



포장재 중금속 함량 권장기준 및 시험방법고시

환경부 자료제공

환경부는 포장재의 중금속 함량 권장기준 마련을 위한 「제품의 포장재질·포장방법에 관한 기준 등에 관한 규칙」이 개정됨에 따라 규제대상 중금속의 종류·농도 및 시험방법 등을 마련하기 위해 제정안을 입법 예고 했다. 본 고에서는 주요 내용을 살펴보도록 한다.

- 편집자 주 -

포장재의 중금속 함량 권장기준 및 시험방법 등에 관한 고시안

제1조(목적) 이 고시는 「제품의 포장재질·포장방법에 관한 기준 등에 관한 규칙」 제3조의 규정에 의한 포장재의 중금속 함량 권장기준 및 시험방법 등을 정함을 목적으로 한다.

제2조(중금속의 종류 및 농도) 포장재를 제조·수입 또는 판매하는 자에게 적용되는 중금속의 종류는 납, 카드뮴, 수은, 6가 크로뮴이며 권장기준의 농도는 중금속 각 종류의 농도 합이 100mg/L 이하로 한다.

제3조(중금속 함량 시험방법) 포장재의 중금속 함량 시험방법은 별지와 같다.

제4조(시험기관) 중금속 함량 시험에 대한 시험기관은 다음 각호와 같다.

1. 국립환경과학원
2. 산업자원부 기술표준원
3. 한국환경자원공사
4. 한국생활환경시험연구원
5. 그 밖에 환경부장관이 산업자원부장관과 협의하여 지정·공고하는 기관

부 칙

이 고시는 고시한 날부터 시행한다.

제1장 총 칙

1. 목적

자원의 절약과 재활용 촉진에 관한 법률 제2조 규정에 의거 포장재의 오염물질 농도 등을 분석함에 있어서 그 분석의 정확과 통일을 기하기 위하여 필요한 제반사항에 대하여 규정함을 목적으로 한다.

2. 적용범위

2.1 자원의 절약과 재활용 촉진에 관한 법률 제2조 제9호에 의거 “포장재”는 제품의 수송·보관·취급·사용 등의 과정에서 제품의 가치·상태를 보호하거나 품질을 보전하기 위한 목적으로 제품의 포장에 사용된 재료·용기 등에 한한다. 포장재 기준에 적합여부는 ‘포장재공정시험방법(가칭)’의 규정에 의하여 시험 판정한다.

2.2 자원의 절약과 재활용 촉진에 관한 법률에 의한 오염실태 조사 중 포장재에 대한 것은 따로 규정이 없는 한 공정시험방법의 규정에 의하여 시험한다.

2.3 측정항목은 납, 카드뮴, 수은, 크로뮴(6+)에 한정한다.

2.4 공정시험방법에 규정되어 있지 아니한 항목의 시험방법은 한국공업규격 또는 국제적으로 통용되는 시험방법에 따른다.

3. 용어의 정의

4. 이 공정시험방법에서의 필요한 어원, 기호, 화학명 등은 ()속에 기재한다.

5. 이 공정시험방법의 내용은 총칙, 일반시험방법, 항목별 시험방법으로 구분한다.

6. 계량(計量)의 단위와 기호

주요단위 와 기호는 다음과 같으며, 여기에 표시되지 않은 단위는 KS A 0105 국제단위계(SI)와 그 사용방법에 대한 규정에 따른다.

7. 농도표시

7.1 백분율(Parts Per Hundred)은 용액

【표 1】 계량 단위와 기호

종류	단 위	기 호	종류	단 위	기 호
길이	미 터	m	부피	킬로리터	kL
	센티미터	cm		리 터	L
	밀리미터	mm		밀리리터	mL
	마이크로미터	μm		마이크로리터	μL
	나노미터	nm			
무게	킬로그램	kg	부피	세제곱미터	m ³
	그 램	g		세제곱센티미터	cm ³
	밀리그램	mg		세제곱밀리미터	mm ³
	마이크로그램	μg			
	나노그램	ng	압력	기 압	atm
넓이	제곱미터	m ²		수은주밀리미터	mmHg
	제곱센티미터	cm ²		수주밀리미터	mmH ₂ O
	제곱밀리미터	mm ²			



100mL 중의 성분무게(g), 또는 가스 100mL 중의 성분무게(g)를 표시할 때는 W/V%, 용액 100mL 중의 성분부피(mL), 또는 가스 100mL 중의 성분부피(mL)을 표시할 때는 V/V%, 용액 100g 중 성분부피(mL)를 표시할 때는 V/W%, 용액 100g 중 성분무게(g)를 표시할 때는 W/W%의 기호를 쓴다.

다만, 용액의 농도를 “%”로만 표시할 때는 W/V%를 말한다.

7.2 천분율(Parts Per Thousand)을 표시할 때는 g/L, g/kg 또는 ‰의 기호를 쓴다.

7.3 백만분율(Parts Per Million)을 표시할 때는 mg/L, mg/kg의 기호를 쓴다.

7.4 십억분율(Parts Per Billion)을 표시할 때는 μg/L, μg/kg의 기호를 쓴다.

7.5 가스체의 농도는 표준상태(0℃, 1기압, 상대습도 0%)로 환산 표시한다.

8. 온도

8.1 온도의 표시는 셀시우스(Celsius)법에 따라 아라비아 숫자의 오른쪽에 ℃를 붙인다.

8.2 표준온도는 0℃, 상온은 15~25℃, 실온은 1~35℃로 하며, 찬 곳은 따로 규정이 없는 한 0~15℃의 곳을 뜻한다.

