

퇴적물 금속류-유도결합플라스마-
원자발광분광법
(Metals-Inductively coupled plasma-Atomic emission
spectroscopy)

2025

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 퇴적물 측정망의 금속류를 측정하기 위한 방법으로, 퇴적물이 완전 분해되도록 질산, 과염소산, 불산을 가하고 가열한다. 불산을 완전히 제거한 다음 질산용액(2 %)으로 적절히 희석하여 유도결합플라스마-원자발광분광계로 금속류의 농도를 측정한다.

1.2 적용범위

1.2.1 하천, 호소 등 담수 퇴적물 시료에 적용한다.

1.2.2 이 방법의 정량한계는 표 1과 같다.

1.3 간섭물질

1.3.1 물리적 간섭

시료 도입부의 분무과정에서 시료의 비중, 점성도, 표면장력의 차이에 의해 발생한다. 시료의 물리적 성질이 다르면 플라스마로 흡입되는 원소의 양이 달라져 방출선의 세기에 차이가 생기며, 특히 시료 중에 산의 농도가 10 % 이상으로 높거나 용존 고형물질이 1 500 mg/L 이상으로 높은 반면, 표준용액의 산의 농도는 5 % 이하로

낮을 때에 물리적 간섭이 크다. 시료의 희석, 매질 일치법, 내부 표준법을 사용하여 간섭을 최소화한다.

1.3.2 이온화 간섭

이온화 에너지가 작은 소듐 또는 포타슘 등 알칼리 금속이 공존원소로 시료에 존재 시 플라스마의 전자밀도를 증가시키고, 증가된 전자 밀도는 들뜬 상태의 원자와 이온화된 원자수를 증가시켜 방출선의 세기를 크게 할 수 있다. 또는 전자가 이온화된 시료 내의 원소와 재결합하여 이온화된 원소의 수를 감소시켜 방출선의 세기를 감소시킨다. 이 영향은 별로 심하지 않으며 적절한 운전 조건의 선택으로 최소화 할 수 있다.

1.3.3 분광 간섭

분석하는 금속원소 이외의 원소가 동일 파장에서 발광할 때, 파장의 스펙트럼선이 넓어질 때, 이온과 원자의 재결합으로 연속 발광할 때, 분자 띠 발광 시에 간섭이 발생한다. 시료 분석 후 보정이 반드시 필요하다.

1.3.4 만일 간섭효과가 의심되면 대부분의 경우가 시료의 매질로 인해 발생하므로 다음의 조치를 취한다.

1.3.4.1 바탕선 보정

미량원소 측정에는 바탕선 보정이 요구된다. 바탕선 발광에 대한 측정은 분석물질의 발광 파장과 인접하여 측정되어야 한다. 바탕선의 강도를 측정하기 위한 위치의 선택은 분석선과 인접한 파장의 복잡성에 따라 정해 질 수 있다. 선택된 위치는 광학적 간섭으로부터 자유로워야 하며 바탕선 강도의 변화는 측정에 사용되는 분석 파장에서 발생하는 강도의 변화와 같아야 한다. 바탕선 강도의 증가는 세로형 토치가 장착된 장비에서 더욱 심할 수 있다. 바탕선 보정이 분석 결과를 실질적으로 감소시킬 정도로 분석선이 넓어지는 경우에는 바탕선 보정이 요구되지 않는다.

1.3.4.2 연속 희석법

분석 대상의 농도가 검출한계의 10배 이상의 농도일 경우에 적용할 수 있으며 시료를 희석하여 측정하였을 때 희석배수를 고려해서 계산한 농도 값이 본래의 농도 값과의 차이가 10 % 이하이어야 한다. 만약 10 %를 벗어나면 물리적 및 화학적 간섭이 의심된다.

