

A-1 환경오염물질 측정분석 정도관리(QA/QC)

현황

장성기, 박선구, 정영희, 류재근

국립환경연구원

Inventory of Quality Control on the Analysis and Measurement of Environmental Pollutant

Seong Ki Jang, Sun Ku Park, Yeong Hee Chung, Jae Kun Ryu
National Institute of Environmental Research 280-17 Bulkwang-dong,
Eunpyung-gu, Seoul, 122-040, Korea

1. 서론

경제발전 및 생활수준 향상과 더불어 환경오염물질을 배출하는 배출원 및 그 종류가 복잡 다양해짐에 따라 이들 배출원에 대한 적절한 관리방안 및 환경개선 노력이 요구된다. 이러한 환경오염을 방지하고 문제점을 해결하기 위한 가장 기본적인 자료는 오염정도의 정확한 측정자료이며, 정확한 측정자료는 오염실태 파악은 물론 장래예측 및 규제기준 등 각종 환경정책결정에 중요한 지표가 된다.¹

환경오염물질 측정·분석은 대기, 수질, 폐기물, 토양 등 매질이 다양하고 또한 매질중에 존재하는 미량 중금속, 유기화합물 등을 측정해야 하기 때문에 정확하고 신뢰성 있는 결과를 얻기 위해서는 고도의 숙련된 기술 및 세심한 주의가 필요하다. 최근에는 도시쓰레기 소각시설에서 극미량 배출되는 다이옥신(Dioxin) 뿐만아니라, 환경중에 극미량 존재하는 환경잔류성유기오염물질(Persistent Organic Pollutants), 내분비계장애물질(Endocrin Disrupters) 일명 환경호르몬 분석이 큰 관심의 대상이 되고 있는데 이들을 분석하기 위해서는 특히 고난도의 측정·분석기술이 요구된다.

이에 환경부에서는 환경오염물질 측정분석에 다양한 측정분석기술이 적용됨에 따라 통일되고 일관성있는 측정분석방법을, 시험항목별로 환경오염공정시험방법에 고시화하여 사용토록하고 있으며, 또한 오염물질의 증가에 따라 환경오염매체(대기, 수질, 폐기물, 토양, 먹는물)별로 공정시험방법을 규정하고 있다.^{2,6}

그러나 다양한 매질 및 오염물질, 매질중에 극미량 존재하는 오염물질 등 환경분석의 특이성 때문에 측정분석기관들 혹은 분석자들 사이에 분석결과가 상이하게 제시되어 분석기관들의 측정분석능력에 문제점이 제기되어왔다. 이같은 이유로 측정분석 데이터에 대한 신뢰성이 실추되고 사회적인 문제로 부각되어 환경오염현황의 정확한 비교·평가를 하는데 많은 문제점이 제기되었고, 환경정책 의사 결정에 있어서 장해요소로 작용하게 되어 많은 혼란을 야기시키게 되었다.¹

측정분석 결과의 신뢰성을 일정수준 이상 유지시키고, 향상시키기 위해서는 측정분석에 필요한 초자, 기구 및 표준물질의 완전한 준비, 측정분석방법 검토, 분석장비의 최적화 등 측정분석전에 치밀한 계획을 수립하는 효율적인 정도관리 체계확립이 요구된다.

본 연구에서는 측정분석데이터의 신뢰도를 확립하기 위한 정도관리, 정도보증 및 정도평가에 관한 일반적인 이론과 국립환경연구원에서 수행하고 있는 정도관리 현황에 대하여 기술하였다.

II. 이 론

실험실에서의 모든 측정분석은 의사결정을 하기 위한 정성 및 정량 분석결과를 제공하기 때문에 실험실에서 측정분석의 신뢰성을 유지하기 위해서는 측정하는 시료의 성상과 농도를 정확하게 나타내어야 하며, 또한 정확하고 신뢰성있는 측정분석 자료를 산출하기 위해서는 시료채취부터 분석과정을 거쳐 데이터 처리 등 전반적인 측정분석에 대한 정도관리 및 정도보증이 이루어져야 한다.

1. 정도관리(Quality Control, QC)⁷

측정분석에서의 정도관리는 측정분석시스템에 의한 측정결과의 재현성을 유지하기 위하여 사용되는 모든 기법을 포함하며 그 구성요소는 Fig. 1과 같다.

정도관리 시스템을 효율적으로 운영하려면 정도관리 운영 여부에 대해 주기적으로 감독 및 관찰 등으로 상시적인 확인 절차가 수행되어야 한다. 모든 측정분석실에서는 실험실 관리자 또는 책임자 이외에 정도관리시스템의 운영을 관찰할 수 있는 정도관리 담당자를 별도로 지정하는 등 체계적으로 운영하는 것이 바람직하다.

정도관리를 체계적으로 확립하기 위해서는 우선적으로 법률적인 근거 마련과 함께 제도적인 보완이 필요하며, 특히 환경오염분야의 국가적인 정도관리를 위해서는 정도관리기관을 단계별로 지정하여 효율성을 극대화시켜야 한다.

정도관리 조직, 인력확보와 함께 기술적인 면에서 정도보증(Quality Assurance, QA) 제도의 도입이 필요하다. 정도보증은 정도관리(Quality Control, QC)와 정도평가(Quality Assessment, QAs)로 구성되어 있다. 또한 정도관리 계획에 따라 체계적인 내부정도관리(Internal QC)와 종합적인 외부정도관리에 의한 정도평가(QAs)로 이루어져야 하며, 정도평가에 따른 교육 실시와 기관별 인증제도 도입이 가능하게 될 것이다. 이러한 정도관리(QC)와 정도평가(QAs)에 의한 정도보증(QA) 수행을 위해서는 이들의 세부운영지침서가 마련되어야 한다.

