

## 3C2) ICP-AES를 이용한 대기분진 중 중금속 분석에 대한 정도관리

### Quality Assurance of Heavy Metal Components in Ambient Particulate Matters Determined by ICP-AES

임종명 · 이현석 · 이진홍 · 우진춘<sup>1)</sup> · 한진석<sup>2)</sup>

충남대학교 환경공학과, <sup>1)</sup>표준과학연구원, <sup>2)</sup>국립환경연구원

#### 1. 서 론

국제 표준화 연구와 관련하여, 측정 및 분석과 관련된 국제기관들이 참여하여 1993년에 발행된 측정 불확도의 표현지침인 GUM은 데이터의 품질 관리 및 보증의 수단으로서 활발히 연구되고 있다. 특히, 국제적으로도 CCQM, CITAC, Eurachem, NIST 등의 기관을 중심으로 GUM 규격의 적용이 활발히 연구되고 있으나, 미국보다는 유럽에서 데이터 품질의 계량화 기술로서 연구되고 있다. 한편, 유해 대기오염물질인 중금속측정 자료가 국내에 축적되고 있음에도 불구하고 이러한 물질에 대한 측정 불확도가 거의 평가된 적이 없어 분석 값에 대한 보증을 위해 행하는 일련의 과정에 대한 표준 절차서가 시급한 현실이다.

현재, 국내 환경 측정 데이터의 QA/QC는 1997년 환경 연구원에서 발간한 “환경 오염물질 측정분석 정도관리 종합지침”이 준용되고 있다. 이것은 종합지침서로서, QA/QC 개요, 일반지침, 분석기기 표준사용방법, 분야별 내부정도관리지침, 항목별 표준분석방법, 평가방법 및 환경측정기기 유지관리방법 등의 일반 내용을 포함하고 있으나, 환경 데이터를 생산하는 실험실에서의 적용이 의무화되어 있지 못한 실정이다. 또한, 여기에 기술된 QA/QC 방법은 측정 데이터의 보증을 위한 방법으로서 계량화가 부족한 단계에 있다.

따라서, 본 연구는 ISO의 GUM을 엄밀하게 준용하여 대기 중 중금속 측정량의 각 측정단계별, 측정결과 불확도의 정량화 기술을 개발하며 측정량 자료의 Digital 품질관리(Digital QA/QC)를 위한 시험절차서 및 정도관리 절차서를 작성하고자 한다.

#### 2. 중금속 분석방법

하이볼륨샘플러를 이용하여 대기중 PM 10을 유리섬유제 또는 석영섬유제 여과지에 일정량의 공기를 통과시켜 채취한 다음 일정량을 Microwave파를 이용하여 용해시키고 대상 중금속인 Pb, Cr, Cd, Cu, Mn, Ni, Fe를 유도결합플라즈마 발광광도법(ICP-AES)에 따라 정량하는 방법이다. 측정량은 공기 단위 부피당 포함된 중금속의 질량이며, 표준상태(20 °C, 1 atm)로 환산된 양이다. 단위는 국제단위계인 ng/m<sup>3</sup>를 사용한다.

#### 3. 결과 및 고찰

환경대기 중, 중금속의 분석값의 정도관리를 위한 품질 관리 요건은 크게 실험실의 환경과, 기기의 성능 및 분석방법의 정확도와 정밀도, 측정불확도 관련 품질관리, 표준 시료 및 교정 대상 장비의 관리로 구분 할 수 있다. 측정 결과의 자체 보증을 위하여, 여러 가지 측정 품질관리 요소들을 자세히 검토하여 최종결과 값에 직접적(최대한 중복 없이)으로 영향을 미치는 모든 품질요소들을 품질 요소 코드화하고 일련의 중금속 측정과 품질관리 실험을 수행하였다.

