

HG-AAS에 의한 무기비소 분석 시 예비환원제의 최적화 조건과 분석에 미치는 영향

송명진* · 박경수 · 김영만 · 이 원¹

한국과학기술연구원 특성분석센터

¹경희대학교 화학과

(2005. 8. 18 접수, 2005. 8. 29 승인)

Effects and optimum conditions of pre-reductant in the analysis of inorganic arsenic by hydride generation-atomic absorption spectrometry

Myung Jin Song*, Kyung Su Park, Young Man Kim and Won Lee¹

Advanced Analysis Center, Korea Institute of Science and Technology, P.O.Box 131,
Cheongryang, Seoul, 130-650, Korea

¹Department of Chemistry, Kyung Hee University, Seoul, 130-701, Korea

(Received August 18, 2005, Accepted August 29, 2005)

요 약 : 수소화물 발생법-원자흡수 분광계를 이용한 무기비소의 분석 시 예비환원제로써 L-Cysteine, KI, FeSO₄의 최적 조건을 찾고자 하였으며, 이들이 분석에 미치는 영향을 서로 비교 연구하였다. 이와 더불어 H₂SO₄-trap에 의하여 시료 중 공존 가능성이 있는 유기비소인 MMA(monomethylarsonate)와 DMA(dimethylarsinate)를 제거하여 무기비소만을 분리 분석하였다. 1.8 M 염산과 0.08 M 질산의 혼합산에서 비소 표준용액 20 ppb는 산을 넣지 않았을 때보다도, 높은 흡광도를 나타내었다. L-Cysteine의 경우 0.5 g 정도를 취하고 약 0.07 M의 질산이나 염산의 약 산성 조건에서 30 분 이상을 반응시켰을 경우에 완전히 As(V)는 As(III)로 환원되었다. KI의 경우, 3 g 정도를 취하고 약 0.8 M의 질산 조건에서 1시간 이상 반응시켰을 경우에 완전히 As(V)는 As(III)로 환원되었다. FeSO₄의 경우에는, 다른 예비환원제와 비교하여 NaBH₄와 Fe²⁺의 반응으로 인한 침전물의 생성으로 튜브내부가 막히게 되어, As(V)가 As(III)로 환원되는 효율의 재현성이 없었다. 분석결과의 정확도를 확인하기 위하여, NIST SRM 1643C Trace Elements in Water (82.1±1.2 ng/mL)를 사용하였으며 그 결과는 KI를 예비환원제로 사용하였을 경우에는 97.5%의 회수율이고 L-Cysteine를 예비환원제로 사용하였을 경우에는 101.9%의 회수율로서 두 경우 모두 만족할 만한 수준이었다.

Abstract : We try to look for optimum conditions of pre-reductants like L-Cysteine, KI and FeSO₄ when analyzing inorganic arsenic by using hydride generation-atomic absorption spectrometry, and run a comparative study of effect in the analysis of them. Also, we separated and analyzed only inorganic arsenic by using H₂SO₄-trap to eliminate organic arsenic which are MMA(monomethylarsonate) and DMA(dimethylarsinate). Under the

★ Corresponding author

Phone : 016-463-6296

E-mail: smjin0103@naver.com

conditions of mixture acid of 1.8 M HCl and 0.08 M HNO₃, arsenic standard solution of 20 ppb have more higher absorbance than without adding acid. In case of L-Cysteine, As(V) completely reduces into As(III) when 0.5 g of L-Cysteine is reacted more than 30 mins. in weak acid condition of approximately 0.07 M HNO₃ or HCl. In the event of KI, As(V) completely reduces into As(III) when 3 g of KI is reacted more than 1 hour in acid condition of 0.8 M HNO₃. On the occasion of FeSO₄, the inside of tube is blocked by precipitation by mixture reaction of NaBH₄ and Fe²⁺, therefore, comparing to other pre-reductants, reproducibility of efficiency of reducing As(V) to As(III) is low. To evaluate the accuracy of the analytical results, we use NIST SRM 1643C Trace Elements in Water (82.1±1.2 ng/mL). The results are satisfactory.