2. 정도보증(Quality Assurance, QA)⁷

측정자료의 결과는 일반적으로 측정분석 목적에 의한 요구조건과 비교하여 자료의 정도 및 불확실도(Uncertainty)⁸를 평가할 수 있다. 측정결과가 일관성이 있고 불확실도가 작게되면 일정 수준 이상의 정도를 갖고 있다고 말할 수 있다. 이러한 정도는 측정분석의

재현성을 나타내는 정밀도와 참값에 접근하는 정도를 나타내는 정확도로 구성되어 있으며, 실제로 모든 측정분석에는 정량적인 한계와 오차를 포함하고 있으므로 모든 측정분석 결과에는 일정 수준의 불확실도를 포함하고 있다. 이러한 측정분석 결과가 갖고 있는 불확실도를 정량적으로 표현하고 기술함으로써 측정분석의 정도목표를 만족하고 있음을 보여줄 수 있게 된다. 이와같이 측정분석의 결과가 정도목표를 만족하고 있음을 보증하기 위한 모든 활동을 정도보증(QA)이라 한다. 따라서 정도보증제도의 도입에 있어서는 측정분석기관 혹은 측정분석결과에의 정도를 향상시킴과 동시에 정도(Quality)의 불확실도를 정량적으로 기술할 수 있어야 됨이 주요내용이 된다. 이러한 각 측정분석 결과에 대한 불확실도의 기술은 측정분석 결과의 상이함에 따른 소모적인 시비를 방지할 수 있고, 측정분석치의 신뢰성 확보가 가능하며 측정목적에 부합하는 자료들을 확보할 수 있다.

전형적인 측정분석 과정에서의 정도보증은 Fig. 2와 같이 제시되고 있다. 정도보증은 정도관리(QC)와 정도평가(QAs)로 구성되어 있으며 측정분석 과정에서 정도관리(QC)는 측정분석 시스템을 통계적 관리상태로 잘 조정하고 유지하므로써 대표성있는 측정분석 자료를 얻도록 한다. 정도평가(QAs)는 생산된 측정분석 자료의 정도를 검토하기 위한 것이나 미지시료에 대한 충분한 평가는 본질적으로 불가능하다. 그러나 통계적 관리상태에서 표준물질(기준물질)과 미지시료의 동시 측정분석을 통하여 표준물질의 결과를 기준 측정분석값과 비교함으로써 측정분석 시스템의 측정분석 능력을 확인하고 측정분석 결과의 정밀도와 정확도를 추정할 수 있다. 따라서 정도보증은 통계적 방법에 의해서 이루어진다.

2.1 정도보증의 구성요소

정도보증을 구성하고 있는 요소는 Fig. 3에 제시된 바와 같이 여러가지 단계로 구성되어 있으며, 정도관리(QC)와 정도평가(QAs) 과정이 서로 어울려져 있다. 이러한 정도보증을 위한 요소들의 각 단계는 측정분석 목적에 부합되어야 하며, 측정분석 목적에 맞는 측정분석 계획에 의해서 효율적이고 균형있는 정도보증을 수행할 수 있도록 해야할 것이다. 측정분석 목적에 따른 측정분석 과정에 대한 확실한 이해를 한다면 만족할 만한 측정분석 자료를 얻을 수 있을 것이며, 이를 위해 수행되는 정도보증 행위는 단순한 계획이나 기계적으로 수행하는 행위이상의 철학과 신념에 근거를 두고 이루어져야 될 것이다.

3. 정도평가(QAs)

정도평가는 측정분석 과정에서 측정분석 결과의 질(정도)을 추론할 수 있는 방법들로 구성된다. 이 방법을 통하여 통계적인 관리로 정도보증을 할 수 있으며 측정분석 자료의 정확도(accuracy)를 추정하고 유지할 수 있도록 한다. 이러한 정도평가의 구성요소는 Fig. 4와 같다. 정밀도(precision)는 시료의 반복분석을 통해서 평가될 수 있으며 편기(bias)는 기지시료의 반복측정을 통하여 평가할 수 있다. 이러한 측정분석 결과에 대한 정도평가는 실험실 내부의 자체평가와 외부기관에 의한 외부평가로 구분된다.

3.1 내부정도평가

내부정도평가는 내부표준물질(Internal Standard Materials), 분할시료(Split Sample), 표준첨가시료(Spiked Sample), 혼합시료(Mixed Sample) 등을 이용하여 측정시스템의 반복측정 및 분석을 통한 재현성 평가가 주 목적이며 시료채취 및 분석절차의 재현성에 관한 유용한 정보를 제공한다. 또한 다른 분석자나 다른 측정기기에 의한 측정분석 결과를 서로 비교함으로써 실험절차상의 안정성 검토가 가능하며 다른 분석방법으로 동일시료를 중복하여 측정분석함으로써 사용방법의 정밀도, 정확성에 대한 확신이나 방법상의 편기의 존재를 확인할 수 있게 한다.

3.2 외부정도평가

외부정도평가의 실시는 내부정도평가에 드는 노력을 줄일 수 있으며, 자체비교로 인한 오차를 줄일 수 있고 몇가지 절차를 통해 내부정도평가를 확신할 수 있으며 내부 정도평가에서는 확인하기 어려운 편기를 찾아낼 수 있어 측정의 정확도를 유지할 수 있다.

