

## 3E2) 중성자 방사화분석에 의한 대기먼지 중 원소분석을 위한 품질보증 및 관리

### Quality Assurance and Control for Elemental Analysis of Air Dust by Neutron Activation Analysis

문종화 · 김선하 · 임증명 · 정용삼 · 김영진  
한국원자력연구소 하나로이용기술개발부

#### 1. 서 론

중성자 방사화분석법은 핵반응을 통해 생성시킨 방사성 동위원소로부터 방출되는 방사선을 검색하여 절대적으로 성분원소를 정량하는 핵분석기술(Nuclear Analytical Techniques)이다. 현재 한국원자력연구소의 중성자 방사화분석실에서는 대기환경분야 응용연구로서 수년 동안 대기분진을 채집하여 미량 성분 원소를 정량하고 있으며, 방법의 유효화와 측정결과의 신뢰성을 확보하기 위하여 시료의 채집 및 준비, 원소분석, 측정결과의 검증 등 분석과정에 대한 품질관리를 수행하고 있다. 특히 국제원자력기구의 공동 연구사업(QA/QC of Nuclear Analytical Techniques)에 참가하여 효과적이고 신뢰성있는 시험실 품질시스템의 구축을 위한 비교속련도 시험의 참가, control chart를 이용한 내부 품질관리 방법등과 같은 다양한 품질보증 및 관리체계를 확립해가고 있다.

#### 2. 중성자방사화분석

원소분석을 위한 시료조사는 한국원자력연구소의 연구용 원자로(HANARO)에 설치된 공압이송관( $\Phi_{th} = 2.95 \times 10^{13} \text{ n/cm}^2 \cdot \text{sec}$ ) 조사장치를 사용하였고, 감마선 검출은 고순도의 게르마늄 반도체 검출기(EG&G, ORTEC, 25% relative efficiency, 1.85 keV FWHM at 1332 keV  $^{60}\text{Co}$ , Peak to Compton ratio: 45 to 1)와 16K-Multichannel Analyzer(Gamma Vision, EG&G, ORTEC)를 사용하였다. 에너지 및 검출 효율의 교정은 디스크형 복합표준선원(GF-ML 7500, Isotope Products Lab.)을 사용하였다. 계측된 데이터로부터 원소의 농도를 계산하기 위하여 Labview로 작성한 중성자 방사화분석용 합량 계산용 전산프로그램을 사용하였다.

#### 3. 품질보증 및 관리

시료채취과정에서의 가장 큰 오차의 요인이 되는 에어샘플러의 유량 교정을 위하여 년 3회의 주기로 Gillian Gilibrator 2 Calibration System(Sensidyne Inc.)를 사용하고 있으며, 채집된 시료의 이동과 보관 시에는 필터 저장 카세트를 사용하여 분진의 손실을 최소화하였다. 채집시료의 준비과정에서는 항온(25°C), 항습상태(50%)의 데시케이터에서 24시간동안 보관한 필터를 전기적 하전을 중화시키기 위해  $^{210}\text{Po}$  선원을 넣어둔 저울(Mettler, readability: 1.0 $\mu\text{g}$ )에서 칭량하였으며 저울은 년 1회의 교정주기로 정확도를 유지하였다. 성분원소의 정량을 위해 사용한 중성자 방사화분석 실험실의 내부품질관리를 위하여 NIST SRM 1648, 1649a의 Bulk 대기 분진 표준물질과 NIST SRM 2783의 filter media를 사용하였다. 특히 시료의 매질이 거의 유사한 NIST SRM 2783(Air particulate filter media)을 사용하여 동일한 조건에서 20개의 원소를 분석한 결과, 상대 표준편차가 10% 미만으로 안정적인 결과를 나타내었다. 또한 인증값과의 상대오차는 Sb, Mn, V, Ca, Mg, Na, K, Ti, Co, Zn, Sm은 5% 이내의 정확한 분석결과를 보였으며 Cr, Fe, Ba, Th, Ce, Al, Cu는 10% 이내, Sc, As은 12% 정도의 상대 오차를 보였다.