온수는 60~70℃, 열수는 약 100℃, 냉수는 15℃ 이하로 한다. “수욕상(水浴上) 또는 물중탕에서 가열한다”라 함은 따로 규정이 없는 한 수온 100℃에서 가열함을 뜻하고 약 100℃의 증기욕을 쓸 수 있다.

8.3 제반시험 조작은 따로 규정이 없는 한 상온에서 실시하고 조작 직후 그 결과를 관찰하는 것으로 한다. 단, 온도의 영향이 있는 것의 판정은 표준 온도를 기준으로 한다.

9. 방울 수

방울 수라 함은 20℃에서 정제수(精製水) 20방울을 적하할 때, 그 부피가 약 1mL 되는 것을 뜻한다.

10. 항량

“항량으로 될 때까지 건조한다” 또는 “항량으로 될 때까지 강열한다”함은 같은 조건에서 1시간 더 건조하거나 또는 강열할 때 전후 무게의 차가 g당 0.3mg 이하 일 때를 말한다.

11. 액의 농도

11.1 액의 농도를 (1→10), (1→100) 또는 (1→1000) 등으로 표시하는 것은 고체 성분에 있어서는 1g, 액체성분에 있어서는 1mL를 용매에 녹여 전 체량을 10mL, 100mL 또는 1000mL로 하는 비율을 표시한 것이다.

11.2 액체시약의 농도에 있어서 예를 들어 염산(1+2)이라고 되어 있을 때에는 염산 1mL와 물

2mL를 혼합하여 조제한 것을 말한다.

12. 진공

감압 또는 진공이라 함은 따로 규정이 없는 한 15mmHg 이하를 말한다.

13. 물

시험에 사용하는 물은 따로 규정이 없는 한 정제수 또는 탈염수를 말한다.

14. 액성

액체의 산성, 알칼리성 또는 중성을 검사할 때는 따로 규정이 없는 한 유리전극에 의한 pH미터로 측정하고 액성을 구체적으로 표시할 때는 pH값을 쓴다.

15. “약”이라 함은 기재된 양에 대하여 $\pm 10\%$ 미만의 오차범위 안에 있는 것을 뜻한다.

16. “이상”과 “초과”, “이하”, “미만”이라고 기재하였을 때는 “이상”과 “이하”는 기산점 또는 기준점인 숫자를 포함하며, “초과”와 “미만”은 기산점 또는 기준점인 숫자를 포함하지 않는 것을 뜻한다.

17. “정확히 단다”라 함은 규정된 양의 검체를 취하여 분석용 저울로 0.1mg까지 다는 것을 말한다.

18. “정확히 취하여”라 하는 것은 규정한 양의 검체 또는 시약용액을 흡피펫으로 눈금까지 취하는 것을 말한다.

19. “냄새가 없다”라고 기재한 것은 냄새가 없거나, 또는 거의 없는 것을 표시하는 것이다.

20. 여과용 기구와 기기를 기재하지 아니하고 “여과 한다”라고 하는 것은 KS M 7602 거름종이 5종A, Whatman 41 또는 이와 동등한 필터를 사용하여 여과함을 말한다.

21. 시약, 용액, 완충용액, 표준용액, 규정용액

21.1 시약

시험에 사용하는 시약은 따로 규정이 없는 한 1급 이상 또는 이와 동등한 규격의 시약을 사용하여 조제방법에 따라 조제하여야 한다.

21.2 용액

21.2.1 용액의 앞에 몇 %라고 한 것(예 : 20% 수산화나트륨 용액)은 수용액을 말한다.



따로 조제방법을 기재하지 아니하는 한 일반적으로 용액 100mL에 녹아 있는 용질의 g수를 나타낸다.

21.2.2 용액 다음의 ()안에 몇 N, 몇 M, 또는 W/V%라고 한 것(예 : 아황산나트륨용액(0.1N), 아질산나트륨용액(0.1M), 구연산이암모늄용액(20W/V%))은 용액의 조제방법에 따라 조제하여야 한다.

21.3 완충용액, 표준용액, 규정용액
조제방법에 따라 조제하여야 한다.

22. 용기

“용기”라 함은 시약 또는 시료용액을 넣어 두는 것을 말하며 시약 또는 시료용액과 직접 접촉하는 것을 뜻한다.

용기를 막는데 사용되는 것들도 용기의 일부로 본다.

22.1 “밀폐용기(密閉容器)”라 함은 취급 또는 저장하는 동안에 이물질이 들어 가거나 또는 내용물이 손실되지 아니하도록 보호하는 용기를 말한다.

22.2 “기밀용기(機密容器)”라 함은 취급 또는 저장하는 동안에 밖으로부터의 공기 또는 다른 가스가 침입하지 아니하도록 내용물을 보호하는 용기를 말한다.

22.3 “밀봉용기(密封容器)”라 함은 취급 또는 저장하는 동안에 기체 또는 미생물이 침입하지 아니하도록 내용물을 보호하는 용기를 말한다.

22.4 “차광용기(遮光容器)”라 함은 광선이 투과하지 않는 용기 또는 투과하지 않게 포장한 용기이며 취급 또는 저장하는 동안에 내용물이 광화학적 변화를 일으키지 아니하도록 방지할 수 있는 용기를 말한다.

23. 기구와 기기

23.1 공정시험방법에서 사용하는 모든 유리기구(玻璃器具)는 KS L 2302 이화학용 유리 기구의 형상과 치수에 적합한 것 또는 이와 동등 이상의 규격에 적합한 것으로, 국가 또는 국가에서 지정하는 기관에서 검정을 필한 것을 사용하여야 한다.

23.2 공정시험방법에서 사용하는 모든 기구와 기기는 측정결과에 대한 오차가 허용되는 범위 이내인 것을 사용하여야 한다.