1.3.4.3 표준물질 첨가법

시료 중에 칼슘과 마그네슘의 농도 합이 500 mg/L 이상이고 분석대상 물질의 농도가 기준치의 90 % 이상일 때 표준물질 첨가법을 적용하는 것이 좋다. 측정시료에 표준물질을 검출한계의 20 배 ~ 100 배의 농도로 첨가하여 분석하였을 때 회수율이 70 % ~ 130 % 이내이어야 한다. 만약 이 범위를 벗어나면 매질의 영향을 의심해야 한다.

1.3.4.4 다른 분석법 적용

유도결합플라즈마-질량분석법으로 인증 표준물질을 분석하여 회수율이 적합한 경우 ICP-MS법을 적용한다.

1.3.4.5 전파장 분석

전파장 분석이 가능한 기기의 경우 파장의 간섭을 알기위해 전파장 분석(wavelength scanning)을 한다.

2.0 용어정의

“내용 없음”

3.0 분석기기 및 기구

3.1 유도결합플라즈마-원자발광분광계 (ICP-AES)

기기의 기본 구성과 특성은 ES 04400.3 유도결합플라즈마-원자발광분광법 3.1 유도결합플라즈마-원자발광분광계와 같다.

3.2 분석용 저울

0.0001 g까지 무게를 측정할 수 있는 전자저울을 사용한다.

3.3 가열판

철판 위에 유리질화 될 수 있는 성분을 바르고 약 800 °C로 가열하여 용착시킨 것으로 저온용융제로 사용하는 붕산, 산화납 (PbO)의 용출 위험성, 유해성 금속산화물 안료로부터 각종 중금속의 용출 위험성이 없는 것을 사용한다. 가열시 가열판 위의 온도가 균일하게 유지되어야 한다.

3.4 원심분리기

3.5 초음파 세척기

3.6 후드

비금속 재질이 아닐 경우 산증기에 의한 부식으로 시료를 오염시킬 우려가 있으므로 벽, 천정, 바닥을 테플론 필름(접착용)로 코팅하여 사용한다.

3.7 클린벤치(수평기류식)

3.8 반복 사용하는 실험기구

새 기구는 세제나 초음파 세척기 등으로 내부와 외부로 잘 세척한 후 수돗물로 세제가 남지 않도록 3 회 ~ 4 회 행군다. 이를 2 N 이상의 염산, 질산 혼합용액 혹은 다이 크롬산 포타슘에 24시간 이상 담가둔 후 산을 제거하고 유리기구의 외벽과 내벽에 묻어있는 중금속성분을 유기착화제인 1 % APDC/DDDC (ammonium pyrrolidine dithiocarbamate/diethyl ammonium diethyl dithiocarbamate) 용액으로 2 회 ~ 3 회 세척한 후 초순수로 3회 이상 행구어 사용하고, 사용하지 않을 경우 클린벤치 내에서 거꾸로 하여 건조시킨 후 마개를 하여 비닐 지퍼 백 등에 넣어

보관한다. 반복 사용하는 기구는 위의 산 용액 세척단계부터 시작한다.

3.8.1 부피플라스크

테플론 또는 파이렉스 재질로 된 것을 사용한다.

3.8.2 비커

테플론 재질로 된 것을 사용한다.

3.8.3 시계접시 또는 붐브

3.8.4 분별깔때기

테플론 재질로 된 것을 사용한다.

3.8.5 깔때기

파이렉스 재질로 된 것을 사용한다.

3.8.6 플라스틱 및 테플론 재질의 핀셋

테플론 또는 플라스틱 재질로 된 것을 사용한다.

3.9 피펫

시료 및 시약을 분주할 때 정밀도가 높은 디지털식 피펫과 교차오염을 방지하기 위해 일회용 피펫 팁을 사용하는 것이 좋다.

3.10 플라스틱 원심분리관(50 mL)

테플론, 고밀도 폴리에틸렌, 테플론 재질을 사용한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 진한 질산 (nitric acid, HNO_3 , 순도 65 % 이상), 진한 불산 (hydrofluoric acid, HF , 순도 48 % 이상), 진한 과염소산 (perchloric acid, HClO_4 , 순도 70 % 이상), 진한 염산 (hydrochloric acid, HCl , 순도 30 % 이상)

유해중금속 분석용 또는 그 이상의 등급을 사용한다.

