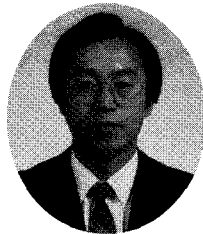


수질측정분석의 정도관리

〈상〉



李寅善

〈국립환경연구원 수질화학담당관〉

1. 서론

생활수준의 향상과 더불어 삶의 질을 향상시키고 사람을 포함한 생태계에 미치는 오염물질을 관리하기 위하여는 정확한 오염현황 자료가 필요하다. 환경에 영향을 미치는 오염물질 농도는 매우 낮기 때문에 이들 물질을 측정분석하기 위하여는 측정분석 요원의 측정기술 능력, 측정장비, 측정분석에 소요되는 시약 및 초자, 기타 실험실 분위기와 측정요원의 근무여건 등이 최적의 상태로 상호 조화를 이루어야 정확한 측정 자료를 얻을 수 있다.

정확한 측정자료를 얻기 위하여는 모든 측정과정이 포함된 측정분석 정도관리가 필요하며 측정결과에 영향을 미칠 수 있는 시료채취, 운송 및 보관, 측정분석 그리

고 측정결과의 정리단계에서 오차요인을 제거하는 노력이 필요하다.

본고에서는 측정분석 과정 중 오차요인을 많이 포함하고 있는 환경시료 채취 방법, 환경시료 전처리 방법 그리고 측정분석 정도관리 방법에 대한 고찰을 통하여 수질측정분석 정도를 향상할 수 있는 방안을 강구하고자 한다.

2. 시료채취

측정은 어떤 대상시료가 갖은 특성을 분명히 하는 수단이며 측정의 배경에는 반드시 어떤 목적이 있다. 예를 들면 공장폐수의 수질기준을 충족하고 있는가 어떤가 또는 처리장치가 기대하는 효과를 나타내고 있는가 등 여러가지의 목적이 있다. 어떤 경우에도 측정

은 그 데이터를 통하여 대상시료의 배후에 있는 모집단이 조사목적에 대하여 어떤 위치에 있는가를 추정하기 위하여 행하여진다.

목적이 다르면 선택되는 측정방법이나 시료도 다른 것은 당연하다. 그러므로 목적에 맞도록 적절히 또한 시료를 대표할 수 있도록 채취하여야 함은 물론이나 환경시료는 시간적, 공간적으로 계속 변하며 채취한 시료도 시간의 경과에 수반하여 질적 변화가 진행된다. 다음으로 측정데이터는 시료채취, 농축, 전처리, 측정분석 등 일련의 조작과정 마다 오차가 포함되며 그 요인은 매우 복잡하게 연결되어 있다.

측정시료는 목적으로하는 모집단으로 부터 일부를 취한 것이다. 그러므로 시료가 모집단으로 부터 같은 확률로 취하여지도록 시료채

취를 계획하지 않으면 시료채취 단계에서 부터 틀린 정보를 얻을 가능성이 포함된다. 일반적으로 측정법의 정도나 감도에는 대단히 관심이 크나, 시료채취에 대한 관심은 반드시 높다고는 할 수 없다. 그러므로 표준분석법에 비하여 시료채취가 주관적, 편견적, 또는 치우친 장소에서 수행될 수 있으며 작업표준이 아직 충분히 검토되어 있지 않은 실정이다. 일반적으로 측정대상으로 부터 시료의 채취, 운송 및 보존 등의 전처리과정을 시료채취라 한다.