24. 분석용 저울과 분동(分銅)

분석용 저울은 0.1mg까지 달 수 있는 것이어야 하며 분석용 저울 과 분동은 국가검정을 필한 것을 사용하여야 한다.

25. 연속측정 또는 현장측정의 목적으로 사용하는 측정기기는 공정시험방법에 의한 측정치와의 정확한 보정을 행한 후 사용할 수 있다.

26. 이 공정시험방법에 기재되어 있지 아니한 방법이라도 측정결과가 같거나 그 이상의 정확도가 있다고 판단될 경우로서 국내외의 공인기관에서 인정하고 있는 방법은 그 방법을 사용할 수 있다.

27. 하나 이상의 시험방법으로 시험한 결과가 서로 달라 제반 기준의 적부 판정에 영향을 줄 경우에는 제4장 항목별시험방법 각 항목의 주시험방법에 의한 분석 성적에 의하여 판정한다.

단, 주시험방법은 따로 규정이 없는 한 제4장 항목별 시험방법 각 항목의 1법으로 한다.

28. 유효측정농도는 지정된 시험방법에 따라 시험하였을 경우 그 시험방법에 대한 최소 정량한계를 의미하며, 그 미만은 불검출된 것으로 간주한다.

29. “정량범위”라 함은 이 시험방법에 따라 시험할 경우 표준편차율 10% 이하에서 측정할 수 있는 정량하한과 정량상한의 범위를 말하며, 이는 측정기기의 성능이나 조작조건에 따라 다소 변할 수 있다.

30. “표준편차율”이라 함은 표준편차를 평균치로 나눈 값의 백분율로서 반복조작시의 편차를 상대적으로 표시한 것을 말한다.

제2장 일반시험방법

제1항 시료의 채취방법

1. 시료채취의 일반적 요령

- 1.1 시료의 채취는 일반적으로 판매되는 단위제품별로 구분하여 채취하여야 한다.
- 1.2 시료를 채취할 때 제품에 이물질이 묻거나 물에 젖지 않도록 한다.

2. 채취도구

채취도구는 시료의 채취과정 또는 보관 중에 침식되거나 녹이 나는 재질의 것을 사용해서는 안 된다.

3. 시료용기

- 3.1 채취용기는 시료를 변질시키거나 흡착하지 않는 것이어야 하며 기밀하고 누수나 흡습성이 없



어야 한다.

3.2 시료용기는 폴리에틸렌백 또는 폴리에틸렌병을 사용한다.

시료 중에 다른 물질의 혼입이나 성분의 손실을 방지하기 위하여 밀봉할 수 있는 마개를 사용한다.

3.3 시료용기의 표시

시료용기에 다음 사항을 기재한다.

3.3.1 제품의 명칭

3.3.2 제조사

3.3.3 포장재의 주성분

3.3.4 채취장소

3.3.5 채취일시

3.3.6 시료번호

3.3.7 채취책임자 이름

3.3.8 시료의 수

3.3.9 기타 참고자료(보관상태 등)

4. 시료의 채취방법

4.1 유통되는 제품은 가능한 개봉하지 않고 그대로 포장재를 채취하는 것을 원칙으로 한다.

4.2 제품의 크기가 크고 무거워 운반이 쉽지 않은 경우 제품을 제거하고 포장재를 채취한다.

4.3 포장재가 균질하고 전체 무게를 측정 가능한 경우에는 대표성 있는 일부를 채취할 수 있다.

4.4 제품을 포함하지 않은 포장재의 시료채취는 4.1에서 4.3에 따른다.

5. 시료의 양

시료의 양은 제품별로 1건 이상 채취한다.

다만, 시료량이 충분하지 않다고 판단될 때는 1회에 10g(제품을 뺀 포장재 기준) 이상이 되도록 채취한다.

6. 시료의 수

시료의 수는 1개를 기본으로 한다.

7. 시료의 보관

채취 시료는 수분, 유기물 등 함유성분의 변화가 일어나지 않도록 0~4℃ 이하의 냉암소에 보관하여야 하며 가급적 빠른 시간 내에 분석하여야 한다.

제2항 시료의 조제방법

1. 시료의 전처리

1.1 채취한 포장재를 재질별로 분리하여 시료를 만든다. 그러나 접착이나 혼합 등으로 분리가 어려운 경우 그대로 조제한다. 이때, 접착용 테이프나 금속 핀 등은 제거하지만 재질에 파손 등 분석에 영향을 준다고 판단할 때는 분리하지 않는다.

1.2 포장재와 접촉하고 있는 물질(제품 : 액상, 고상 등)을 빼내고 필요시 증류수로 씻어 제거하고 실험실내 상온에서 24시간 이상 건조한다

1.3 채취한 포장재가 크거나 일부를 채취하여도 대표성이 있다고 판단될 때에는 동일한 재질에서 일부 채취하여 시료를 조제할 수 있다. 일부 시료를 채취한 경우 최소한 10g 이상을 취하고 전체 무게를 반드시 기록하여 최종 농도 계산시 반영한다.

2. 시료의 균질화

2.1 시료 균질화를 위해서는 시료의 양이 최소 10g 이상이어야 한다.

2.2 포장재를 1cm(가로)×1cm(세로) 이하로 절단하고 체를 이용하여 300 μ m 이하로 분쇄한다. 필요시, 동결 분쇄한다. 이때 시료에 영향을 줄 수 있는 재질의 초자나 기구는 사용하지 않는다.

특히, 중금속 분석시에는 스테인레스(stainless)나 브래스(brass) 재질의 기구는 사용하지 않는다.

2.3 분쇄하여 체질한 시료는 폴리에틸렌 또는 폴리프로필렌 재질의 용기에 담는다.