4.1.2 정제수

시약용 정제수 또는 탈이온수(비저항 18 $\text{M}\Omega$)를 사용한다.

4.2 표준용액

표준원액은 순도가 높은 시약으로 조제하거나 소금성이 있는 시판 혼합 표준원액 또는 단독 표준원액을 사용한다. 농도 10.0 mg/L 이하의 표준용액은 검정곡선 작성시 조제한다.

4.2.1 구리

4.2.1.1 구리 표준원액(1 000 mg/L)

구리 금속(99.9 % 이상) 1.0 g에 질산(1 + 3) 40 mL를 넣어 녹이고 정제수 100 mL를 넣고 가열하여 질소 증기를 방출시키기 위해 끓이고 식힌 다음 1 L 부피플라스크에 옮기고 정제수로 표선까지 채운다.

4.2.1.2 구리 표준용액(10.0 mg/L)

구리 표준용액(1 000 mg/L) 1.0 mL를 100 mL 부피플라스크에 넣고 질산용액(2 %)으로 표선까지 채운다.

4.2.2 납

4.2.2.1 납 표준원액(1 000 mg/L)

납 금속(99.9 % 이상) 1.0 g에 질산(1 + 3) 40 mL를 넣어 녹이고 정제수 100 mL를 넣고 가열하여 질소 증기를 방출시키기 위해 끓이고 식힌 다음 1 L 부피플라스크에 옮기고 정제수로 표선까지 채운다.

4.2.2.2 납 표준용액(10.0 mg/L)

4.2.1.2의 구리 표준용액(10.0 mg/L)의 제조법을 따른다.

4.2.3 니켈

4.2.3.1 니켈 표준원액(1 000 mg/L)

니켈 금속(99.9 % 이상) 1.0 g에 염산 10 mL와 질산(1 + 3) 10 mL를 넣어 녹이고 정제수 100 mL를 넣고 가열하여 질소 증기를 방출시키기 위해 끓이고 식힌 다음 1 L 부피플라스크에 옮기고 정제수로 표선까지 채운다.

4.2.3.2 니켈 표준용액(10.0 mg/L)

4.2.1.2의 구리 표준용액(10.0 mg/L)의 제조법을 따른다.

4.2.4 아연

4.2.4.1 아연 표준원액(1 000 mg/L)

아연 금속(99.9 % 이상) 1.0 g에 질산(1 + 3) 40 mL를 넣어 녹이고 정제수 100 mL를 넣고 가열하여 질소 증기를 방출시키기 위해 끓이고 식힌 다음 1 L 부피플라스크에 옮기고 정제수로 표선까지 채운다.

4.2.4.2 아연 표준용액(10.0 mg/L)

4.2.1.2의 구리 표준용액(10.0 mg/L)의 제조법을 따른다.

4.2.5 카드뮴

4.2.5.1 카드뮴 표준원액(1 000 mg/L)

카드뮴 금속(99.9 % 이상) 1.0 g에 질산(1 + 3) 40 mL를 넣어 녹이고 정제수 100 mL를 넣고 가열하여 질소 증기를 방출시키기 위해 끓이고 식힌 다음 1 L 부피플라스크에 옮기고 정제수로 표선까지 채운다.

4.2.5.2 카드뮴 표준용액(10.0 mg/L)

4.2.1.2의 구리 표준용액(10.0 mg/L)의 제조법을 따른다.

4.2.5.3 카드뮴 표준용액(0.1 mg/L)

카드뮴 표준용액(10.0 mg/L) 1.0 mL를 100 mL 부피플라스크에 넣고 질산용액(2 %)으로 표선까지 맞추어 제조한다.

