수 있는 대로 여러 개의 바이알에 공기층이 남지 않도록 나누어 넣은 다음 밀봉하여 4 $^{\circ}\text{C}$  이하에서 보존하고, 4주일 이내에 사용한다.

- PCB(2염소) 표준액(0.001mg  $C_{12}H_8Cl_2/\text{ml}$ )  
PCB(2염소)(표준시약) 0.1g을 정확하게 달아 크로마토그래프용 노말헥산에 녹여 정확히 1,000ml로 한다. 이 액 10ml를 정확히 취하여 크로마토그래프용 노말헥산을 넣어 정확히 1,000ml로 한다.
- PCB(3염소) 표준액(0.001mg  $C_{12}H_7Cl_3/\text{ml}$ )  
PCB(3염소)(표준시약) 0.1g을 정밀히 취하여 크로마토그래프용 노말헥산에 녹여 정확히 1,000ml로 한다. 이 액 10ml를 정확히 취하여 크로마토그래프용 노말헥산을 넣어 정확히 1,000ml로 한다.
- PCB(4염소) 표준액(0.001mg  $C_{12}H_6Cl_4/\text{ml}$ )  
PCB(4염소)(표준시약) 0.1g을 정밀히 취하여 크로마토그래프용 노말헥산에 녹여 정확히 1,000ml로 한다. 이 액 10ml를 정확히 취하여 크로마토그래프용 노말헥산을 넣어 정확히 1,000ml로 한다.
- PCB(5염소) 표준액(0.001mg  $C_{12}H_5Cl_5/\text{ml}$ )  
PCB(5염소)(표준시약) 0.1g을 정확하게 달아 크로마토그래프용 노말헥산을 녹여 정확히 1,000ml로 한다. 이 액 10ml를 정확히 취하여 크로마토그래프용 노말헥산을 넣어 정확히 1,000ml로 한다.
- PCB(6염소) 표준액(0.001mg  $C_{12}H_4Cl_6/\text{ml}$ )  
PCB(6염소)(표준시약) 0.1g을 정확하게 달아 크로마토그래프용 노말헥산에 녹여 정확히 1,000ml로 한다. 이 액 10ml를 정확히 취하여 크로마토그래프용 노말헥산을 넣어 정확히 1,000ml로 한다.

• PCB 혼합표준액

시험담당자의 경험에 의한 판단에 따라 다음 예와 같이 PCB표준액을 일정한 용량비로 혼합하여 사용한다.

<예>

KC-300+KC-400(1:1)

KC-300+KC-500(1:1)

KC-300+KC-600(1:1)

KC-400+KC-500(1:1)

KC-400+KC-600(1:1)

KC-500+KC-600(1:1)

KC-300+KC-400+KC-500(1:1:1)

KC-300+KC-400+KC-500+KC-600(1:1:1:1)

KC-300+KC-400+KC-500+KC-600(3:3:2:0.5)

부 칙 ('96. 3. 5)

- ① (시행일) 이 고시는 고시한 날로부터 시행합니다.
- ② (다른 고시와의 관계) 환경부고시 제1995-91호 수질오염공정시험방법 중 II. 토양편을 다음과 같이 개정합니다.
  1. '제2장 일반시험방법중 제1항 시료 채취방법, 제2항 시료조제방법'을 삭제 합니다.
  2. '제3장 항목별시험방법중 제1항 수소이온농도, 제2항 구리, 제3항 카드뮴 (토양), 제5항 비소'를 삭제합니다.

부 칙 ('96. 8. 2)

- ① (시행일) 이 고시는 고시한 날로부터 시행합니다.

부 칙 ('97. 11. 17)

- ① (시행일) 이 고시는 고시한 날로부터 시행합니다.

부 칙 ('98. 2. 28)

- ① (시행일) 이 고시는 고시한 날로부터 시행합니다.

부 칙 ('99. 7. 20)

- ① (시행일) 이 고시는 고시한 날로부터 시행합니다.

부 칙 ('02. 2. 19)

- ① (시행일) 이 고시는 고시한 날로부터 시행합니다.

부 칙 ('02. 7. 24)

- ① (시행일) 이 고시는 고시한 날로부터 시행합니다.

부 칙 ('07. 2. 14)

- ① (시행일) 이 고시는 고시한 날로부터 시행합니다.