제3장 항목별 시험방법

제1항 수분

평량병 또는 증발접시(주 1)를 미리 105~110℃에서 1시간 동안 건조시킨 다음 실리카겔건조용기 안에서 방냉하고 항량으로 무게를 정밀히 달고(W1) 여기에 시료 적당량을 취하여 평량병 또는 증발접시와 시료의 무게(W2)를 정확히 달다. 105~110℃의 건조기안에서 4시간 동안 건조시킨 다음 실리카겔건조용기 안에 넣어 방냉하고 항량으로 하여 무게(W3)를 정확히 달다.

$$\text{수분(W, \%)} = (W2 - W3)/(W2 - W1) \times 100$$

주 1) 평량병 또는 증발접시는 시료를 넓게 펼 수 있는 정도로 하부 넓이가 큰 것을 사용하여야 하며 가급적 무게가 적은 것을 사용한다.



제2항 납

1. 적용범위

이 방법은 종이, 섬유, 목재, 합성수지, 고무, 금속, 유리류 재질 등의 포장재중 납(Pb) 물질을 불꽃원자흡수분광광도계(FAAS)와 유도결합플라스마방출분광광도계(ICP-AES)로 분석하는 방법에 대해 규정한다.

2. 시료의 전처리

2.1 질산-과산화수소수-염산 분해

종이류, 섬유류, 목재류 등에 사용하는 시험방법이다. 조제한 시료를 0.5g~2g 범위에서 정확히 달아 비커에 담고 질산(1+1)5mL를 넣어 섞어 준다. 이때 반응이 일어나면 반응이 멈출 때까지 기다린다.

이후에 시계접시를 얹어 열판에서 서서히 가열하고 용액이 끓지 않도록 주의하면서 분해한다. 가열 후 열판에서 비커를 옮겨 식힌 후 진한질산 5mL를 넣어 시계접시로 덮고 가열 분해시킨다.

시료에 따라 분해를 더해야할 경우 진한질산 5mL를 더 넣어준다. 갈색연기가 안 나거나 시료액이 5mL 정도가 되면 열판에서 옮겨 식힌 후 35% 과산화수소수 용액을 3mL 넣고 가열한다. 이때 반응이 있으면 없어질 때까지 1mL씩 계속 넣지만 최대 10mL 이상은 넣지 않는다. 시료액 부피가 5mL 정도 되면 가열을 멈추고 식힌 후 진한염산 10mL를 비커에 넣어 갈색연기가 없어질 때까지 가열한다.

충분한 분해가 끝나면 비커를 상온으로 식힌 후 필터로 걸러 여과액과 씻은 액을 합하여 100mL 부피 플라스크에 증류수로 정확히 눈금을 맞춘다.

2.2 황산-질산-염산-아이오딘화수소산(HI) 분해

합성수지류, 고무류 등에 사용하는 시험방법이다. 조제한 시료 중의 납 함유량에 따라 0.5g~2.0g 범위에서 정확히 달아 비커에 넣고, 진한황산 10mL를 가한 다음 시계접시로 덮고 가열판에서 서서히 가열하여 시료를 완전히 탄화시킨다.

비커를 식힌 후 질산 20mL를 조심스럽게 소량씩 넣은 다음 다시 가열판의 온도를 서서히 올려 황산 백연이 발생될 때까지 가열하여 시료를 분해시킨다. 용액의 색이 붉은 황색을 나타내면, 질산 10mL와 과염소산 5mL를 넣고 유기물을 완전히 분해시킨다. 시료가 완전히 분해되지 않았을 경우에는 시료가 완전히 분해될 때까지 질산 2~3mL씩 반복해서 넣어준다.

이 용액을 상온으로 식힌 후 시계접시와 비커 내벽을 물로 씻어준 다음, 다시 조심스럽게 서서히 가열하여 증발 건조시킨다.

비커를 식힌 후 비커 내벽을 물로 씻어 내리고 염산 20mL를 가한 다음, 용액이 밖으로 튀지 않도록

록 시계접시를 덮고 조심스럽게 다시 가열하여 증발 건조시킨다.

비커를 식힌 후 비커 내벽을 물로 씻어 내리고 염산 10mL를 가한 다음 서서히 가열하여 염을 용해시킨 후, 아이오딘화 수소산 2~3mL를 넣고 서서히 가열하여 용액이 황산납을 분해시키고 용액이 약 5mL 정도가 되도록 농축시킨 다음, 질산 1~2mL를 가하여 과잉의 아이오딘화 수소산을 휘발시킨다.

이 용액을 상온으로 식힌 후 질산 10mL를 넣고 다시 가열하여 용해시킨 후 충분한 분해가 끝나면 비커를 상온으로 식힌 후 필터로 걸러 여과액과 씻은 액을 합하여 100mL 부피 플라스크에 증류수로 정확히 눈금을 맞춘다.

2.3 질산-불산-염산 분해

유리류 등에 사용하는 시험방법이다. 조제한 시료를 0.5g~2g 범위에서 정확히 취해 테플론 비커에 담고 질산(1+1) 5mL를 넣어 섞어 준다. 이때 반응이 일어나면 반응이 멈출 때까지 기다린다.

이후에 테플론 시계접시를 얹어 열판에서 약 30분간 가열하고 온도는 끓지 않게 한다. 30분 가열 후 열판에서 비커를 옮겨 식힌 후 진한질산 5mL를 넣어 시계접시로 덮고 약 2시간 이상을 가열한다.

시료에 따라 분해를 더해야할 경우 진한질산 5mL를 더 넣어준다. 갈색연기가 안 나거나 시료액이 5mL 정도가 되면 열판에서 옮겨 식힌 후 진한 불산 5mL를 비커에 넣고 5mL 정도가 될 때까지 가열한다. 이후에 진한 염산 5mL를 비커에 넣어 갈색연기가 없어질 때까지 가열한다.

