

P001

시료컵의 형태에 따른 NIR 스펙트럼의 변화와 분내 중금속 성분의 예측

한국방송통신대학 : 이효원*, 공창수

난지농업연구소 : 박형수

일본교토대학교 : 고한중

Effect of Cup Type on NIR Spectra Variation and Prediction of Heavy Metal Composition of Manure

Korea National Open University : Hyo-Won Lee*, Chang-Su Kong

National Institute of Subtropical Agriculture : Hyoung-Su Park

Kyoto University : Han-Jong Ko

실험목적

본 연구는 근적외선 분광분석(NIRS)시 시료컵에 따른 스펙트럼 결과 변화를 알아보고 이를 이용하여 분내 중금속 성분을 예측하고자 함.

재료 및 방법

○ 공시재료

- 분내 중금속 분석 실험 : 한국 내 전국 16개 지역으로부터 수집한 146개 시료
- 시료컵의 형태에 따른 분석 실험 : 원형과 사각형 형태의 두가지 시료컵

○ 실험방법

- 분내 중금속 분석 실험

- 이화학적 분석 : Cr, As, Cd, Cu, Zn, Pb, Hg를 원자흡광광도계(Atomic Absorption Spectrophotometer)를 이용하여 분석
- 시료컵에 따른 분석 : 원형과 사각형 형태의 두가지 시료컵으로 NIRS 분석
- NIRS 분석 - 검량식 작성 (Calibration) 및 검증 (Validation)
 - 근적외선 분광분석기 (Foss-6500, NIRS system, Inc., USA)를 이용
 - 흡광도와 분석값을 ISI (WinISI Ver. 1.50) 프로그램을 이용하여 검량식 작성
 - 검량식 · 회귀분석 (Regression) : 변형부분최소자승법(MPLS)
 - 검증 (Validation) : 미지 시료 28개를 이용하여 검량식의 정밀도 측정

실험결과

- 두가지 시료컵의 형태에 따른 스펙트럼분석 결과는 매우 유사하였다.
- 일반적으로 시료컵의 형태는 근적외선 분광분석법의 정확성에 영향을 미치지 않는다.
- 검량식 작성 결과 결정계수(R^2)와 검량식 표준오차(SEC)값은 분석한 중금속의 종류와 시료컵의 형태에 따라 R^2 은 0.87에서 0.05까지 SEC값은 0.25에서 53.82까지 나타났다.
- 작성된 검량식의 정확도를 미지의 시료로 검증한 결과 R^2 값은 두 시료컵 모두 Cr(0.95)에서 최고값을 나타냈다.

*Corresponding author: (Phone) 02-3668-4634 (E-mail) hyowon@knou.ac.kr

Table 1. Summary of chemical value(mg/kg DM) used for calibration.

Contents	n	Mean	Min.	Max.	SD
			----- mg/kg -----		
Cr	146	20.9	3.4	126.6	21.9
As	146	18.2	3.77	48.6	8.9
Cd	146	1.9	0.7	4.3	0.7
Cu	146	114.5	18.1	299.3	62.8
Zn	146	315.0	138.7	662.7	126.9
Pb	146	10.0	1.7	23.5	4.4
Hg	146	1.5	0.1	4.6	0.9

Table 2. Calibration statistics of heavy metal of manure

	Smalling cup					Rectangular cup					
	R ²	SEC	SECV	1-VR	SD/SECV	R ²	SEC	SECV	1-VR	SD/SECV	
		----- mg/kg -----									
Cr	0.87	4.14	5.14	0.80	4.25	0.86	5.61	7.58	0.74	2.88	
As	0.76	4.37	4.87	0.70	1.83	0.78	3.81	4.50	0.68	1.98	
Cd	0.85	0.25	0.28	0.82	2.42	0.83	0.26	0.28	0.80	2.61	
Cu	0.73	31.74	44.95	0.46	1.39	0.70	33.32	44.39	0.48	1.41	
Zn	0.82	53.82	74.27	0.65	1.71	0.76	60.41	71.45	0.67	1.77	
Pb	0.60	2.74	2.96	0.53	1.48	0.53	2.95	3.29	0.42	1.33	
Hg	0.05	0.74	0.74	0.03	1.22	0.08	0.71	0.72	0.06	11.26	

SEC = Standard error of calibration.

SECV = Standard error of cross validation.

Table 3. Validation results for prediction of heavy metal of manure between two different cup type

	Smalling cup				Rectangular cup			
	R ²	Lab. mean	Predicted mean	SEP	R ²	Lab. mean	Predicted mean	SEP
		----- mg/kg -----						
Cr	0.95	19.30	18.49	3.21	0.95	20.98	21.48	4.37
As	0.74	16.52	16.44	4.14	0.72	16.33	16.29	4.49
Cd	0.86	1.99	1.98	0.26	0.91	1.92	1.86	0.23
Cu	0.77	117.26	111.44	38.92	0.77	129.74	124.22	28.80
Zn	0.76	301.37	312.63	60.82	0.67	334.03	338.24	71.12
Pb	0.59	10.52	9.86	2.26	0.35	9.47	10.59	3.53
Hg	0.02	1.62	1.48	0.81	0.01	1.30	1.49	0.82

SEP = Standard error of prediction.