2.1 시료채취의 개념

환경시료의 측정분석 과정에는 시료의 분취, 추출, 증류, 시약 등의 반응, 흡광도 등의 측정 등 조작의 단계가 많고 복잡하기 때문에 오차를 일으킬 기회가 많다. 일반적으로 평량오차는 평량값의 0.1-0.2mg, 용량의 측정오차는 0.1-0.2%, 흡광도의 측정 오차는 1-2%이다. 측정 이외의 조작에서 큰 오차가 생기는 것이 경험적으로 알려져 있다. 시료로 주어지는 물질이 완전히 균일한 표준물질이며 분석조작이 주의 깊게 행하여 졌다하여도 반복조작을 행하는 경우에 얻어지는 특성치의 실험값은 분석조작이 복잡하면 할수록 큰 폭으로 변한다. 이 특성치의 변화 폭 또는 모집단으로 부터 반복 시료채취를 행하였을 때의 시료의 변화폭을 일반적으로 정도라 한다. 그러므로 정도에는 측정정도, 분석정도, 시료채취정도 등이 있다.

위에서 기술한 바와 같이 여러 환경관리인. 1993. 2

가지 조작과정이 포함되기 때문에 정확한 측정값을 얻는 것은 매우 어렵다. 그러므로 반복측정을 행하여서 평균값을 얻어도 그 평균값에 차이가 있다. 이들 변화의 정도는 통계량의 분포를 구함에 의하여 분명히 할 수가 있다. 오염물질의 측정값은 일반적으로 정규분포 또는 대수 정규분포를 나타내는 것으로 알려져 있다.

2.2 수질 시료채취

2.2.1 시료 채취 방법

가. 시료의 성상, 유량, 유속 등의 경시변화(폐수의 경우 조업상황 등)를 고려하여 현장물의 성질을 대표할 수 있도록 채취하여야 하며, 수질 또는 유량의 변화가 심하다고 판단될 때에는 오염상태를 잘 알 수 있도록 시료의 채취회수를 늘려야 한다. 다만 이때는 채취시의 유량에 비례하여 시료를 섞은 다음 단일 시료로 한다.

나. 시료는 목적시료의 성질을 대표할 수 있는 위치에서 시료채취용기 또는 채수기를 사용하여 채취하여야 하며, 채취용기는 시료를 채우기 전에 시료로 3회이상 씻은 다음 사용한다.

다. 유류 또는 부유물질 등이 함유된 시료는 시료의 균질성이 유지될 수 있도록 채취하여야 하며, 침전물 등이 부상하여 혼입되어서는 안된다.

라. 용존가스, 환원성 물질, 휘발성 유기물질, 유류 및 수소이온농도 등을 측정하기 위한 시료는 운반중 공기와의 접촉이 없도록 가득 채워져야 한다.

마. 시료채취 용기에 시료를 채

**조사목적이
다르면 선택되는
측정방법이나 시료도 다른
것은 당연하다. 그러므로
목적에 맞도록 적절히 또한
시료를 대표할 수 있도록
채취하여야 함은 물론이나
환경시료는 시간적,
공간적으로 계속 변화하며
채취한 시료도 시간의
경과에 수반하여 질적
변화가 진행된다.**

울때에는 어떠한 경우에도 시료의 교란이 일어나서는 안되며, 가능한 한 공기와의 접촉하는 시간이 짧게하여 채취한다.

바. 채취된 시료는 즉시 실험하여야 하며, 그렇지 못할 경우에는 시료의 보존방법에 따라 보존하여 규정된 시간내에 실험하여야 한다.

사. 시료채취량은 시험항목 및 시험회수에 따라 차이가 있으나 보통 3-5L 정도이어야 한다. 다만 시료를 즉시 실험할 수 없어 보존하여야 할 경우 또는 시험항목에 따라 각각 다른 채취용기를 사용하여야 할 경우에는 시료채취량을 적의 증감하여야 한다.

2.2.2 시료채취의 종류

수질측정용 시료는 측정대상의 성격, 측정 목적 등에 따라서 기본

적으로 3종류로 분류할 수가 있다.