충분한 분해가 끝나면 비커를 상온으로 식힌 후 필터로 걸러 여과액과 씻은 액을 합하여 100mL 부피 플라스크에 증류수로 정확히 눈금을 맞춘다. 이 때 부피 플라스크는 폴리에틸렌 또는 폴리프로필렌 재질의 플라스크를 사용한다.

2.4 질산-과염소산 분해

종이류, 섬유류, 목재류 등에 사용하는 시험방법이다. 조제한 시료를 0.5g~2g 범위에서 정확히 달아 비커에 담고 질산 5mL를 넣어 섞어 준다. 이때 반응이 일어나면 반응이 멈출 때까지 기다린다. 이후에 시계접시를 얹어 열판에서 서서히 가열하고 용액이 끓지 않도록 주의하면서 분해한다. 가열 후 열판에서 비커를 옮겨 식힌 후 진한질산 5mL를 넣어 시계접시로 덮고 가열 분해시킨다.

질산 5mL와 과염소산 10mL를 넣고 가열을 계속하여 과염소산이 분해되어 백연이 발생하기 시작하면 가열을 중지한다. 이때 유기물의 분해가 완전히 끝나지 않아 액이 맑지 않을 때에는 다시 질산 5mL를 넣고 가열을 반복한다.

분해가 끝나면 방냉하고 물 50mL를 넣어 서서히 끓이면서 질소산화물과 유리염소를 완전히 제거한다. 충분한 분해가 끝나면 비커를 상온으로 식힌 후 필터로 걸러 여과액과 씻은 액을 합하여 100mL 부피 플라스크에 증류수로 정확히 눈금을 맞춘다.



2.5 질산 분해(마이크로파 분해)

종이류, 섬유류, 목재류 등에 사용하는 시험방법이다. 시료 0.2g~1g 을정확히 달아 적당한 PTFE 용기에 넣고, 진한 질산 10mL을 가한 후 용기를 막고, 적용할 수 있는 마이크로파 오븐으로 옮긴다.

마이크로파 오븐 제조사에 따른 설명서를 참조하여 적절한 프로그램을 선택하고 분해장치를 가동한다. 분해 후 용기를 상온으로 냉각하고, 경우에 따라 후드 안에서 분해 용기를 조심스럽게 연다. 분해가 완전하지 않을 경우 질산을 더 첨가하거나 분해시간을 추가한다.

충분한 분해가 끝나면 분해액을 필터로 걸러 여과액과 씻은 액을 합하여 50mL 부피 플라스크에 증류수로 정확히 눈금을 맞춘다.

2.6 황산 분해(회화법)

합성수지류, 고무류 등에 사용하는 시험방법이다. 조제한 시료 0.5g~2.0g 범위에서 정확히 달아 백금제 또는 석영제의 도가니에 취한다. 황산 2mL를 가하여 서서히 가열하고 대부분의 황산을 증발시킨 후 직화상에서 건고한다. 이것을 계속 화력을 강하게 하면서 약 450°에서 가열 회화하여 거의 백색이 될 때까지 이 조작을 반복하고 이를 식힌다.

잔류물에 질산(1+1) 20mL를 가하여 가열하고 용해시킨 후 충분한 분해가 끝나면 비커를 상온으로 식힌 후 필터로 걸러 여과액과 씻은 액을 합하여 100mL 부피 플라스크에 증류수로 정확히 눈금을 맞춘다.

3. 기기분석

3.1 원자흡수분광광도법

3.1.1 측정원리

납을 원자흡수분광광도법에 따라 정량하는 방법이다. 정량범위는 사용하는 장치와 측정조건에 따라 다르나 283.3nm에서 1~20mg/L이고, 표준편차율은 2~10%이다. 이 방법에 따라 시험할 경우 유효측정농도는 0.04mg/L 이상으로 한다.

3.1.2 기구와 기기

(가) 원자흡수분석장치

(나) 램프 : 납 속빈음극램프

(다) 가스 : 가연성가스 : 아세틸렌

조연성가스 : 공기

3.1.3 시험방법

원자흡수분광광도법에 따른 283.3nm에서 전처리한 시료용액의 흡광도를 측정하고 같은 조건에서 작성한 검정곡선으로부터 납의 양을 구하고 농도(mg/L)를 계산한다. 바탕시험을 행하여 보정한다.

○ 검정곡선의 작성

납 표준용액(100 mg/L) 1~20mL로 단계적으로 취하여 100mL 부피 플라스크에 넣고 시료와 같은 양의 산을 넣어 물로 눈금을 채운 다음 이하 시료의 시험방법에 따라 시험하여 납의 농도와 흡광도와의 관계선을 작성한다.

3.2 유도결합플라스마방출분광광도법

3.2.1 측정원리

납을 유도결합플라스마방출분광광도법에 따라 정량하는 방법이다. 정량범위는 사용하는 장치와 측정조건에 따라 다르지만 220.353nm에서 시험할 경우 유효측정농도는 0.04mg/L 이상으로 한다.

3.2.2 기구와 기기

(가) 유도결합플라스마방출광도 분석장치

(나) 알곤 가스 : 액화 또는 압축 알곤으로서 99.99V/V% 이상

3.2.3 시험방법

유도결합플라스마방출분광광도법에 따라 220.353nm에서 시료용액의 방출강도를 측정하고 같은 조건에서 작성한 검정곡선으로부터 납의 양을 구하여 농도(mg/L)를 산출한다. 바탕시험을 행하여 보정한다.