Key words : hydride generation-AAS, pre-reductant, H₂SO₄-trap, inorganic arsenic

1. 서 론

비소는 원래 유해원소이면서 인체 필수 원소이다. 비소는 사극에서 수시로 등장하는 독약이면서도 혈액 형성제, 뼈 성장제, 피부병 치료제 및 가축의 성장 촉진제와 같은 유용한 의약품으로 사용되고 있다. 비소는 이와 같이 양면성을 갖고 있지만 발암물질로 알려져 있으므로 비소 함유량을 중요시하여 종종 분석결과가 발표되곤 한다.¹

비소는 결합하고 있는 원소의 종류나 산화 상태에 따라서 각기 다른 물리적, 화학적 성질과 독성을 지닌다. 일반적으로 중성부근의 산화성 조건하에서 As(V)가 안정하지만 환원성 조건이나 생물작용 하에서는 As(III)의 화합물로 쉽게 환원되어 독성이 높아진다. Arsine gas(AsH₃, arsenous hydride)는 독성이 가장 높으며, 대체로 무기비소 이온이 유기비소 화합물보다 독성이 크다. 그리고 무기 비소 이온 중에는 As(III)의 독성이 As(V)보다 크며, 이들의 독성의 정도는 AsH₃ > As(III) > As(V) > MMA(monomethylarsenate) > DMA(dimethylarsinate)의 순서라고 알려져 있다.² 그러므로 무기비소 As(III)와 As(V)는 화학적인 형태에 따라서 독성의 정도가 다르기 때문에, 주어진 시료에서 유해성 평가를 위해서는 총 비소 중 무기비소만을 분리 분석하는 것이 필요하다.

일반적으로 수소화물 발생법-원자흡수 분광법(hydride generation-atomic absorption spectrometry, HG-AAS)은 매트릭스가 수소밖에 없으므로 검출한계가 불꽃 원자흡수 분광법(flame-AAS)보다 수십 배에서 수백 배까지 감도가 좋은 분석법이며, As, Bi, Ge, Sb, Se, Sn, Te 등과 같이 저온에서 수소화물을 잘 만드는 원소들에 잘 적용된다. 외국에서는 HG-AAS에 의한 무기비소의 분석에 관한 시도가 많이 보고되었

다.³⁻⁷ HG-AAS를 이용한 비소분석시의 수소화물 발생은 원소의 산화상태에 의존성이 강하여 일반적으로 As(V)가 As(III)보다 낮은 감도를 나타내는데, 그 이유는 높은 산화상태에서는 환원제인 수소화붕소나트륨(NaBH₄)에 의한 환원 및 수소화물의 생성속도가 느리기 때문인 것으로 보고되고 있다.^{3,8} 그러므로 수소화물 발생법으로 비소를 분석할 경우에는 원소의 산화상태를 As(III)로 조절하는 것이 필수적이다. 그리고 수소화물을 생성시키기 위해서는 금속 아연이나 알미늄, SnCl₂ 또는 NaBH₄와 같은 환원제와 반응시켜 제조한다. 이 중에서 수소화붕소나트륨이 환원제로 주로 이용되고 있으며, 이 수소화붕소나트륨 용액은 불안정하여 안정제로 수산화나트륨을 첨가하기 때문에 이를 중화시킬 산이 필요하며, 수소화물을 생성하기 위한 산의 농도는 수소화물 생성효율에 막대한 영향을 미친다고 보고되었다.⁹ L-Cysteine은 낮은 산 농도에서, KI는 강한 산 용액에서 수소화물 형성에 효율적인 것으로 알려져 있다.^{5,10,11}