외부정도평가에는 공동시험분석의 참여, 시료를 다른 실험실과 교환 측정분석, 외부에서 제공된 표준물질을 분석하는 방법 등이 있으며, 공동 시험분석의 참여는 다른 분석자들과 측정분석기술을 비교하는 자리가 될 수 있다. 실험실간의 시료 교환측정분석은 참값의 파악에 도움이 되며 적절한 표준시료의 활용은 전체 측정분석 과정을 평가할 수 있게 한다.

III. 정도관리 현황

1. 실시배경

각 나라마다 하천, 호소 연안 지점에 대한 수질을 계속적으로 조사하여 세계 각국의 수질변화 추세를 파악하고자 하는 국제보건기구(World Health Organization, WHO)의 지구 환경모니터링 사업인 GEMS(Global Environmental Monitoring System)/WATER 프로그램 사업⁹의 참여를 계기로 하여 WHO에서는 수질변화에 대한 정확하고 올바른 평가와 추이변화를 파악하기 위해서는 무엇보다도 수질오염정도를 나타내는 측정분석데이터의 신뢰도와 정확도의 중요성을 인식하게 되어 GEMS/WATER 프로그램 사업 참여 국가를 대상으로 AQC (Analytical Quality Control) 프로그램을 실시하고 있다. 이에 국립환경연구원에서는 1982년 9월에 WHO의 AQC 프로그램에 처음으로 참여하여 1998년 현재까지 45개 항목(Table 1. 참조)¹⁰에 대한 기지시료와 미지시료를 GEMS/WATER Operational Guideline의 분석방법¹¹에 따라 분석하여 그 결과에 대한 신뢰도를 평가받고 있다.

Table 1. Analytes for analytical quality control from GEMS/Water

Sample Types	Analytes	No.
Minerals	pH, Specific Conductance (μ MHO/cm), Total Dissolved Solids(TDS), Ca, Mg, K, Na, Total Alkalinity(CaCO_3), Chloride, Fluoride, Sulfate)	11
Nutrients	Ammonia Nitrogen, Nitrate Nitrogen, Orthophosph ate-P, Total Kjeldahl-N, Total Phosphorus	5
Demands	BOD, COD_{cr} , TOC	3
Non-Filterable Residue	Non-Filterable Residue	1
Organochlorin Pesticides	Aldrin, Dieldrin, Heptachlor, Heptachlor epoxide, 4,4'-DDD, 4,4'-DDE, 4,4'-DDT	7
Chlorinated Hydrocarbon Pesticides	Lindane, Endrin, Methoxychlor	3
Trace Metals	Al, As, Cd, Cr, Co, Cu, Fe, Pb, Mn, Hg, Ni, Se, Zn	13

WHO의 GEMS/WATER 프로그램 사업과 관련한 측정분석에 대한 정도관리(AQC)의 실시를 계기로 환경부에서는 정도관리에 대한 법적근거¹²⁻¹³를 마련하여 국내의 국공립기관 등 측정분석 유관기관들을 대상으로 측정분석 방법등 결과자료에 대한 신뢰도 및 정확도의 정도를 시험하고 있다.

2. '98년도 정도관리 대상분야, 항목 및 대상기관

2.1 대상분야 및 대상항목

'98년도 환경오염물질 측정분석 정도관리 대상분야는 대기, 수질환경, 먹는물, 폐기물, 토양 5개 분야이며, 분야별 대상항목은 Table 2와 같다.

2.2 정도관리 대상기관

환경오염물질 측정분석 정도관리 대상기관으로는 국공립기관, 자가측정대행업소 등 측정분석관련 유관기관으로 '98년도에는 217개 기관을 대상으로 실시하였으며, 분야별 참여 대상기관에 대한 분포를 Table 3에 구체적으로 나타내었다.

Table 2. Fields and Analytes for Analytical quality control('98)

Field	Analytes
Air	Dust
Water	BOD, COD, T-N, T-P, Phenol, CN, Cr, Cd, As, PB, Hg
Drinking -water	NO ₃ -N, NH ₃ -N, F, As, Pb, Hg, CHCl ₃ , C ₆ H ₆ , malathion
Waste	Cd, Cu, Pb, TCE, PCE
Soil	Cd, Pb, As, Cu, Zn, benzene, toluene, ethylbenzen, xylene)

Table 3. Number of participants for analytical quality control(AQC) program('98)

Field Participants	Air	Water	Drinking -water	Waste	Soil		Sum
					Metal	BTEX	
Environmental Management Officer	17	8	8	8	(8)	8	17
Institute of Health & Environment	15	15	15	15		15	15
Water Quality Research Institute in NIER		4					4
Environmental Management Corporation		9		3			9
Sewage Treatment Plant		28					28
Metropolitan Water Test Institute			7				7
Drinking-Water Test Institute			20				20
Soil Pollutant Analytical Institute						7	7
Self-Measure Substitution Company	101	109					116
Total	133	173	50	26	8	30	217

* 환경관리청 8개기관은 동일부서에서 동일항목의 중복을 피하기 위해 수질, 토양분야(우수년)와 먹는물, 폐기물분야(기수년)로 구분하여 격년으로 실시기로 함.

3. 분야별 정도관리 세부내용

대기분야를 제외한 수질환경, 먹는물, 폐기물 및 토양분야 정도관리는 정도관리 대상 항목의 표준시료에 대한 개봉 및 희석배출방법, 각 항목별 분석과정의 중요성 및 주의점, 분석결과의 데이터 처리, 시험일지 작성 요령 등 정도관리 전반적인 소집교육을 실시하고 표준시료를 각 기관에 직접 공급한 후 분석기간 30~45일 후 그 결과를 통보하도록 한다.