국제기구(IAEA)에서 실시한 대기분진 시료의 비교속련도 시험에 2회 참가하여 통계적 데이터 평가를 통해 객관적인 신뢰성을 확인하였다. IAEA에서 제공한 두 가지(V-50, P-50) 대기분진시료를 분석한 결과 V-50시료에서는 균질성이 확인된 15개의 원소 중에서 중성자 방사화분석법으로 분석이 용이하지 않은 Ni와 Pb를 제외한 13개의 원소에 대한 비교속련도 결과를 통계처리 하였으며, P-50시료에서는 균질

성이 확인된 10개의 원소 중에서 검출되지 않은 Ca, Pb을 제외한 8개의 원소에 대해 통계처리 되었다. V-50과 P-50에 대한 분석값은 정확도와 정밀도의 한계값(criteria) 이내에 모두 포함되어 정확도와 정밀도에 문제가 없는 결과를 보여주고 있다. 이상과 같은 숙련도 시험의 결과를 볼 때 최소한 13개 원소에 대한 대기분진의 분석값에 대한 품질관리가 문제없이 수행되고 있음이 입증되었다.

Table 1. Result of proficiency testing for V-50 sample.

Elements	Target(mg/kg)		This work (mg/kg)		Z-score	U-statistic	Accuracy (mg/kg)		Precision(%)	
	Value	Unc.	Value	Unc.			This work	Criteria	This work	Criteria
Al	39505	5690	43252	1966	0.68	0.62	3747	15532	15.1	48
As	25.56	1.84	31.12	3.05	3.11	1.56	5.56	9.19	12.2	24
Ca	22060	4007	24411	1362	0.59	0.56	2351	10919	19.0	61
Co	14.63	2.62	23.39	2.44	3.33	2.44	8.76	9.25	20.8	60
Cr	486.2	56.9	393	23	-1.60	1.52	93.2	158	13.1	39
Cu	1443	159	1623	146	1.14	0.83	180	557	14.2	37
Fe	50660	6664	62288	3193	1.77	1.57	11628	19065	14.1	44
K	10230	946	11290	752	1.15	0.88	1060	3118	11.4	31
mn	567	130	707	46	1.08	1.02	141	356	23.9	77
Sb	184	19	213	14	1.42	1.21	28	61	12.3	35
Ti	2601	187	2868	264	1.43	0.82	267	836	11.7	24
V	96.60	15.91	120.2	6.3	1.48	1.38	23.6	44	17.3	55
Zn	1951	176	2420	122	2.68	2.19	469	553	10.4	30

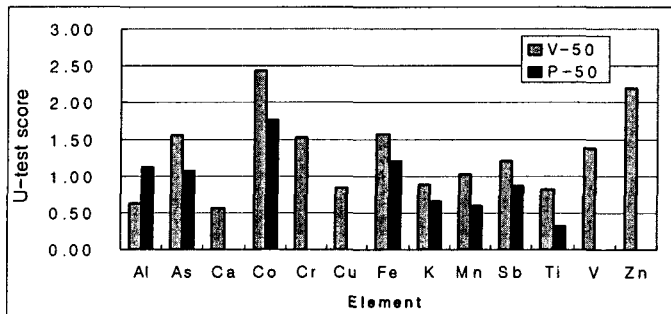


Fig. 1. Results of U-test for V-50 and P-50 sample

#### 참 고 문 헌

- Chung, Y. S., Moon, J., H., Kim, S., H., Park, K., W., Lee, J., H., Lee, K., Y. (2002) J. Radioanal. and Nucl. Chem., 254, 1.
- Zoller, W. H. and Gordon, G. E.(1970) Anal. Chem., 42, 257.
- Thomason, M. and Wood, R.(1993) Pure & Appl. Chem., Vol. 65, No.9, 2123-2144.