본 연구에서는 HG-AAS를 이용하여 무기비소만을 분리 분석하는 방법을 연구하였다. +5가의 비소화합물을 +3가의 비소화합물로 예비환원 시키기 위한 환원제로써, L-Cysteine, KI, FeSO₄를 사용하였다. +5가의 비소화합물을 +3가의 비소화합물로 환원시키기 위한 예비환원제의 종류, 반응시간과 사용 양 그리고 시료 용액 중의 산의 종류 및 농도에 대한 최적 조건을 확립하고, 이들이 분석에 미치는 영향을 연구하였다. 아울러, 시료 중 공존 가능성이 있는 유기비소인 MMA와 DMA를 직접 HG-AAS에 통과 시켰을 때 As(III)와 같이 hydride를 형성하는 것을 확인하고, Brannon과 Patrick¹²이 사용한 H₂SO₄-trap을 이용하여 MMA와 DMA의 hydride는 모두 H₂SO₄-trap에 흡수시켜 제거시킴으로서 무기비소만을 분리 분석할 수 있었다.

2. 실험

2.1. 기기

본 실험에 사용한 원자흡수 분광계는 Thermo Electron Corporation의 SOLAAR-M6모델이며 측정조건은 Table 1에 나타내었다. 수소화물 발생 장치 역시 Thermo Electron Corporation 제품으로 UNICAM VP90 모델이다. 본 실험에서 사용한 purge gas는 99.999%의 Ar이며, 환원제는 0.1 M NaOH 용액에 1% NaBH₄되게 조제하여 Whatmann #42 거름종이로 거른 후 사용하였다.

2.2. 시약 및 시료

실험에 사용된 비소 표준물질은 +3가 비소화합물인 As₂O₃로 Strem Chemicals사의 99.999%이상의 순도를 갖는 시약이다. 이 시약 0.0132 g 정확히 취하여 4% NaOH 2 mL와 증류수 10 mL를 가한 후 약간 가열하여 녹인 후 페놀프탈레인 지시약을 1~2 방울 가하여 1:5 HCl으로 중화시킨 후 용액이 1 L가 되게 1% 황산용액으로 희석하여 사용하였다. +5가 비소화합물로는 Yakuri사의 제1급 시약인 Na₂HAsO₄·7H₂O를 일정량 취하고 1 M HCl으로 녹인 후 100 ppm이 되게 용액을 조제하여 사용하였다. 예비환원을 위한 시약으로서 KI와 L-Cysteine은 대정화금의 1급 시약을, FeSO₄는 Yakuri사의 제1급 시약을 사용하였다. 환원제인 NaBH₄는 제1급인 Kanto제를 이용하였고, HNO₃와 HCl은 반도체 가공용 시약 생산업체인 동우화인켐(주)의 반도체급 산을 사용하였다. 실험에 사용한 물은 Millipore Milli-Q를 2차 통과한 탈이온수로서 비저항이 18.2 MΩ/cm 이상인 것을 사용하였다.

2.3. 실험방법

2.3.1. 산 용매에 따른 비소 표준용액의 흡광도 변화 매트릭스로서 질산과 염산의 농도를 0~3 M 범위에서 농도를 달리 하면서 10 ppb 비소 표준용액을 HG-AAS에 주입하였다. 이때의 각 조건에서 흡광도를 측정하여 최대가 되는 산 용매의 농도를 찾기 위해 실험하였다.

2.3.2. H₂SO₄-trap에 의한 MMA와 DMA의 제거 MMA와 DMA를 직접 HG-AAS에 주입했을 때 hydride가 발생하므로, 유기비소를 제거하기 위하여 H₂SO₄-trap을 통과시킨 후 AAS로 분석하였다. H₂SO₄-trap은 pyrex 재질로 주문 제작하여 만들었으며 trap 안에는 진한 황산을 약 1.5 cm 높이가 되게 만들었다.