○ 검정곡선의 작성

납 표준용액(100mg/L) 0, 2, 10, 20mL를 정확히 취하여 100mL 부피 플라스크에 넣고 시료와 같은 양의 산을 넣어 물로 눈금을 채운 다음 이하 시료의 시험방법에 따라 시험하여 납의 농도와 방출강도와의 관계선을 작성한다.

4. 농도계산

$$C_f = [(C_i \times V_j \times D) w_i] \times [100 / (100 - W)]$$

C_f : 시료농도(mg/kg)

C_i : 기기측정농도(mg/L)

V_j : 최종부피(mL)

w_i : 취한 시료량(g)

D : 희석배수

W : 함수율(%) (필요시 값이 5% 초과할 경우 보정해 준다)

※ 5% 이하인 경우 100/(100-W) = 1 로 한다.



제3항 카드뮴

1. 적용범위

이 방법은 종이, 섬유, 목재, 합성수지, 고무, 금속, 유리류 재질 등의 포장재중 납(Pb) 물질을 불꽃 원자흡수분광도계(FAAS)와 유도결합플라즈마방출분광도계(ICP-AES)로 분석하는 방법에 대해 규정한다.

2. 시료의 전처리

2.1 질산-과산화수소수-염산 분해

종이류, 섬유류, 목재류, 금속류 등에 사용하는 시험방법이다. 조제한 시료를 0.5g~2g 범위에서 정확히 달아 비커에 담고 질산(1+1) 5mL를 넣어 섞어 준다. 이때 반응이 일어나면 반응이 멈출 때까지 기다린다.

이후에 시계접시를 얹어 열판에서 서서히 가열하고 용액이 끓지 않도록 주의하면서 분해한다. 가열 후 열판에서 비커를 옮겨 식힌 후 진한 질산 5mL를 넣어 시계접시로 덮고 가열 분해시킨다.

시료에 따라 분해를 더해야 할 경우 진한 질산 5mL를 더 넣어준다. 갈색연기가 안 나거나 시료액이 5mL 정도가 되면 열판에서 옮겨 식힌 후 35% 과산화수소수 용액을 3mL 넣고 가열한다. 이때 반응이 있으면 없어질 때까지 1mL씩 계속 넣지만 최대 10mL 이상은 넣지 않는다. 시료액 부피가 5mL 정도 되면 가열을 멈추고 식힌 후 진한염산 10mL를 비커에 넣어 갈색연기가 없어질 때까지 가열한다.

충분한 분해가 끝나면 비커를 상온으로 식힌 후 필터로 걸러 여과액과 씻은 액을 합하여 100mL 부피 플라스크에 증류수로 정확히 눈금을 맞춘다.

2.2 질산-불산-염산 분해

유리류 등에 사용하는 시험방법이다. 조제한 시료를 0.5g~2g 범위에서 정확히 취해 테플론 비커에 담고 질산(1+1) 5mL를 넣어 섞어 준다. 이때 반응이 일어나면 반응이 멈출 때까지 기다린다.

이후에 테플론 시계접시를 얹어 열판에서 약 30분간 가열하고 온도는 끓지 않게 한다. 30분 가열 후 열판에서 비커를 옮겨 식힌 후 진한질산 5mL를 넣어 시계접시로 덮고 약 2시간 이상을 가열한다.

시료에 따라 분해를 더해야할 경우 진한질산 5mL를 더 넣어준다. 갈색연기가 안 나거나 시료액이 5mL 정도가 되면 열판에서 옮겨 식힌 후 진한 불산 5mL를 비커에 넣고 5mL 정도가 될 때까지 가열한다. 이후에 진한 염산 5mL를 비커에 넣어 갈색연기가 없어질 때까지 가열한다.

충분한 분해가 끝나면 비커를 상온으로 식힌 후 필터로 걸러 여과액과 씻은 액을 합하여 100mL 부피 플라스크에 증류수로 정확히 눈금을 맞춘다. 이 때 부피 플라스크는 폴리에틸렌 또는 폴리프로필렌 재질의 플라스크를 사용한다.

2.3 질산 분해(마이크로파 분해)

종이류, 섬유류, 목재류 등에 사용하는 시험방법이다. 시료 0.2g~1g을 정확히 달아 적당한 PTFE 용기에 넣고, 진한 질산 10mL를 가한 후 용기를 막고, 적용할 수 있는 마이크로파 오븐으로 옮긴다.

마이크로파 오븐 제조사에 따른 설명서를 참조하여 적절한 프로그램을 선택하고 분해장치를 가동한다. 분해 후 용기를 상온으로 냉각하고, 경우에 따라 후드 안에서 분해 용기를 조심스럽게 연다. 분해가 완전하지 않을 경우 질산을 더 첨가하거나 분해시간을 추가한다.

충분한 분해가 끝나면 분해액을 필터로 걸러 여과액과 씻은 액을 합하여 50mL 부피 플라스크에 증류수로 정확히 눈금을 맞춘다.

2.4 황산 분해(회화법)

합성수지류, 고무류 등에 사용하는 시험방법이다. 조제한 시료 0.5g~2.0g 범위에서 정확히 달아 백금제 또는 석영제의 도가니에 취한다. 황산 mL를 가하여 서서히 가열하고 대부분의 황산을 증발 시킨 후 직화상에서 건고한다. 이것을 계속 화력을 강하게 하면서 약 450°에서 가열 회화하여 거의 백색이 될 때까지 이 조작을 반복하고 이를 식힌다.

잔류물에 질산(1+1) 20mL를 가하여 가열하고 용해시킨 후 충분한 분해가 끝나면 비커를 상온으로 식힌 후 필터로 걸러 여과액과 씻은 액을 합하여 100mL 부피 플라스크에 증류수로 정확히 눈금을 맞춘다.