4.2.6 크롬

4.2.6.1 크롬 표준원액(1 000 mg/L)

다이크롬산 포타슘을 2.829 g을 1 L 부피플라스크에 옮기고 정제수로 표선까지 채운다.

4.2.6.2 크롬 표준용액(10.0 mg/L)

4.2.1.2의 구리 표준용액(10.0 mg/L)의 제조법을 따른다.

4.2.7 알루미늄

4.2.7.1 알루미늄 표준원액(1 000 mg/L)

알루미늄 금속(99.9 % 이상) 1.0 g을 염산(1 + 1) 4 mL, 진한 질산 1 mL 혼합액에 넣고 천천히 데워서 녹인 다음 1 L 부피플라스크에 옮긴다. 염산(1 + 1) 10 mL를 넣고 정제수로 표선까지 채운다.

4.2.7.2 알루미늄 표준용액(10.0 mg/L)

4.2.1.2의 구리 표준용액(10.0 mg/L)의 제조법을 따른다.

4.2.8 리튬

4.2.8.1 리튬 표준원액(1 000 mg/L)

탄산리튬 (lithium carbonate, Li_2CO_3 , 분자량 : 73.892) 5.324 g을 소량의 염산(1 + 1)에 녹이고 1 L 부피플라스크에 옮겨 염산(1 + 1) 10 mL를 넣고 정제수로 표선까지 채운다.

4.2.8.2 리튬 표준용액(10.0 mg/L)

4.2.1.2의 구리 표준용액(10.0 mg/L)의 제조법을 따른다.

4.2.9 비소

4.2.9.1 비소 표준원액(1 000 mg/L)

트라이산화비소 (arsenic trioxide, As_2O_3 , 분자량 : 197.84) 0.1320 g을 정제수 50 mL와 암모니아수 (ammonium hydroxide, NH_4OH , 분자량 : 35.05) 1 mL 혼합용액에 녹이고 서서히 가열하여 식힌다. 다시 질산 2 mL로 중화시킨 후 100 mL 부피플라스크로 옮기고 정제수로 표선까지 채운다.

4.2.9.2 비소 표준용액(10 mg/L)

비소 표준원액(1 000 mg/L) 1.0 mL를 정확히 취하여 100 mL 부피플라스크에 넣고

진한질산 약 3 mL를 넣어 정제수를 표선까지 채운다. 이 용액은 사용 시 항상 새로 조제한다.

4.2.9.3 비소 표준용액(0.1 mg/L)

비소 표준용액(10 mg/L) 1.0 mL를 정확히 취하여 100 mL 부피플라스크에 넣고 진한질산 약 3 mL를 넣어 정제수를 표선까지 채운다. 이 용액은 사용 시 항상 새로 조제한다.

4.3 내부표준용액

내부표준용액을 조제하는 표준원액은 소급성이 있는 시판 혼합 표준원액 또는 단독 표준원액을 사용한다.

4.3.1 비스무트 표준원액(1 000 mg/L)

삼산화비스무트 (bismuth oxide, Bi_2O_3 , 분자량 : 465.96) 0.1115 g을 진한질산 5 mL에 녹여 가열하고 식힌다. 정제수를 넣어 100 mL를 만든다.

4.3.2 스칸듐 표준원액(1 000 mg/L)

삼산화스칸듐 (scandium oxide, Sc_2O_3 , 분자량 : 137.91) 0.1534 g을 질산(1 + 1) 5 mL에 녹이고 가열하여 식힌다. 정제수를 넣어 100 mL를 만든다.

4.3.3 이트륨 표준원액(1 000 mg/L)

삼산화이트륨 (yttrium oxide, Y_2O_3 , 분자량 : 225.82) 0.1270 g을 질산(1 + 1) 5 mL에 녹이고 가열하여 식힌다. 정제수를 넣어 100 mL를 만든다.

4.3.4 인듐 표준원액(1 000 mg/L)

금속 인듐(순도 99.99 % 이상) 0.100 g을 정확히 달아 질산(1 + 1) 10 mL에 녹이고

가열하여 식힌다. 정제수를 넣어 100 mL를 만든다.