2.3.3. As(V)의 예비환원을 위한 예비 환원제의 최적화 조건

일반적으로, As(V)를 As(III)로 환원시키기 위해 L-Cysteine은 약한 산성조건에서, KI는 강한 산성조건에서 작용한다고 알려져 있다.^{5,10,11} 본 실험에서는 예비환원이 잘되기 위한 각각의 산의 농도를 측정하였다. 이와 함께 가해지는 L-Cysteine과 KI의 적절한 양을 알아내고, 100%의 예비환원이 일어나기 위해 필요한 최적 반응 시간을 찾고자 하였다. 이와 같은 방법으로 FeSO₄를 사용하였을 경우에도, 최적의 예비 환원 조건을 찾고자 실험하였다. 위의 모든 실험에서 사용한 As(V)의 최종 농도는 10 ppb가 되게 조제하였다. 각각의 조건에서는 수소화물 발생장치에서 환원제를 가하면서 arsine(AsH₃)을 생성시켰다. Ar gas를 purge시켜 H₂SO₄-trap를 통과시킨 후 시료 기체를 burner head위에 설치된 석영 튜브에서 약 1000 °C에서 비소를 원자화시켰다.

Table 1. Operating conditions for HG-AAS

Descriptions	Conditions
Wavelength	193.7 nm
Band pass	1.0 nm
Fuel	Acetylene
Oxidant	Air
Background correction	Duterium background correction
Lamp type	Arsenic hollow cathode lamp
Uptake flow rate	Sample and acid blank : 7~8 mL/min
Acid blank	15%(v/v) HCl
Carrier gas flow rate	250 mL/min
H ₂ SO ₄ -trap	Stetser-Norton bottle

3. 결과 및 고찰

3.1. 산 용매에 따른 비소 표준용액의 흡광도 영향 매트릭스로서 염산과 질산의 농도 변화에 따른 비소 표준용액의 흡광도 변화를 살펴보면 Fig. 1과 같다. Fig. 1에서 보는 바와 같이 산을 넣지 않은 경우는, 질산이 첨가된 경우보다 약 50%의 낮은 흡광도를 보여주었고, 염산보다는 질산에서 더 좋은 흡광도를 나타낼 수 있었다. 또한 염산이 첨가된 경우에는 산을 넣지 않았을 경우보다 오히려 흡광도가 조금 떨어지는 결과를 보여주고 있다. 이외는 반대로 질산이 첨가된 경우에는 소량만 첨가하여도 흡광도가 급격히 증가한 후 일

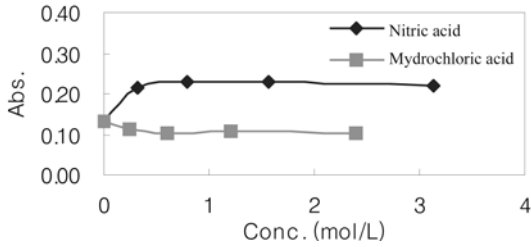


Fig. 1. Effect of HCl and HNO₃ concentration on the absorbance of arsenic standard solution.

정해짐을 알 수 있다. 이와 같은 이유는 단일 산의 경우보다 염산과 질산의 혼합 산 용액에서 흡광도가 증가하기 때문으로 생각된다.¹³ 그러므로 acid blank에서 주입되는 1.8 M 염산은 비교적 낮은 0.08 M 농도의 질산과 혼합되면서 흡광도가 증가한 것으로 예상할 수 있다. 위와 같은 진한 염산 조건은 환원성 산인 염산이 수소화물 발생에 적절한 용매로 제시되는 이전의 발표된 논문^{8,13,14}들과도 잘 일치하는 내용이다. 이와 같은 결과를 바탕으로 흡광도를 높이기 위해서 첨가하는 산은 대략 0.08 M 질산으로 결정하였고, 매트릭스를 일치시키기 위하여 비소 표준용액과 모든 시료에도 0.08 M 질산 조건으로 조제하였다. 단, L-Cysteine의 경우에는 약한 산성 조건에서 수소화물을 잘 생성하는 것으로 알려져 있기 때문에 비소 표준용액과 같은 0.08 M의 산 농도를 일치시키지는 않았다.