3.1 수질환경분야

3.1.1 대상기관 및 항목

정도관리 대상기관은 '86년부터 '97년까지 매년 증가하는 추세를 보이고 있었으나 '95년도에는 예외적으로 그 수가 98개 기관으로 줄었는데 그 이유는 '94년도 정도관리 시행 결과 오차율이 10%이내의 우수기관(업소)에 한하여 인력변동사항이 없는 경우 면제를 희망한 기관인 시도보건환경연구원 15개기관, 상수도사업본부 수질검사소 2개기관, 하수종말처리장 3개기관, 자가측정대행업소 14개업소를 제외시켰기 때문이다. 여기에 대한 구체적인 내용은 Table 4에 나타내었다.

Table 4. Annual number of participants for AQC in water field

Field Participants	'98	'97	'96	'95	'94	'93	'92	'91	'90
Environmental Management Officer	8	7	8	7	6	6	6	2	6
Institute of Health & Environment	15	15	15	0	15	15	14	5	15
Water Quality Research Institute in NIER	4	4	4						
Environmental Management Corporation	9	9	9	9	9	9	9	5	5
Sewage Treatment Plant	28	28	28	18	21				
Self-Measure Substitution Company	109	106	102	60	65	67	65	56	63
Total	173	169	166	98	122	107	94	68	87

또한 '87년~'90년 사이에는 무기성질소인 암모니아성질소(NH₃-N), 질산성질소(NO₃-N), 인산염인(PO₄-P)를 정도관리 대상항목으로 실시하였으나, '91년도 이후에는 현재와 같이 11개 항목에 대해 실시하고 있다.

3.1.2 정도관리 표준시료 분석 및 결과 작성 방법

정도관리 11개 시험항목중 시안(CN), 페놀(Phenol), Cr, Cd, As, Hg, Pb 7개 항목은 수질환경보전법에 명시된 수질환경기준의 호소, 하천 수질기준에 공통적으로 적용되는 항

목이며, 생물학적산소요구량(BOD)은 하천의 수질기준에 해당되며, 화학적산소요구량(COD), 총질소(TN), 총인(TP)은 호소의 수질기준에 적용되는 항목이다.

11개 정도관리 시험항목에 대한 표준시료 분석은 현행 수질오염공정시험방법³에 따라 수행토록 하였으며, 표준시료는 수령즉시 실험하여야 하며, 즉시 실험하지 못할 경우에는 4℃ 이하의 냉장소에 보관하여야 한다. 단, 시료앰플을 개봉한 상태에서는 즉시 실험하여야 한다.

모든 표준시료는 앰플 상부를 주의하여 절단하고 10mL를 정확히 취하여 1L 용량플라스크에 넣고 증류수로 표선을 맞춘 다음, 잘 흔들어 섞어서 측정용 표준시료로 희석한다. BOD, COD는 하천, 호소등의 유기물의 양을 산소로 환산하여 간접적인 유기물의 오염정도를 추정하는 방법이며, 질소와 인은 호소, 하천의 부영양화 원인이 되는 물질이며, 부영양화에 의한 조류의 증식을 일으키는 원인물질이기도 한 TN, TP는 부영양화의 정도를 측정하는 방법이다. 그외의 CN, 페놀(Phenol), Cr, Cd, As, Hg, Pb의 7개 항목은 사람의 건강을 보호하는데 기본적으로 필수적인 항목으로서 하천, 호소 등의 수질오염정도를 측정하는 항목이다.

표준시료의 조제농도로부터 평가값의 결정은 BOD, COD, TN, TP, CN, Phenol 항목에 대해서는 5회에 걸쳐, 중금속 As, Cr, Cd, Pb, Hg 항목은 20회에 걸쳐 주기적으로 측정한후 평균값, 표준편차, 허용상하한, 경고상하한값을 구한후 이들에 대해 정도관리차트를 작성하여 계속해서 주기적으로 5회씩 더 반복측정하여 경고상하한값 범위에 들어오는 것은 물론 평균값에 아주 가까워 정확도와 정밀도가 아주 우수한 값을 평가값으로 선정한다.

실험 결과의 유효숫자는 생물화학적 산소요구량(BOD) 및 화학적 산소요구량(COD)의 경우는 소수점 첫째자리(0.0)까지, 총인, 총질소, 시안, 페놀 및 중금속류는 소수점 셋째자리(0.000)까지 표시한다.

3.2 먹는물분야

3.2.1 대상기관 및 항목

먹는물분야 정도관리는 '96년부터 실시하였으며 대상항목 및 대상기관은 다음 Table 5와 같다.

3.2.2 표준시료 분석 및 결과작성방법

정도관리를 위한 표준시료는 수령 즉시 실험하여야 하며, 즉시 실험하지 못할 경우에는 4℃ 이하의 냉장소에 보관하여야 한다(중금속 측정용시료 제외). 단 앰플시료는 개봉 즉시 실험하여야 한다.

앰플시료는 앰플 상부를 주의하여 절단하고 10ml를 정확히 취하여 1ℓ 용량 플라스크에 넣고 증류수로 표선을 맞춘 다음 잘 흔들어 섞어서 측정용 표준시료로 한다(100배 희석). 바이알시료중 휘발성물질은 마개를 개봉하고 10ml를 정확히 취하여 200ml(20배 희석) 용량플라스크에 넣고 증류수로 표선을 맞춘 다음 잘 흔들어 섞어서 측정용 표준시료로 하고, 농약(말라치온)은 10ml를 정확히 취하여 1ℓ (100배 희석)로 한다.