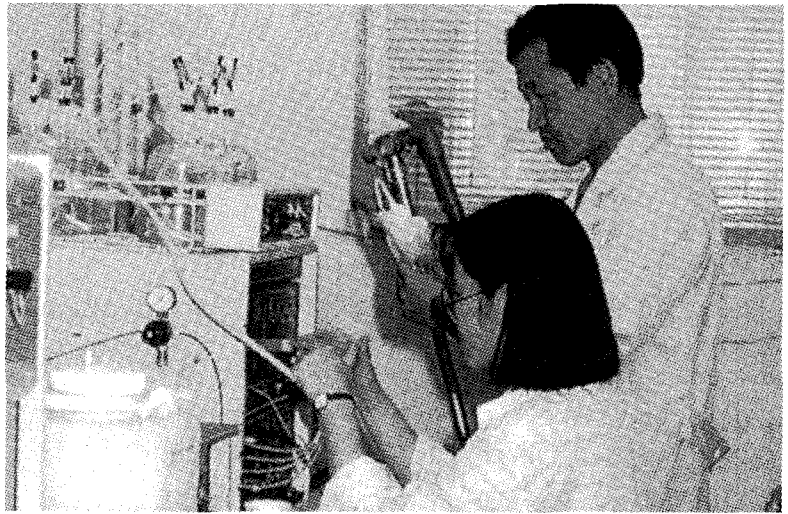
가. 그러브 시료 채취

엄밀히 말하면 어떤 시각에 어떤 장소에서 채취한 한개의 시료는 그 시간, 장소 근방수괴의 수질을 나타내고 있음에 지나지 않는다. 그러나 긴시간 상당히 넓은 범위에 걸쳐 모집단의 수질이 변동하지 않는다고 한다면 시료는 그 시간, 지점에서 수질을 대표하고 있다고 할수있다. 예를들면 상수, 표류수, 특정한 배수로 등에서는 다만 한개의 시료로 충분히 1일 또는 1주간 등의 수질을 대표할 수가 있다.

수질이 분명히 시간과 함께 변동하는 경우에는 적당한 간격으로 시료를 채취하고 각각을 분석하여 수질의 변동폭이나 주기, 또는 수질의 지속시간 등을 알 수가 있다. 이 측정값에 기초하여 5분간격, 10분간격 또는 더 긴 시간간격 등 변동 주기가 추정될 수 있도록 적절한 시료채취 간격을 결정할 수가 있다. 시간보다도 장소에 의하여 수질변동이 큰 요인인 경우에는 시간에 관계없이 적절한 장소를 선정해서 일련의 시료를 채취하면 수질에 관한 유용한 정보를 얻을 수 있다.

나. 콤포진 시료 채취

통상 같은 장소에서 시계열계통의 시료채취를 행하며 각각의 그러브시료를 혼합한 것이 콤포진시료이다. 특히 시계열계통 시료를 다른 시료와 분리한 경우에는 시간콤포진시료라 한다. 시계열의 콤포진시료는 처리시설의 부하나 효율을 산출할때 계산의 기초가 되는 평균농도를 구할때 편리하



다. 다수의 시료를 개별로 분석해서 평균농도를 구하는 대신에 이 콤포진시료를 분석하는 방법에 의하면 분석 노력과 시간이 절약된다.

폐수의 이상방류나 처리시설의 이상운전 등의 영향을 평가할때 그 지속시간을 대표하는 콤포진시료가 필요하다. 콤포진시료는 채취후 경시적으로 변하는 성분의 측정에는 사용할 수 없다. 용존가스, 잔류염소, 유화물, 온도, pH 등 변화가 심한 성분은 각각의 시료에 대해서 될수있는 한 빨리 또는 채취지점에서 채수와 동시에 측정하는 것이 바람직하다. 다만 DO, CO₂, pH 등은 철, 망간, 알칼리도, 경도 등 무기성분의 공존에 의해서 이차적으로 변한다.

콤포진시료는 적당한 시료용기에 일정시간 간격으로 한병씩 시료를 취하고 최후의 시료를 취한 다음 한병에 각각의 시료를 취하여 혼합하던가 처음부터 한병에 일정시간마다 채취한 시료를 일정량 합하여 만든다. 보존의 목적으로 보존재를 가하는 경우에는 시

료 함계량에 상당하는 시약 전량을 미리 시료채취 병에 가하고 이 병에 시료를 취한다. 그러나 별개의 시료를 분석할 필요가 있을 경우에는 한병씩 나누어서 취한다.