3.2. H₂SO₄-trap에 의한 MMA와 DMA의 제거

MMA와 DMA로부터 생성된 수소화물을 제거하기 위해 사용한 trap은 pyrex재질로서 trap에 황산을 1.5 cm 정도로 채워서 사용하였다. Brannon과 Patrick¹²은 이 방법으로 sediment중의 alkylarsines를 제거하고 무기비소만을 분석하여 발표한 바 있다. 본 연구에서도 일정량의 MMA와 DMA를 첨가하여 H₂SO₄-trap을 통과한 후의 흡광도와 통과하지 않은 흡광도를 비교하였다. 흡광도의 비교를 통하여, H₂SO₄-trap에 의하여 유기비소가 완전히 제거됨을 확인하였고 그 결과는 Table 2와 같다.

Table 2. Removal of MMA and DMA by sulfuric acid

	Absorbance	
	Without H ₂ SO ₄ -trap	With H ₂ SO ₄ -trap
MMA	0.159	0.00
DMA	0.190	0.00

3.3. As(V)의 예비환원을 위한 예비 환원제의 최적화 조건

As의 예비환원이 일어나기 위한 최적의 L-Cysteine의 양은 Fig. 2와 같다. Fig. 2에서 보는 바와 같이 0.5 g 이상의 양을 첨가했을 때 100%의 예비환원이 일어남을 알 수 있다. As(III)로의 예비환원이 일어나기 위해서 방치해야 하는 반응 시간은 Fig. 3과 같다. Fig. 3에서 보는 바와 같이 L-Cysteine을 첨가한 후 약 30 분 이상의 시간이 지났을 경우에 완전한 예비환원이 일어남을 알 수 있다. 그러므로 L-Cysteine은 0.5 g 이상을 첨가하고

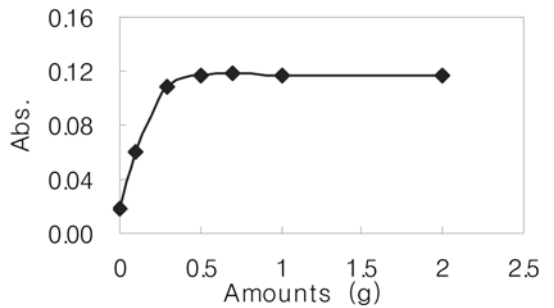


Fig. 2. Effect of L-Cysteine amount used for pre-reduction to absorbance.

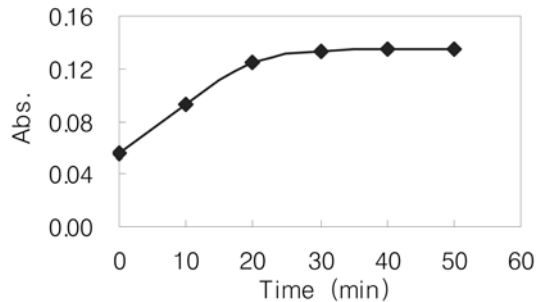


Fig. 3. Effect of reaction time with L-Cysteine used for pre-reduction to absorbance.

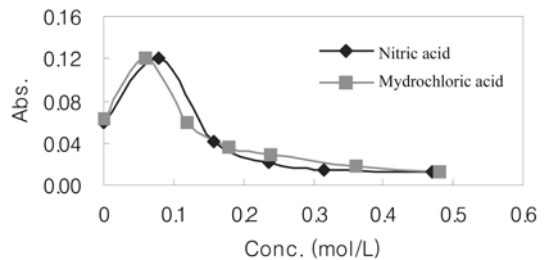


Fig. 4. Effect of HNO₃ and HCl concentration on the absorbance of L-Cysteine.