Table 5. Annual number of participants for AQC in drinking-water field

Year	Participants	Analytcs
'96	Environmental Management Officer : 8 Institute of Health & Environment : 15 Metropolitan Water Test Institute : 7 Drinking-Water Test Institute : 20	NH ₃ -N, NO ₃ -N, Pb, Hg, F, CHCl ₃ , Benzene
'97	Environmental Management Officer : 8 Institute of Health & Environment : 15 Metropolitan Water Test Institute : 7 Drinking-Water Test Institute : 20	NH ₃ -N, NO ₃ -N, Pb, Hg, F, CHCl ₃ , Benzene
'98	Environmental Management Officer : 8 Institute of Health & Environment : 15 Metropolitan Water Test Institute : 7 Drinking-Water Test Institute : 20	NH ₃ -N, NO ₃ -N, Pb, Hg, F, CHCl ₃ , Benzene, malathion

중금속 측정용 시료의 경우 침전물 등 이물질이 발견될시는 가운 등의 방법으로 침전물을 완전히 녹인 다음 위와 같은 방법으로 분취하여 100배 희석한다.

모든 시료는 먹는물 공정시험방법⁶ 항목별 시험방법에 따라 분석한다. 다만 음이온(불소, 질산성질소)은 이온크로마토그래피(IC), 수은(Hg)은 수은분석기, 기타 중금속은 ICP를 사용하여 분석할 수 있다.

실험 결과는 먹는물 수질기준의 정량한계 및 결과표시에 준하여 표시하는데, 수은, 벤젠, 말라치온의 경우는 소수점 4째자리(0.0000) 까지 표시한다.

3.3 폐기물분야

3.3.1 대상기관 및 항목

폐기물분야 정도관리는 '90년부터 실시하였으며 대상항목 및 대상기관은 다음 Table 6 과 같다.

또한 연도별 정도관리 시험항목수에서 큰 차이는 없었으나, Cd, Cu, Pb 등 중금속을 기본항목으로 하고, TCE 및 PCE도 실시하였다.

3.3.2 표준시료 분석 및 결과 작성방법

폐기물분야 정도관리를 위한 표준시료는 폐기물공정시험방법중⁴ 용출시험방법에 따라 용출 시험용검액을 조제한 후, 폐기물공정시험방법중 항목별 시험방법에 따라 분석하는데 원자 흡광광도법을 주시험방법으로 한다.

분석결과는 수분보정을 생략하고 측정치 자체를 결과치로 계산하며, 모든 시험결과는 mg/l 단위로 하고 소수점 4째자리에서 반올림하여 3째자리까지 기재한다. 분석은 3회 측정하여 결과를 기록한다.

Table 6. Annual number of participants for AQC in waste field

Year	Participants	Analytes
'90	Environmental Management Officer : 6	Cd, Cu, Pb, Cr
'91	Environmental Management Officer : 6 Environmental Management Corporation : 2	Cd, Cu, Pb, Cr
'92	Environmental Management Officer : 6 Environmental Management Corporation : 3	Cd, Cu, Pb, TCE, PCE
'93	Environmental Management Officer : 6 Environmental Management Corporation : 3	Cd, Cu, Pb, Cr
'94	Environmental Management Officer : 6 Environmental Management Corporation : 3	Cd, Cu, Pb, TCE, PCE
'95	Environmental Management Officer : 6 Environmental Management Corporation : 3	Cd, Cu, Pb, TCE, PCE
'96	Environmental Management Officer : 6 Environmental Management Corporation : 3	Cd, Cu, Pb, TCE, PCE
'97	Environmental Management Officer : 6 Environmental Management Corporation : 3 Institute of Health & Environment : 15	Cd, Cu, Pb
'98	Environmental Management Officer : 6 Environmental Management Corporation : 3 Institute of Health & Environment : 15	Cd, Cu, Pb

3.4 토양분야

3.4.1 대상기관 및 항목

토양분야 정도관리는 '88년부터 실시하였으며, 대상기관 및 대상항목은 다음 Table 7과 같다.

3.4.2 표준시료 분석 및 결과 작성방법

정도관리 9개 항목중 중금속 각 항목의 분석은 토양오염공정시험방법⁵에 준하여 실시하고, Zn은 Cd, Cu, Pb 분석방법에 준하여 실시한다. 측정결과는 mg/kg 단위로 나타내고 소수점 3째자리에서 반올림하여 2째자리까지 기재한다.

유류는 토양오염공정시험방법의 유류시험방법에 준하여 실행하는데, 시료 일정량을 마이크로실린지로 취하여 퍼지엔트랩용 5ml 실린지에 주입하여 분석한다. 측정결과는 벤젠, 톨루엔, 에틸벤젠, 자일렌 각각의 농도를 mg/l 단위로 나타내고, 소수점 4째자리에서 반올림하여 3째자리까지 기재한다. 자일렌의 농도는 o-, m-, p-자일렌의 합으로 계산한다.