평균시료를 추정하기 위한 콤포진시료는 등시간 간격이 아니고 등량 간격의 시료채취가 원칙이다. 그러므로 시간에 따라 유량이 변동하는 경우에는 유량비례 시료채취 방식에 의하여 중분의 함계량이 2~3L 정도가 되도록 시료를 취한다. 자동시료채취 장치를 사용할 경우에는 매일 장치와 시료채취병을 잘 씻어서 생육되는 미생물이나 침착물을 제거하여야 한다.

다. 층별시료

목적에 따라서는 같은 시각에 다른 장소에서 채취한 그러브시료채취의 혼합물을 분석하려고 하는 경우가 있다. 이런 종류의 혼합물을 층별시료라고 한다. 흐름에 직각방향의 상하, 좌우에 수질변동이 인정되는 하천에서는 평균수질, 총부하량 등을 평가할 때 유량비례시료채취 방식에 의하여 단면

적의 여러점을 대표하는 시료혼합물을 만들 필요가 있다.

또한 여러 종류의 폐수를 혼합처리 할려고 하는 경우에는 혼합물의 평균수질 추정, 폐수의 상호작용과 처리 난이도 등의 관계를 분명히 할 필요가 있다. 이와같은 경우 일반적으로 수학적 예측이 어렵기 때문에 적당한 비례층별 시료채취를 행하여 제 특성을 검토한다.

호소나 댐에서는 가끔 수평방향 및 수직방향의 수질변동이 인정되는 경우가 있다. 그러나 호소 전체의 평균수질을 구하는 것 보다 층별조사, 이수지점의 수질변동 조사등을 목적으로 하는 경우가 많기 때문에 통상 그러브 시료채취에 대하여 각각 별개로 또는 콤포진시료에 대하여 분석을 행한다. 호수나 해역에 있어서 오염원의 확산 상황이나 공장의 적정배치를 결정하기 위한 검토, 여러가지 폐액을 배출하는 조정조의 평균수질의 추정, 침전조의 해석 등에 층별시료를 이용한다.

층별시료채취에는 일정수심의 시료를 근방 수괴의 영향을 받지 않도록 채취될 수 있는 특수한 장치를 이용한다. 또 처음 채취하려고 하면 각 성분의 두께, 거동, 수질 등을 충분히 검토할 필요가 있다.

2.2.3 시료 채취 지점

가. 배출시설 등의 폐수

폐수의 성질을 대표할 수 있는 곳에서 채취한다. 폐수의 방류수로가 한 지점 이상일 때에는 각 수로별로 채취하여 별개의 시료로 하며, 필요에 따라 부지 경계선의 환경관리인. 1993. 2

부의 배출수로서도 채취할 수 있다. 시료채취시 우수나 조업목적 이외의 물이 포함되지 말아야 한다.

나. 하천수

1) 하천수의 오염 및 용수의 목적에 따라 채수지점을 선정한다.

하천분류와 하천지류가 합류하는 경우에는 합류이전의 각 지점과 합류이후 충분히 혼합된 지점에서 각각 채수한다.

2) 하천의 단면에서 수심이 가장 깊은 수면의 지점과 그 지점을 중심으로 하여 좌우로 수면폭을 2등분한 각각의 지점의 수면으로부터 수심 2m미만일 때에는 수심의 $\frac{1}{3}$ 에서, 수심이 2m이상일 때에는 수심의 $\frac{1}{3}$ 및 $\frac{2}{3}$ 에서 각각 채수한다.

3) 기타 가. 나 항 이외의 경우에는 시료채취 목적에 따라 필요하다고 판단되는 지점 및 위치에서 채수한다.