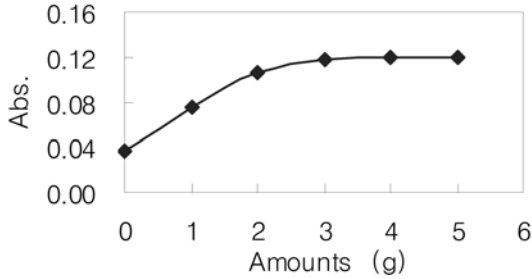


Fig. 5. Effect of potassium iodide amount used for pre-reduction to absorbance.

30 분 이상을 방치할 것을 선택하였다. Fig. 4의 그림은 L-Cysteine에 대한 질산과 염산 용매의 변화에 따른 흡광도의 변화를 나타내었다. Fig. 4에서 보는 바와 같이 질산, 염산 모두에서 대략 0.07 M 정도의 약산 조건에서 높은 흡광도를 나타내었다. L-Cysteine에 대한 약산 산성 조건은 이전의 다른 논문^{9,10,15}들과도 잘 일치 하는 내용임을 알 수 있다.

As(V)를 예비환원하기 위한 KI의 최적조건들은 Fig. 5~6과 같다. Fig. 5에서 보는 바와 같이 3 g 이상의 KI를 첨가하였을 경우에는 완전한 예비환원이 일어나지만, 3 g 보다 적은 KI를 사용했을 경우에는 완전한 예비환원이 일어나지 않음을 알 수 있다. Fig. 6에서 보는 바와 같이 KI 첨가 후에도 As(V)의 완전한 예비환원을 위해서는 약 1시간정도 방치해야 한다는 것을 알았다. 또한 시간이 지남에 따라서 노란색에서 갈색으로 변하는 것을 확인하였는데, 이것은 용액 중에 존재하는 산소에 의해 iodide가 iodine로 산화되는 것으로서 이 문제점을 해결하기 위하여 ascorbic acid를 첨가한 혼합용액을 은폐제로 사용하지만⁸ 본 실험에서는 KI만으로도 완전한 예비환원이 이루어지므로 실험의 신속성과 과정의 단순화를 위하여 KI만을 사용할 것을 결정하였다.

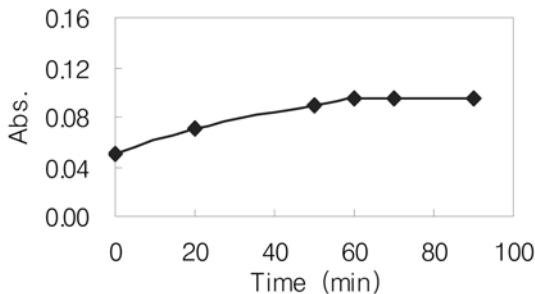


Fig. 6. Effect of reaction time with potassium iodide used for pre-reduction to absorbance.

그러나 과량의 KI는 용해되지 않고 남아 있어서 수소화물 생성에 영향을 줄 것으로 예상되므로, 약 3 g 정도의 KI가 적당하다고 생각된다.

Brooke¹⁶는 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 를, Whyte¹⁷는 $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 를 예비환원제로서 사용하였는데, 두 실험 모두 염산 조건하에서 AsCl_3 로 분리한 후 비소를 분석한 결과를 발표하였다. 이들은 AsCl_3 의 형태로 비소를 분석하기 위해서 강산성 조건에서 증류하는 방법을 사용함으로써 예비 환원제로서의 Fe^{2+} 를 사용하였다. 본 연구에서도 예비환원제로서의 Fe^{2+} 를 실험하기 위하여 시료에 일정량의 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 를 가한 후 HG-AAS를 이용하여 실험하였다. 그러나 실험이 진행되는 도중에 환원제 (NaBH_4)와 혼합되는 과정에서 비소가 아닌 Fe^{2+} 가 환원되는 현상으로 인하여 튜브내부에 검은 색을 띄는 침전물이 생성되었다. 이러한 침전물의 생성으로 인하여 튜브내부의 막히는 현상이 나타났고, 본 실험에서는 비소의 예비 환원되는 정도의 재현성이 없음을 확인하였다. 그러므로 Fe^{2+} 의 예비환원제로서의 타당성에 대해 더 연구해야 할 것이다.