Table 7. Annual number of participants & analytes for AQC in soil field

Year	Participants	Analytes
'88	Environmental Management Officer : 6	Cd, Cu, As
'89	Environmental Management Officer : 6	Cd, Cu, As
'90	Environmental Management Officer : 6	Cd, Pb, Zn, As
'91	Environmental Management Officer : 6 Environmental Management Corporation : 3	Cd, Cu, Pb, Zn, As
'92	Environmental Management Officer : 6	Cd, Cu, Pb, Zn, As
'93	Environmental Management Officer : 6	Cd, Cu, Pb, Zn, As
'94	Environmental Management Officer : 6	Cd, Cu, Pb, Zn, As
'95	Environmental Management Officer : 6	Cd, Cu, Pb, Zn, As
'96	Environmental Management Officer : 6	Cd, Cu, Pb, Zn, As
	Soil Pollutant Analytical Institute : 30	BTEX
'97	Environmental Management Officer : 6	Cd, Cu, Pb, Zn, As
	Soil Pollutant Analytical Institute : 30	BTEX
'98	Environmental Management Officer : 6	Cd, Cu, Pb, Zn, As
	Soil Pollutant Analytical Institute : 30	BTEX

3.5 대기분야

3.5.1 대상기관 및 항목

대기분야 정도관리는 '90년부터 실시하였으며, 지방환경관리청 및 시도보건환경연구원
은 먼지 시료채취 및 유류중 황분석에 대해 자가측정대행업소는 먼지 시료채취에 대해
실시하였다.(Table 8 참조)

Table 8. Annual number of participants for AQC in air field

Participants	Year			
	'98	'97	'96	'95
Environmental Management Officer	17	13	8	7
Institute of Health & Environment	15	15	15	15
Self-Measure Substitution Company	101	101	95	73
Total	133	129	118	95

3.5.2 정도관리 방법

대기분야 정도관리는 다른분야와 달리 정도관리용 표준시료 조제에 어려움이 있어 실
제 배출업소 굴뚝에서 먼지시료를 측정케하여 평가하고 있는데, 일반적인 준비사항, 시료

채취장치구성, 시료채취능력 및 측정결과 산정능력 등 종합적으로 평가한다(Table 9 참조). 준비사항(I)에 대한 평가방법은 각 항목의 장비, 기기 및 물품을 보유하고, 시험방법 등이 규정에 적합하고 성능이 우수 여부에 따라 유·무로 평가한다. 시료채취장치구성(II), 시료채취능력(III) 및 측정결과산정능력(IV)은 우수, 적합, 불량으로 구분하여 오차율로 평가한 후, 이들 각각을 점수로 환산하여 100점을 만점으로 하여 항목별 총점이 90점 이상인 경우에는 우수, 70점 이상인 경우에는 적합, 70점 미만인 경우에는 불량으로 판정하고 있다.

Table 9. Evaluation items & methods for dust sampling ability

No.	Items	Methods		No.	Items	Methods		
		Yes	No			Best	Good	Bad
I	General			II	Sampling Apparatus			
1	gas-meter			1	probe			
2	vaccum-pump			2	impinger-train			
3	manometer			3	gasmeter, vaccumpump			
4	orificemeter			4	leak-test			
5	pitoit tube			III	Sampling Ability			
6	sampling probe			1	sampler balance			
7	umbilical code			2	manometer zero			
8	impingertrain			3	static pressure			
9	H ₂ O samplingkit			4	calculator			
10	balnace			5	flow rate			
11	thermometer-1			6	gasmeter temp.			
12	thermometer-2			7	flow gas temp.			
13	calculator-1			8	sampling point			
14	nozzle			9	H ₂ O			
15	barometer			10	O ₂			
16	O ₂ -calculator			11	pressure			
17	filter-paper			12	time			
18	silica gel			IV	측정결과산정			
19	calculator-2			1	dust conc.			
20	wath			2	gas flow rate			
21	roop			3	standard conc.			
22	roop			4	standard flowrate			
23	safe cap			5	facility			
24	paper			6	dust flow rate			
				7	over flow rate			
				8	I(%)			
Total Evaluation								

4. 분야별 정도관리 평가기준

'97년도까지는 평가단계를 4단계(우수, 양호, 보통, 불량)로 구분하였으나, '98년에는 3 단계(우수, 적합, 불량)로 구분하여 평가하고 있다.

대기분야는 준비사항(24), 시료채취장치구성(16), 시료채취능력(36) 및 측정 결과산정(24) 등으로 점검내용을 구분하여 오차율을 점수로 환산한 후 우수(90점이상), 적합(70점 이상), 불량(70점미만)으로 판정한다.

수질환경, 먹는물, 폐기물, 토양분야는 항목별로 허용한계값 이내에는 적합, 허용한계를 초과하는 것은 불량으로 판정하는데, 단, 적합중에서 1sigma(σ)범위내의 측정값을 구별하여 우수로 판정한다.

또한 기관별 평가는 전항목 오차율의 평균값을 산정하여 $\pm 10\%$ 이하는 우수, $\pm 30\%$ 이하는 적합, $\pm 30\%$ 초과는 불량기준에 적용하여 판정한다.

'97년도와 '98년도 항목별 허용한계값은 다음 Table 10과 같다.

Table 10. Comparison of evaluation guideline of each analyte('98, '97)

Analytes	'98	'97
General analytes (BOD, COD, TN, TP, CN, Phenol)	$\pm 30\%$	$\pm 30\%$
(NH ₃ -N, NO ₃ -N, F)	$\pm 15\%$	$\pm 30\%$
Heavy Metal (Pb, Cd, Zn, Cu, Hg, Cr)	$\pm 30\%$	$\pm 30\%$
(As) : Water field	$\pm 30\%$	$\pm 30\%$
: Drinking-water, Soil, Waste	$\pm 20\%$	
VOCs (CHCl ₃)	$\pm 20\%$	$\pm 50\%$
(BTEX) : Drinking-water	$\pm 40\%$	$\pm 50\%$
: Soil	$\pm 40\%$	$\pm 30\%$
Pesticides (Malathion)	$\pm 45\%$	-

*분야별, 항목별 평가기준은 그동안의 정도관리 실시결과 및 EPA, WHO의 평가기준을 참조하여 항목별 허용한계치를 정함.