4.3.5 터븀 표준원액(1 000 mg/L)

산화터븀 (terbium oxide, Tb_4O_7 , 분자량 : 747.70) 0.1176 g을 진한 질산 5 mL에 녹여 가열하고 식힌다. 정제수를 넣어 100 mL를 만든다.

4.3.6 내부표준용액

비스무트 (Bi), 스칸듐 (Sc), 이트륨 (Y), 인듐 (In), 터븀 (Tb) 등의 개별 표준원액(1 000 mg/L) 1개 ~ 5개를 선택하여 각각 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 옮기고 질산용액(2 %)으로 표선까지 채운다.

4.4 인증 표준물질 (CRM, certified reference material)

측정하고자 하는 시료와 금속의 농도범위가 유사한 것을 사용한다. 예를 들면 NIST의 SRM 2711, NWRI의 WQB-1, SUD-1 NRCC의 MESS-4, PACS-2, IAEA-405, IAEA-SL-1 등이 있다.

5.0 시료채취 및 관리

시료병은 2 N 이상의 염산, 질산 혼합용액 혹은 왕수에 최소 24시간 동안 담가 둔 후 초순수로 3회 이상 행구어 클린벤치에 거꾸로 하여 건조시킨 후 사용한다.

5.1 시료채취

ES 04160.2 퇴적물 채취 및 금속 분석용 시료조제에 따른다.

5.2 관리

건조, 분쇄된 시료를 보관용기에서 취하기 전에 잘 혼합한다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

6.1 검정곡선의 작성 및 검증, 내부정도관리 주기는 ES 04001 정도보증/정도관리에 따른다.

6.2 정도관리 목표 값은 표 1을 따른다.

6.3 방법검출한계 및 정량한계

6.3.1 시약바탕시료 (reagent blank)에 표 1의 정량한계 부근의 농도가 되도록 해당 금속류의 표준용액을 첨가한 시료 7개를 준비하여 각 시료를 7.0항의 실험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

6.3.2 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정된 정량한계는 표 1에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

6.4 시약바탕시료의 측정

6.4.1 시료군마다 1개의 시약바탕시료를 분석한다. 시약바탕시료는 7.0항의 실험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

6.5 정확도 및 정밀도

6.5.1 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)는 표 1 정량한계의 5배 ~ 10배 농도 범위인 인증표준물질 시료를 같은 양으로 4개 준비하여 7.0의 절차와 동일하게 측정하여 구한다.

6.6 회수율

6.6.1 회수율이라 함은 인증표준물질의 회수율을 말하며 시료분석결과에 대한 신뢰성 검토를 위해 시료분석 결과와 함께 제시한다. 인증표준물질은 7.0의 절차와 동일하게 전처리, 측정한다. 회수율은 인증표준물질의 농도에 대한 측정값의 상대 백

분율로서 나타내며 그 값이 75 % ~ 125 % 이내이어야 한다.

6.6.2 회수율 측정은 시료군(최대 20개)당 1개가 시행되어야 한다.

7.0 분석절차

7.1 전처리

7.1.1 조제한 분석용 시료 약 0.5 g을 정확히 취하여 테플론 비커에 넣고 진한 질산 5 mL, 진한 과염소산 2.5 mL, 진한 불산 5 mL를 순서대로 첨가한다. 순서대로 넣지 않으면 폭발 가능성이 있다.

[주 1] 테플론 비커 대신 다른 용기(밀폐형 bombs, 가압형 베셀, 환류냉각형 비커) 등을 사용할 경우 폭발이나 손실이 없도록 제작회사에서 권장하는 시료량, 산의 양을 따르되, 시료와 비슷한 금속 농도를 가진 인증 표준물질을 병행 분석하여 회수율을 검증해야 한다.