3.4. 용출에 의한 무기비소의 분석

위에서 확립된 조건을 바탕으로 용출한 시료에 대해서 실제분석을 시도하려 했으나, 비소를 많이 함유하고 있다고 알려진 해산물의 경우에도 무기비소가 차지하는 비율이 $\mu\text{g}/\text{kg} \sim \text{mg}/\text{kg}$ 로서 미량을 함유하고 있을 뿐만 아니라,¹⁸ 무기비소만을 함유하고 있는 표준시료를 구할 수가 없었다. 그래서 무기비소가 전혀 함유되어 있지 않은 건조된 시료에 최종농도가 10 ppb가 되게 As(III)와 As(V)의 일정량을 첨가하여 사용하였다. 이때 사용한 예비환원제로는 L-Cysteine과 KI이고 용출시간은 1시간으로서 그 결과는 Table 3과 같다. 이미 용액상태의

Table 3. Recoveries for spiked As in dryness sample with HG-AAS

Metal ion	Amount added(μg)	Amount found(μg)	Recovery (%) ¹⁾	C.V. (%) ²⁾
As(III)	1	1.03	103	0.62
As(V) ³⁾	1	1.12	112	3.05
As(V) ⁴⁾	1	1.13	113	2.77

1) : Mean values obtained from five measurements

2) : Coefficient of variation = standard deviation/mean $\times 100$ (n=5)

3) : Pre-reduction by L-Cysteine

4) : Pre-reduction by KI

Amount of standard solutions spiked in sample : 1 μg (100 ng/mL $\times 10$ mL)

Extraction reagent : H_2O

Table 4. Analytical results of NIST SRM 1643C

Sample	Total As (ng/mL)	No-Prereductant (ng/mL)	KI (ng/mL)	L-Cysteine (ng/mL)
SRM 1643C	81	32.9	80.1	83.7
Recovery (%) ¹⁾	98.7	40.0	97.5	101.9
C.V. ²⁾	9.38	3.50	3.84	6.07
Instrument	ICP-OES	HG-AAS	HG-AAS	HG-AAS

1) Mean values obtained from five measurements

2) Coefficient of variation= standard deviation/mean×100(n=5)

비소화합물을 첨가했기 때문에 100 % 근처의 회수율을 보였다.

3.5. 표준시료와 실질 시료의 분석

NIST SRM 1643C Trace Elements in Water(82.1±1.2 ng/mL)는 무기비소만을 포함하고 있다고 알려져 있지 않지만, 분석의 정확도를 확인하기 위하여 위에서 확립된 조건에서 실험하였다. 총비소의 정량을 위하여 사용한 기기는 ICP-OES이고, 그 결과는 Table 4와 같다. Table 4에서 보는 바와 같이 KI와 L-Cysteine을 예비환원제로 사용했을 경우에는 100% 근처의 회수율을 보인 반면에, 예비환원제 없이 분석한 경우에는 40%의 회수율을 보였다. 또한 Table 4의 결과를 바탕으로 하여 NIST SRM 1643C Trace Elements in Water(82.1±1.2 ng/mL)의 비소는 대부분이 무기비소 [(As(III), As(V))]로서 함유하고 있는 것으로 판단된다.

실제시료로는 각 지방의 하천 중에서 5곳을 선택하여 총비소와 무기비소의 분석을 시도하였다. 총비소의 정량은 ICP-OES의 기기를 사용하였고, 총 비소중의 무기비소만의 분석은 HG-AAS를 이용하여 분석을 시도하였다. ICP-OES를 이용한 총 비소의 분석 시, 그 결과는 모두 검출한계(LOD : 0.003 ng/mL) 이하로서 총 비소를 함유하고 있지 않음을 확인하였고 이는 무기비소도 함유하지 않는 것으로 설명할 수 있다.