IV. 정도관리 실시결과에 따른 사후관리

본 연구에서 정도관리 실시결과에 따른 사후관리는 정도관리 실시 평가 결과가 평균 오차율 30% 이상인 불량기관들은 재소집하여 각 항목별 측정분석방법, 데이터 처리과정 등 측정분석 전반에 대한 재교육을 실시한 후, 오차 원인을 파악하고 문제점을 개선토록 유도한다. 또한 측정 정도를 향상시키기 위해 대상기관에 현지출장하여 AQC 결과에 대한 불량원인, 실험실 운영 실태, 측정실적 등을 파악하고 측정요원에 대한 측정분석과정의 전반적인 기술지도 등을 수행한다.

1. 기술지도 및 점검내용

정도관리 실시결과 각 항목별 오차원인등 분석과정의 전반적인 문제점에 대한 기술지도의 내용은 아래와 같다.

- 사용되는 모든 초자, 기구 종류 및 사용방법
- 물의 탈이온화시키는 방법 및 중요성
- AQC 시료 분석 시험일지
- 측정기기 작동 방법 및 운영상태
- 적정액의 역가측정, 규정 농도 준수
- 중금속 분석시 전처리과정, 각 금속의 특성에 따른 표준용액 조제시 주의사항
- 바탕시험값, 검량선 기울기 및 직선성, 검량선 작성용 표준용액의 농도
- 실험실 운영 및 관리 실태에 대한 점검

2. 문제점 및 개선사항

2.1 문제점

▶ 의뢰시료 및 AQC 시료등 측정과정이 기록되어 있지 않아 분석자가 바뀌면 측정분석과정에 대한 작성방법, 시료종류별 측정분석기술이 전수 및 유지가 잘 이루어지지 않고 있었다.

▶ 흡광광도계나 원자흡광광도계(AA)가 분석가능한 상태인지, 또는 최적화 조건을 점검하는 것이 숙지되어 있지 않았으며, 분석항목에 맞는 분석장비에 대한 운영상태가 잘 되어있지 않았다.

▶ 실험일지의 계산식에는 적정액의 역가가 대입되고 있지만 실제 적정액의 역가분석과정은 기록되어 있지 않아 적정액의 역가 분석, 규정농도 등 분석과정을 정확히 알 수 없었다.

▶ 검량선 기록은 있으나 이전 자료나 문헌에 있는 아주 우수한 자료와 비교해서 기울기가 정상인지 등을 점검하는 것은 전혀 없었으며 흡광도에 의한 직선범위밖의 검량선을 인지하지 못하고 있었다.

▶ 항목별 기구 세척방법을 정확하게 숙지하지 못하고 있었으며, 세척액 선택에 있어서도 탈이온화된 물을 사용하지 않고 있었다. 또한 피펫 세척, 행금도 불완전한 상태이며, 외기에 노출된 상태로 보관하며 세척통, 세척기, 건조기가 구비되어있지 않아 실험실 운영 및 관리가 제대로 되고있지 않았다.

2.2 개선사항

▶ 측정분석과정에 대한 작성방법, 시료종류별 측정분석기술등을 문서화 시킬 필요성이 있다.

▶ 사용자 매뉴얼에 있는 기기 점검 부분을 숙지시키고, 정기적으로 정해진 표

준용액을 가지고 기기의 흡광도를 점검하거나, 인력여건이 좋은 기관을 선정하여 기기관리나 점검, 방법을 숙지할 필요성이 있다.

▶ 측정법 이론의 숙지, 시험방법상 각 세부 과정이 결과에 미치는 영향, 자체적으로도 결과의 정확도를 평가할 필요성 등을 분석자들에게 숙지시켜야 할 것으로 판단되었다.

▶ 저농도 시료를 분석할 경우 검량선 기울기가 측정한계와 관련이 있으므로 기울기가 정상인지 확인하는 방법, 고농도 시료는 검량선의 최고농도에서도 확실히 직선인지 확인하고, 시료의 흡광도가 그보다 높을 경우 희석, 재측정하여 부의 오차를 줄이도록 숙지할 필요성이 있다.

▶ 증류수를 이온교환수지에 통과시켜 사용토록 해야하며, 초자 보관시 먼지가 들어가지 않도록 봉하거나 서랍, 기구장에 보관토록 숙지시켜야하며, 시약의 질, 보관, 조제후 유효기간에 대한 교육을 시켜야한다

참 고 문 헌

1. 장성기, 박선구 등의 5명, "환경오염물질 측정분석 정도관리 종합지침", p. 3, 국립환경연구원, 1997
2. 대기오염공정시험방법, 환경부 고시 제 97-98호, 1997.
3. 수질오염공정시험방법, 환경부 고시 제 111호, 1997.
4. 폐기물공정시험법, 환경부 고시 제 91-97호, 1991.
5. 토양오염공정시험방법, 환경부 고시 제 1998-16호, 1998.
6. 먹는물 수질공정시험방법, 환경부 고시 제 1997-118호, 1997.
7. J.K.Taylor, "Quality Assurance of Chemical Measurement", Lewis Publishers, Inc., 1987.
8. "Qualifying Uncertainty in Analytical Measurement", First edition, ISBN, London, 1995.
9. "Environmental Data Report", Second Edition, p.1-2, UNEP, GEMS Monitoring and Assessment Research Centre, London, 1990.
10. R. Helman, "Environmental Monitoring System Laboratory", Letter relating to Instructions Performance Evaluation, USEPA Cincinnati, 1998.
11. "GEMS/WATER Operational Guide", Third edition, Chapter III, National Water Research Institute, Canada, 1992.
12. "환경기술지원 및 개발에 관한 법률 시행규칙(환경부령 제21호)"제 3조의 12, 환경부, 1996.
13. "환경측정기기의 형식승인·정도검사 등에 관한 고시 제 14조", 환경부, 1997.