2.2.4 수질시료채취 용기

보존용기로 가장 많이 사용되고 있는 것은 무색의 경질유리병과 폴리에틸렌 용기이며 채수하고자 하는 시료로 5회 이상 씻은 다음 사용하여야 한다. 유리제 용기를 사용할 경우에는 그 성분의 일부 예를들면 불소, 비소 등이 용출할 수 있으므로 주의를 요한다. 폴리에틸렌 용기는 제품에 따라서 환원성이 있으므로 수산화합물 등을 수은으로 환원기화시키는 경우도 있다. 특히 자연계에는 극미량의 성분이 존재하며 이들 성분을 분석할 경우에는 주의를 요한다.

중금속의 측정항목에 따라서는 유리제 용기 또는 폴리에틸렌 용

기만을 사용해야 되는 경우가 있다. 즉 Si, Na, K, B, Al, As, Sb, Zn, Ca, Mg, Fe, Ni, Mn, Cd, Pb 항목을 측정할 경우에는 이들 물질이 유리용기로 부터 용출될 가능성이 있기 때문에 주의를 하여야 하고 폴리에틸렌 용기를 사용하는 것이 좋으며, Hg항목의 경우에는 유리제 용기가 좋다. 폴리에틸렌 용기로 부터는 Mo, Cr, Ti, Al 등이 용출될 가능성이 있으므로 주의한다.

대장균시료는 반드시 멸균한 무색경질의 유리용기에 취하여 밀봉하여야 하며, n-헥산추출물질, 유기인 및 PCB 시료는 반드시 경질유리병을 사용해야 한다.

시중에는 폴리에틸렌제 용기와 비슷한 폴리염화비닐(PVC)제 용기가 많이 있으나 이것을 사용해서는 안된다.

2.2.5 수질시료의 보존방법

채취된 시료를 즉시 실험할 수 없을 때에는 따로 규정이 없는 한 표1의 보존방법에 따라 보존하고 어떠한 경우에도 보존기간 이내에 실험을 끝내야 한다.

보존의 목적으로 시료에 약품을 첨가하면 이 약품에 의하여 시료중의 물질은 그 존재상태나 화학종이 변하기도 하며 시험조작에 방해가 되는 경우도 있으므로 주의한다. 그러므로 시료채취 직후에 분석을 행하는 것이 이상적이다. 보존재를 사용할 경우에는 보존방법을 명기하여 두는 것이 좋으며 미리 시료채취 용기에 보존제 소요량을 넣어두고 그 안에 시료를 취하는 것이 좋다.

중금속 시료는 용기벽이나 현탁

측정항목	시료 용기	보존방법	최대보존기간 (권장보존기간)
온도	P, G	-	즉시측정
수소이온농도	P, G	-	즉시측정
DO(전극법)	BOD병	-	즉시측정
(윙클러법)	BOD병	현장 고정후 암소보관	8시간
생물화학적산소요구량	P, G	4°C보관	48시간(6시간)
화학적산소요구량	P, G	4°C, H ₂ SO ₄ 로 pH 2 이하	28일(7일)
색도	P, G	4°C 보관	48시간
부유물질	P, G	4°C 보관	7일
염소이온	P, G	-	28일
노르말핵산추출물질	G	4°C, H ₂ SO ₄ 로 pH 2 이하	28일
암모니아성 질소	P, G	4°C, H ₂ SO ₄ 로 pH 2 이하	28일(7일)
아질산성 질소	P, G	4°C 보관	48시간(즉시)
질산성 질소	P, G	4°C 보관	48시간
총 질소	P, G	4°C, H ₂ SO ₄ 로 pH 2 이하	28일(7일)
인산염인	P, G	즉시 여과한 후 4°C보관	48시간
총 인	P, G	4°C, H ₂ SO ₄ 로 pH 2 이하	28일
폐놀류	G	4°C보관, H ₂ PO ₄ 로 pH 4 이하로 조정한 후 CuSO ₄ lg / 1 첨가	28일
시안	P, G	4°C 보관, NaOH로 pH 12이상 (잔류염소가 공 존할 경우 아스코르빈산 lg / 1 첨가)	14일(24시간)
불소	P	-	28일
6가크롬	P, G	4°C 보관	24시간
크롬	P, G	c-HNO ₃ 2ml / 1	6개월
아연	P, G	〃	6개월
구리	P, G	〃	6개월
카드뮴	P, G	〃	6개월
납	P, G	〃	6개월
망간	P, G	〃	6개월
비소	P, G	〃	6개월
니켈	P, G	〃	6개월
철	P, G	c-HNO ₃ 2ml / 1	6개월
수은	P, G	〃	1개월
알킬수은	P, G	〃	1개월
유기인	G	4°C 보관, pH 5-9	7일
폴리클로리네이티드	G	4°C 보관, HCl로 pH 5-9	7일
비페닐(PCB)			(추출후 40일)
음이온계면활성제	P, G	4°C 보관	48시간
대장균군	P, G	4°C 암소보관	6시간
클로로필 a	P, G	CF / C 여과 후 -20°C 보관	7일