3. 기기분석

3.1. 원자흡수분광광도법

3.1.1 측정원리

카드뮴을 원자흡수분광광도법에 따라 정량하는 방법이다. 정량범위는 사용하는 장치와 측정조건에 따라 다르지만 228.8nm에서 0.05~2mg/L이고 표준편차율은 2~10%이다. 이 방법에 따라 시험할 경우 유효측정농도는 0.002mg/L 이상으로 3한다.

3.1.2 기구와 기기

(가) 원자흡수분석장치

(나) 램프 : 카드뮴 중공음극램프

(다) 가스 : 가연성 가스 : 아세틸렌, 조연성가스 : 공기

3.1.3 시험방법

원자흡수분광광도법에 따라 228.8nm에서 전처리한 시료용액의 흡광도를 측정하고 같은 조건에서 작



성한 검정곡선으로부터 카드뮴의 양을 구하고 농도(mg/L)를 산출한다. 바탕시험을 행하여 보정한다.

○ 검정곡선의 작성

카드뮴 표준용액 (10mg/L) 0.5~20mL를 단계적을 취하여 100mL 부피플라스크에 넣고 시료와 같은 양의 산을 넣어 물로 눈금을 채운 다음 이하 시료의 시험방법에 따라 시험하여 카드뮴의 농도와 흡광도와의 관계선을 작성한다.

비고 1) 시료 중에 알칼리금속의 할로겐 화합물을 다량 함유하는 경우에는 분자 흡수나 광 산란에 의하여 오차를 발생하므로 추출법으로 카드뮴을 분리하여 시험한다.

3.2 유도결합플라즈마방출분광광도법

3.2.1 측정원리

카드뮴을 유도결합플라즈마방출분광법에 따라 정량하는 방법이다. 정량범위는 사용하는 장치와 측정조건에 따라 다르지만 226.50nm에서 시험할 경우 유효측정농도는 0.004mg/L 이상으로 한다.

3.2.2 기구와 기기

(가) 유도결합플라즈마 방출광도 분석장치

(나) 알곤 가스 : 액화 또는 압축 알곤으로 99.99V/V% 이상

3.2.3 시험방법

유도결합플라즈마방출광도법에 따라 226.50nm에서 시료용액의 발광강도를 측정하고 같은 조건에서 작성한 검정곡선으로부터 카드뮴의 양을 구하여 농도(mg/L)를 산출한다. 바탕시험을 행하여 보정한다.

○ 검정곡선의 작성

카드뮴 표준용액(50mg/L) 0, 2, 10, 20mL를 정확히 취하여 100mL 부피 플라스크에 넣고 시료와 같은 양의 산을 넣어 물로 눈금을 채운 다음 이하 시료의 시험방법에 따라 시험하여 카드뮴의 농도와 방출강도와의 관계선을 작성한다.

4. 농도계산

제2항의 납과 동일하게 계산한다.

제4항 수은

1. 적용범위

이 방법은 종이, 섬유, 목재, 합성수지, 고무, 금속, 유리류 재질 등의 포장재중 수은(Hg) 물질을 환원기화법(CVAAS)로 분석하는 방법에 대해 규정한다.

2. 시료의 전처리

2.1 질산을 이용한 마이크로파 분해

종이류, 섬유류, 목재류, 금속류 등에 사용하는 시험방법이다. 시료를 0.2g~1g 을 정확히 달아 분해용기(PFA or TFM)에 넣고 진한 질산 10mL을 넣는다. 이때 격렬한 반응이 일어나면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 방지한다. 밀폐형 분해용기의 뚜껑을 닫고 용기 내의 압력이 7.5 ± 0.7 atm(=110psi), 마이크로파 힘이 600W가 되게 하여 175°C, 5.5min, 175~180°C, 4.5min 동안 분해한다. 분해가 끝난 후 충분히 용기를 상온에서 냉각시키고 용기 내에 남아 있는 질산 가스를 제거한다. 분해액은 필터로 걸러 여과액과 씻은 액을 합하여 50mL 부피 플라스크에 증류수로 정확히 눈금을 맞춘다.

2.2 질산-플루오르화수소산을 이용한 마이크로파 분해

유리류 등에 사용하는 시험방법이다. 시료를 0.2g~1g 을 정확히 달아 분해용기(PFA or TFM)에 넣고 진한 질산 9mL 와 진한 불산 3mL을 넣는다. 밀폐형 분해용기의 뚜껑을 닫고 용기내의 압력이 7.5 ± 0.7 atm(=110psi), 마이크로파 힘이 600W가 되게 하여 $180 \pm 5^\circ\text{C}$, 15min 동안 분해한다. 분해가 끝난 후 충분히 용기를 상온에서 냉각시키고 용기 내에 남아 있는 가스를 제거한다.

분해액을 필터로 걸러 여과액과 씻은 액을 합하여 50mL 부피 플라스크에 증류수로 정확히 눈금을 맞춘다. 주 1) 유기물의 완전산화를 위해서는 과염소산(30%) 0.1~2mL를 넣는다.

2.3 질산-플루오르붕산(HBF₄)-과산화수소수를 이용한 마이크로파 분해

합성수지, 고무 등에 사용하는 시험방법이다. 시료 0.2g~1g 을 정확히 달아 PTFE-TFM 용기에 넣는다. 5mL의 농질산, 1.5mL의 50% HBF₄ 용액, 1.5mL의 30% H₂O₂용액, 1mL의 물을 가한다. 반응기를 밀폐하고 시료를 마이크로파 오븐에서 앞서 규정한 분해 프로그램을 사용하여 분해한다. 용기를 상온으로 냉각 후 분해액을 필터로 걸러 여과액과 씻은 액을 합하여 50mL 부피 플라스크에 증류수로 정확히 눈금을 맞춘다.