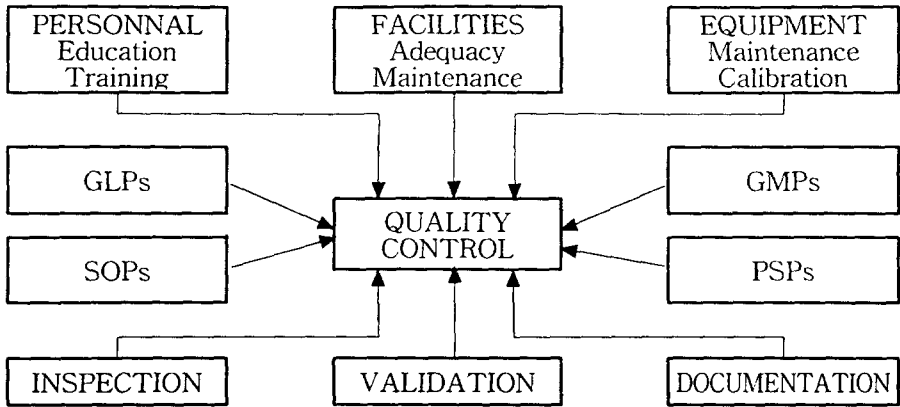


Fig. 1. The quality control system

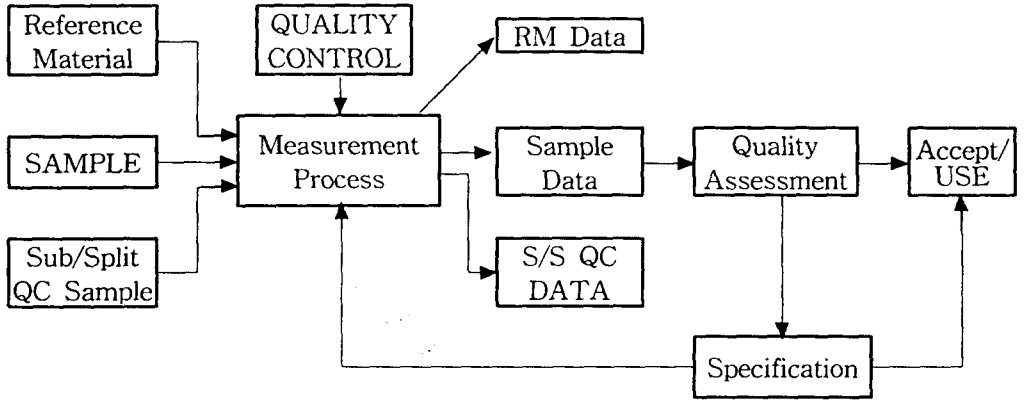


Fig. 2. Measurement process quality assessment

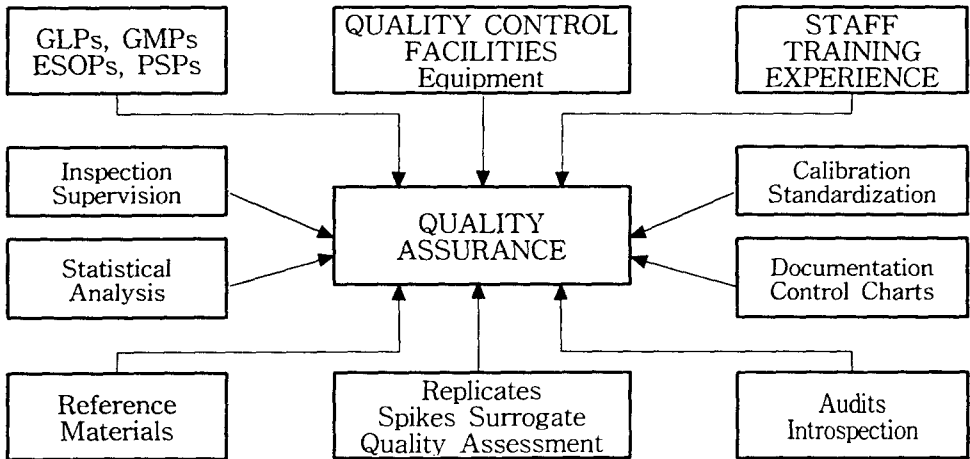


Fig. 3. Basic elements of quality assurance

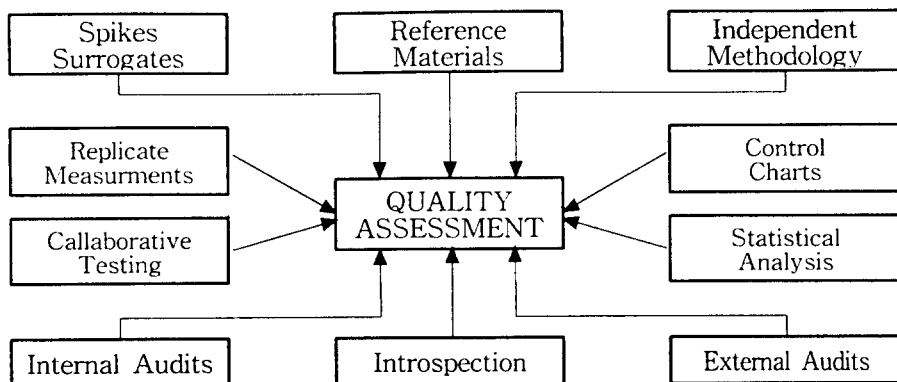


Fig. 4. The quality assessment system