◀ 표 1. 시료의 보존방법

입자에 흡착하는 것을 방지하기 위하여 보존방법을 취해야 한다. 특히 카드뮴이나 아연, 납과 같이 수산화물이 되어 용기벽에 부착하기 쉬운 금속은 이와같이 약산성으로 보존하는 것이 좋다. 또한 수은과 같이 환원기화하기 쉬운 금속에서는 산화력이 있는 질산을 사용해서 환원을 방지하는 것이 필요하다.

시료에 보존을 위한 처리를 행한 경우에는 처리사항을 명기하고 다른 성분의 측정에 검용해도 좋은가 여부를 명기한다. 또한 시험종료후 시료의 보관기간을 정하여 두는 것이 좋다.

3. 시료의 전처리

채취된 시료수에는 보통 유기물 및 부유물질 등을 함유하고 있어 탁하거나 색상을 띠고 있는 경우가 있을 뿐만아니라 목적성분들이 입자에 흡착되어 있거나 난분해성의 착화합물 착이온 상태로 존재하는 경우가 있기 때문에 적당한 방법으로 전처리를 한 다음 실험하여야 한다. 특히 금속성분을 측정하기 위한 시료일 경우에는 유기물 등을 분해시킬 수 있는 전처리 조작이 필수적이며, 전처리에 사용되는 시약은 목적성분을 함유하지 않는 고순도의 것을 사용하여야 한다.

일반적으로 원자흡광광도법이 나 흡광광도법을 사용하여 중금속을 측정할 경우에는 다른 성분에 의하여 분석정도에 나쁜 영향을 미칠 때가 많다. 그러므로 이들 방해성분을 몰리, 화학적인 방법으

* P : Polyethylene, G : Glass

로 전처리하여야 한다.

전처리 방법으로는 시료를 산화시켜 시료중의 유기물 또는 불용성 물질 등을 산화물로 만들어 시료화하는 회화법, 혼합이 잘 되지 않는 두종류의 용매에 시료를 넣고 혼합하면 이런 조건하에서 분배율이 물질에 따라 다름을 이용하는 용매추출법, 용해도가 적은 화합물이 생성되도록 하면 침전이 생성되며 이때 분석하여야 할 성분도 침전과 함께 분리하여 공침분리법, 이온교환 수지를 사용하여 목적성분만을 흡착시키거나 방해물질만 흡착 분리시키는 이온교환수지법 그리고 종류에 의하여 목적성분을 분리하는 증류분리법 등이 사용되고 있다.

3.1 회화법

회화법에는 산화제를 사용하는 습식회화법과 전기로 또는 고주파 저온회화로 등을 이용하는 건식회화법으로 구분된다.