7.1.2 비커를 가열판 위에 놓고 테플론 시계접시를 덮은 후 80 °C에서 1시간 동안 가열 후 가열판 온도를 130 °C까지 증가시켜 퇴적물과 산이 완전히 분해될 때까지 가열한다.

[주 2] 완전분해에 소요되는 시간은 시료의 조성, 분해용기와 가열판 온도에 따라 다르며 비커를 사용할 경우 일반적으로 이를 정도 걸린다. 가열판의 온도가 고르지 않을 경우 비커의 위치를 서로 바꿔준다. 가열판 대신 다른 가열장치(구멍이 있는 히팅블럭, 초단파 분해장치 등)를 사용할 경우 기기회사에서 권장하는 조건을 따르되 완전분해되도록 해야 한다.

7.1.3 만약, 용액이 전부 휘발되어도 퇴적물이 완전히 녹지 않은 경우에는 진한 질산 5 mL, 진한 과염소산 2.5 mL, 진한 불산 5 mL를 다시 첨가하여 재가열한다.

[주 3] 퇴적물이 완전히 분해되어 연한 노란색 또는 회색인 액상타원체가 형성되면 산을 추가하여도 흑갈색 발연가스가 발생하지 않는다.

7.1.4 퇴적물이 완전히 분해되면 질산용액(2 %) 20 mL를 가하여 80 °C에서 시계접시를 덮지 않은 채 완전히 휘발시켜 불산을 제거한다. 다시 질산용액(2 %) 20 mL를 가하여 80 °C에서 용존시킨다.

[주 4] 완전분해된 경우 액체가 맑고 용기 내벽에 방울 맺히지 않는다.

7.1.5 100 mL 부피플라스크로 옮기고 질산용액(2 %)으로 표선까지 맞춘다.

[주 5] 미량의 잔사가 남아 있을 경우 원심분리(3 000 rpm, 10분)하거나 산세척된 여과기와 여과지로 잔사를 제거한 다음 부피를 맞춘다.

[주 6] 여과지는 5C 또는 이와 동등 이상의 규격으로서 분석에 방해되는 성분을 포함하지 않는 여과지를 사용한다.

7.1.6 원소에 따라 시료 중 농도와 기기의 감도를 고려하여 추가 희석이 필요한지 검토하고, 필요한 경우 기기분석 전에 질산용액(2 %)으로 추가 희석한다.

[주 7] 알루미늄 측정용 시료는 추가 희석이 필요하다. 카드뮴은 대부분 시료에서 추가희석이 필요 없으며, 검정곡선의 최소농도보다 낮게 측정될 수도 있으므로 유도결합플라즈마-질량분석법 (ICP-MS)으로 측정하는 것이 바람직하다.

7.1.7 방법 바탕시료와 정도관리용 시료도 측정시료와 같이 전처리한다.

[주 8] 시료에 따라 전처리 과정에서 산을 추가한 양이나 기기측정 전 희석배수가 다를 경우 방법 바탕시료도 같은 처리를 한 것으로 준비한다.

7.2 검정곡선의 작성

7.2.1 항목별 표준용액 또는 혼합표준용액(10 mg/L, 0.1 mg/L)을 0 mL ~ 25 mL범위 내에서 단계적으로 취하여 100 mL 부피플라스크에 옮긴다.

[주 9] 카드뮴은 시료 중 농도가 다른 원소보다 낮으므로 검정곡선용 표준용액을 보다 낮은 농도범위에서 준비한다.

7.2.2 질산용액(2 %)으로 표선까지 채운 후 각 표준용액의 발광세기를 측정한다.

7.2.3 질산용액(2 %)에 대해 얻은 발광세기를 보정하고 분석항목 각각의 농도와 발광세기와의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

7.2.4 내부 표준법이나 표준물질 첨가법을 적용할 경우 ES 04870.2 금속류-유도결합플라즈마/원자발광분광법에 따른다.

7.3 측정법

7.3.1 시료 분석 전에 분무기, 토치, 시료주입기, 튜브의 막힘 및 오염 여부를 확인한다.