먼저 실험 전 과정에서 발생할 수 있는 오차의 요인들을 고려해 측정값의 불확도를 계산하였다. 측정 불확도의 모든 계산은 상업용 불확도 프로그램인 PUMA를 이용하였으며, 측정 불확도의 계산 절차는 일반적인 원칙에 따라서 4 가지 과정으로 구분하여; 1, 불확도 계산을 위한 측정량의 모델식 표현, 2, 요소별 입력값과 표준불확도 및 자유도의 산출, 3, 합성표준불확도 및 유효자유도의 계산, 4, 신뢰수준의 결정 및 확장불확도의 계산 및 표기; 과정으로 나타낼 수 있다. 이와 함께 각각의 품질요소 중에서 어느

요소가 가장 큰 불확도 요소인지를 파악하기 위하여 이 결과에 대한 각 불확도 분산의 비율을 비교하여 차후의 품질관리에 이용한다.

다음의 결과는 실제 실험에서의 Pb농도 측정결과를 얻는 과정에서, 최종 결과 값과 그 값의 품질(불확도)에 영향을 미치는 요인을 검토하여 그 중요성에 따라서 열거하면 다음의 표 1과 같고 표 우측의 백분율은 해당 요인의 불확실성이 최종 결과에 미치는 영향을 분산의 비율로서 나타낸 것이므로, 차후의 품질 관리를 위한 평가 자료로 사용한다. 만일 차후에 측정의 신뢰성을 높이기 위해서는 불확도 값에 대한 기여도가 가장 큰 시험유량과 매질차이에 의한 불확도를 줄이는 노력이 필요하다(그림 1).

Table 1. Uncertainty evaluation of Pb concentration

품질 요소코드		입력량			표준불확도				
		입력 변수	입력값	단위	변수 기호	값	자유도	평가 방법	분산(%),
HM-QU-01	반복 측정	A	77.800	$\mu\text{g}/\ell$	$u(A)$	0.7269	3	A	4.55
HM-QU-01	반복 측정	$F_m$	4.5525	$\mu\text{g}/\ell$	$u(F_m)$	0.0676	3	A	0.04
HM-QU-02	검정곡선	$f_{\Delta\text{cal}}$	1	-	$u(f_{\Delta\text{cal}})$	0.0023	7	B	0.25
HM-QU-03	Drift	$f_d$	1	-	$u(f_d)$	0.007	2	A	2.27
HM-QU-04	매질 차이	$f_{\text{matrix}}$	1	-	$u(f_{\text{matr}})$	0.032	9	B	47.4
HM-QU-05	시험유량	$V_{\text{std}}$	1094.4	$\text{m}^3$	$u(V_{\text{std}})$	34.326	2	B	45.5
-	부피	$V_f$	0.05	$\ell$	$u(V_f)$	0.00	50	B	0
-	시료량	I	9	-	$u(I)$	0.00	50	B	0
측정량		C	30.13	$\text{ng}/\text{m}^3$	$u_c(C)$	1.37	4	-	100.0

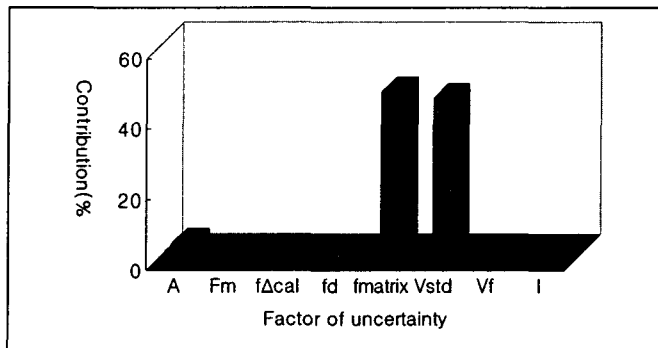


Fig. 1. Contribution of uncertainty factors for metal concentration.

### 참 고 문 헌

환경부 (2001) 대기오염공정시험법

US EPA QA/G-6 (2001) Guidance for Preparing Standard Operating Procedures (SOPs), US EPA.

US EPA Method IO-3.1 (1999) Selection, Preparation and Extraction of Filter Material, US EPA.

US EPA Method IO-3.4 (1999) Determination of Metals in Ambient Particulate Matter using ICP Spectroscopy, US EPA, 1999.