3.1.1 습식회화법

습식회화에 사용되는 산화제로는 $KMnO_4$, HNO_3 , H_2O_2 , $HClO_4$, V_2O_5 등이 많이 사용되고 회화 보조제로서 H_2SO_4 , HCl , $NaOH$, NH_4OH 등이 사용되며 전처리 하고자 하는 시료에 따라서 이들 산화제와 산화보조를 적당히 선택하는 것이 좋다. 실제 회화시에는 이들 물질을 조합하여 사용하고 있으며 많이 사용되고 있는 방법은 $HNO_3-H_2SO_4$, $KMnO_4-H_2SO_4$, $HCl-HNO_3$, HNO_3-HClO_4 , $NaOH-H_2O_2$, $NaOH-KMnO_4$, $NH_4OH-H_2O_2$ 계를 사용하는 것이며 이외에도 불화수소 처리나

질산분해 후 황산 백연처리하고 탄산 나트륨, 과산화나트륨 등으로 용해해서 암석, 토양 등도 동시에 분해하는 방법을 병용하는 것도 있다. 과염소산을 이용하는 방법은 반응이 격렬하기 때문에 위험 예방에 특히 유의할 필요가 있다. Hg 항목 분석용 시료의 전처리에는 $H_2SO_4-KMnO_4$ 계가 많이 사용되고 있으며 Pb의 황산염은 용해되지 않으므로 H_2SO_4 를 사용하는 것이 좋지 않다. 산화되기 어려운 유기화합물을 함유하는 시료에는 HNO_3-HClO_4 나 $HNO_3-HClO_4-H_2SO_4$ 가 많이 사용되며 이 경우 $HClO_4$ 가 가열건고시에 잔류 유기물과의 반응으로 폭발하는 경우가 있기 때문에 주의를 요한다. 생체시료를 많이 함유하는 경우에는 $HNO_3-H_2SO_4-V_2O_5$ 계를 사용하며 산성에서 휘산하는 성분을 함유하는 경우에는 알칼리 용융법을 이용한다.

3.1.2 건식 회화법

이 방법은 시료중의 유기물을 전기로에서 산화시키는 통상법과 감압시킨 챔버에 고주파로 여기된 산소프라스마로 시료를 산화시키는 저온회화법 그리고 밀폐된 용기에 산소를 넣고 산화시키는 밀폐법으로 구분된다.

통상법은 시료를 백금접시, 석영접시 또는 알루미늄접시 등에 넣고 적외선 램프나 열판에서 증발건조 후 전기로(450-550°C)에서 회화한다. 회화시킨 후 염산(1+1)약 10ml를 넣고 수용상에서 가열농축하고 물 20-30ml를 넣어 용해시키고 필요하면 여과한다. 이 방법은 저비점 화합물을 만드는

원소 즉 수은, 비소, 납, 카드뮴, 아연, 주석 등에는 부적당하다. 일반적으로 염화물을 휘산하기 쉽기 때문에 질산염이나 황산염으로 하여 회화하는 것이 좋다. 특히 시료중에 염화물이 있으면 Sb(3가)이나 아연 등은 함께 휘산하므로 주의한다. 질산, 황산, 질산마그네슘 등의 보조제를 가함에 의하여 철, 아연, 카드뮴, 구리, 크롬 등의 원소 회수율이 향상되는 것으로 되어있다. 최근 아연, 철 등은 450°C 이상의 온도에서 휘산하는 것으로 알려져 있기 때문에 주의를 요한다.

저온회화법은 감압시킨 챔버내에 소량의 산소를 주입하면서 고주파로 여과시킨 산소프라스마로 시료를 회화하는 방법이다. 통상법의 회화온도가 450-550°C임에 반하여 저온회화법은 150-200°C 정도이기 때문에 통상법의 단점을 보강한 것이나 그래도 수은, 비소, 아연, 주석 등의 저비점 화합물을 만드는 원소의 분석에는 부적당하며 최근 크롬도 부적당한 것으로 알려져 있다.

밀폐법은 휘산의 위험이 있는 시료를 밀폐된 상태에서 회화한 후 산 또는 알칼리에 용해하는 방법이다. 즉 열량계 용기의 내부를 부식방지 처리하고 진공흡인한 다음 산소를 유입시키고 미리 넣어져 있는 시료에 점화해서 연소시킨다. 내부온도가 상온으로 되었을 때 용해조작을 행한다. 수질오염공정시험법에는 건식회화법중 통상법이 중금속 시료의 전처리법으로 채택되어 있다.

(다음호에 계속)