7.3.2 플라즈마를 켜고 30분 ~ 60분간 불꽃을 안정화 시킨 후, 기기업체에서 제공하는 매뉴얼에 따라 해당 표준물질을 사용하여 분석조건을 최적화한다. 부록 10 표 2의 측정파장과 간섭 예를 참조한다.

7.3.3 시료는 3회 이상 반복 측정하여 발광세기의 평균치를 취한다.

7.3.4 시료 측정결과를 검정곡선에 대입하여 농도 ($\mu\text{g/L}$)를 계산한다. 시료 측정결과가 검정곡선 농도 범위를 벗어날 경우 질산용액(2 %)으로 적절히 희석하거나 검정곡선 농도범위를 조절하여 다시 측정한다.

8.0 결과보고

8.1 계산

$$\text{농도 (mg/kg)} = \frac{(C-B)}{W} \times V \times f \quad (\text{식 1})$$

여기서, C : 검정곡선에서 얻어진 분석시료의 금속 농도 (mg/L)

B : 검정곡선에서 얻어진 바탕시험용액의 금속 농도 (mg/L)

V : 시료용기의 부피(여기서는 0.1 L)

W : 시료의 무게(여기서는 0.0005 kg)

f : 희석배수(추가희석을 한 경우)

8.2 결과 보고

정량한계와 같은 자릿수까지 보고한다.

9.0 참고자료

9.1 해양환경공정시험기준, 국립수산물과학원, (2023)

9.2 하천·호소퇴적물 모니터링시험사업(III), 국립환경과학원, 2010

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

정도관리 항목	정도관리 목표
정량한계	카드뮴 0.5 mg/kg, 구리 1.0 mg/kg, 납 3.6 mg/kg, 니켈 1.2 mg/kg, 크롬 1.0 mg/kg, 아연 1.0 mg/kg, 리튬 0.2 mg/kg, 알루미늄 10 mg/kg(0.001%), 비소 1.8 mg/kg
시약바탕시료 측정값	방법검출한계 이하
검정곡선	결정계수(R^2) ≥ 0.98 또는 감응계수(RF)의 상대표준편차 $\leq 20\%$
검정곡선 검증	검정곡선 작성 시 값과 차이가 20% 이하
정밀도	30% 이내
정확도	70% ~ 130%

표 2. 유도결합플라스마-원자발광광도법에 의한 원소별 측정파장과 간섭물질

원소	선택파장(1차) nm ^{1,2}	간섭물질 ²	선택파장(2차) ³ nm
Al	308.22	V, Mn, Mo, Ce	
Cd	226.50	Fe, Ni, Ti, Ce	214.44
Cr	267.72	Be, Mo, Ni	206.15
Cu	324.75	Mo, Ti	219.96
Li	670.78	-	
Ni	231.60	Co, Tl	221.65
Pb	220.35	Co, Al, Ce, Cu, Ni, Ti, Fe	217.00
Zn	213.90	Ni, Cu, Fe	206.20
As	188.979	Al, Fe, Mg	197.197

¹ EPA Method 6010B² EPA Method 200.7, 간섭물질은 시험용액중 농도가 100 mg/L 일 때 경우임³ Standard Method 3120

표 3. 검정곡선용 표준용액 예(단위 mg/L)

	카드뮴	구리	납 ¹	니켈	아연	크롬 ¹	알루미늄	리튬	비소
std 1	-	-	-	0.005	-	-	-	-	-
std 2	0.0025 ¹	0.01	0.01 ¹	0.01	0.01	0.01 ¹	0.01	0.01	0.01
std 3	0.0125 ¹	0.1	0.1 ¹	0.1	0.1	0.1 ¹	0.1	0.1	0.1
std 4	-	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
std 5	0.025	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5

¹ : 표시가 된 농도는 일반적인 ICP-AES에서 검정곡선의 적정성을 만족시키지 못할 수 있다. 그럴 경우 ICP-MS로 측정해야 한다.