4. 결 론

As(V)를 As(III)로 예비 환원시키기 위해 선택한 환원제와 각각의 최적조건 및 무기비소 만을 분리 분석하기 위해서 사용한 H₂SO₄-trap에 대한 결과는 아래와 같다.

1) 비소 표준용액과 시료에 소량의 질산을 첨가했을 경우의 흡광도는 소량의 염산을 첨가하였을 경우보다 흡광도 증가에 더 효과적임을 확인하였으며, 이때의 최적 질산의 농도는 0.08 M 이다.

- 2) H₂SO₄-trap에 의해서 MMA와 DMA의 유기비소는 완전히 제거되어 무기비소만을 분리 분석 할 수 있었다.
- 3) 예비 환원제로서 L-Cysteine을 사용했을 경우, 약 0.5 g 정도를 첨가하고 0.07 M의 질산이나 염산의 약한 산성조건에서 30분 이상 반응 하였을 때, 완전히 As(V)가 As(III)로 환원됨을 알 수 있었다.
- 4) KI을 예비환원제로 사용했을 경우, 약 3 g 정도를 첨가하고 0.8 M 질산의 강한 산성조건에서 1시간 이상 반응 하였을 때, 완전히 As(V)가 As(III)로 환원됨을 알 수 있었다.
- 5) 예비환원제로서 FeSO₄를 사용했을 경우, Fe²⁺와 환원제(NaBH₄)와의 반응으로 튜브내부에서 검은 침전물의 생성으로 더 이상의 실험을 진행하기 어려웠다.

참고문헌

1. 김에정, 김선영, 이완주, 박미정, *Journal of Food Hygiene and Safety*, **13**, 201(1998).
2. L. Benramdane, F. Bressolle and J. J. Vallon, *J. of Chromatographic Science.*, **37**, 330(1999).
3. Steffen Nielsen and Elo H. Hansen, *Analytica Chimica Acta.*, **343**, 5(1997).
4. N. M. M. Coelho, A. Cosmen da Silva and C. Moraes da Silva, *Analytica Chimica Acta.*, **460**, 22(2002).
5. B. Welz and Y. He, M. Sperling, *Talanta.*, **40**, 1917 (1993).
6. M. Navarro, H. Lopez, M. C. Lopez and M. Sanchez, *Journal of Analytical Toxicology.*, **16**, 169 (1992).
7. W. Driehaus and M. Jekel, *Fresenius J. Anal. Chem.*, **343**, 352(1992).
8. T. Nakahara and N. Kikui, *Spectrochim. Acta.*, **40B**, 21(1985).
9. T. Guo, J. Baasner and D. L. Tsalev, *Analytica Chimica Acta.*, **349**, 313(1997).

10. B. Welz and M. Sucmanova, *Analyst.*, **118**, 1417(1993).
11. Y. L. Feng, H. Y. Chen, L. C. Tian and H. Narasaki, *Analytica Chimica Acta.*, **375**, 167(1998).
12. J. M. Brannon and Jr. W. H. Patrick, *Environ. Sci. Technol.*, **21**, 450(1987).
13. 임현성, 이석근, *한국분석과학회*, **13**, 151(2000).
14. H. Uggerud and W. Lund, *J. Anal. At. Spectrom.*, **10**, 405(1995).
15. X. C. Le, W. R. Cullen and K. J. Reimer, *Analytica Chimica Acta.*, **285**, 277(1994).
16. P. J. Brooke and W. H. Evans, *Analyst.*, **106**, 514(1981).
17. J. N. C. Whyte and J. R. Englar, *Botanica Marina.*, **26**, 159(1983).
18. D. J. H. Phillips, *Advanced Environmental Science Technology.*, **26**, 263(1994).