3. 기기분석

3.1 원자흡수광도법(환원기화법)

3.1.1 측정원리

시료에 염화제일주석을 넣어 금속수은으로 환원시킨 다음 이 용액에 통기하여 발생하는 수은증기를 원자흡수광도법에 따라 정량하는 방법이다.

정량범위는 사용하는 장치와 측정조건에 따라 다르나 253.7nm에서 0.0005~0.01mg/L이고 표준편차율은 4~20%이다. 이 방법에 따라 시험할 경우 유효측정농도는 0.0005mg/L 이상이다.



3.1.2 기구와 기기

- (가) 원자흡수분석장치 : 석영제 흡수셀이 부착된 것
- (나) 램프 : 수은 중공음극램프
- (다) 수은 환원기화 장치

3.1.3 시험방법

전처리한 시료(주 1) 전량을 환원용기에 옮기고 환원기화 장치와 원자흡수분석장치를 연결한 다음 환원용기에 염화 제일주석 용액(수은 시험용) 10mL를 넣고 송기펌프를 작동시켜 발생한 수은증기를 흡수셀로 보낸다(주 2). 253.7nm에서 흡광도가 상승하여 일정할 때의 값을 측정하고 같은 조건에서 작성한 검정곡선으로부터 수은의 양을 구하여 농도(mg/L)를 산출한다. 바탕시험을 행하여 보정한다.

○ 검정곡선의 작성

수은 표준용액(0.1mg/L) 0~25mL를 단계적으로 취하여 환원용기에 넣고 황산(1+1) 20mL와 물을 넣어 약 250mL로 한 다음 이하 시료의 시험방법에 따라 시험하고 수은의 농도와 흡광도의 관계선을 작성 한다.

비고 1) 시료 중 염소화물 이온이 다량 함유된 경우에는 산화조작시 유리염소를 발생하여 253.7nm에서 흡광도를 나타낸다. 이 때에는 염산히드록실 아민용액을 과잉으로 넣어 유리염소를 환원시키고 용기 중에 잔류하는 염소는 질소가스를 통기시켜 축출한다.

2) 벤젠, 아세톤 등 휘발성 유기물질도 253.7nm에서 흡광도를 나타낸다. 이때에는 과망간산칼륨 분해 후 헥산으로 이들 물질을 추출분리 한 다음 시험한다.

4. 농도계산

제2항의 납과 동일하게 계산한다.

제5항 크로뮴(6+)

1. 적용범위

이 방법은 종이, 섬유, 목재, 합성수지, 고무, 금속, 유리류 재질 등의 포장재중 크로뮴(6+)(Cr⁶⁺) 물질을 UV-VIS로 분석하는 방법에 대해 규정한다.

2. 시료의 전처리

2.1 수산화나트륨 분해

조제한 시료를 0.5g~2.5g 범위에서 정확히 달아 250mL 비커에 담는다. 알칼리 분해액 50mL 를

시료가 담긴 비커에 넣은후 $MgCl_2$ 400mg과 1.0M 인산염 완충용액 0.5mL를 함께 넣어 5분간 잘 섞는다.

시료가 담긴 용기를 90~95℃ 온도의 가열기 위에 놓고 60분간 저어준다. 가열후에는 상온으로 자연스럽게 식힌다. 감압 여과장치를 준비하여 알칼리 분해한 시료를 0.45 μ m 필터에 여과하고 여과액을 250mL 용기에 담는다. 여과액은 5.0M 질산으로 한방울씩 떨어뜨려 pH 7.5 \pm 0.5가 되게 한다. 만일 침전물이 생기면 0.45 μ m 필터로 다시 여과한다. pH를 조절한 후 100mL 부피플라스크에 담고 증류수로 눈금을 맞춘다. 따로 알칼리분해 용액 50mL를 취하여 시료의 시험방법에 따라 시험하여 바탕시험액으로 한다.

3. 기기분석

3.1 흡광도법 (디페닐카르바지드법)

3.1.1 측정원리

크로뮴(6+)에 디페닐카르바지드를 작용시켜 생성하는 적자색의 착화합물의 흡광도를 540nm에서 측정하여 크로뮴(6+)을 정량하는 방법이다. 정량범위는 0.002~0.05mg이고 표준편차는 3~10%이다.

3.1.2 기구와 기기

광전광도계 또는 광전분광광도계

3.1.3 시험방법

전처리한 시료 95mL를 정확히 100mL 부피플라스크에 취하여 디페닐카르바지드 용액 2.0mL를 넣고 섞는다. 그 다음 10% 황산용액을 넣어 pH 2 \pm 0.5로 맞추어 증류수로 눈금을 맞춘다. 색깔이 변할때까지 5에서 10분 정도 기다린다. 이 용액의 일부를 증장 10mm 흡수셀에 옮겨 시료용액으로 한다. 파장 540nm에서 시료용액의 흡광도를 측정하고 미리 작성한 검정곡선으로부터 크로뮴(6+)의 양을 구하고 농도를 산출한다.

바탕시험액을 대조용액으로 하여 540nm에서 시료용액의 흡광도를 측정하고 같은 조건에서 작성한 검정곡선으로부터 크로뮴(6+)의 양을 구하고 농도(mg/L)를 산출한다.

○ 검정곡선의 작성

크로뮴(6+) 표준용액 (2mg/L) 1~25mL를 단계적으로 취하여 50mL 부피플라스크에 넣고 시료의 시험방법에 따라 시험하여 크로뮴(6+)의 양과 흡광도와의 관계선을 작성한다.

4. 농도계산

제2항의 납과 동일하게 계산한다. ☐