

도료 및 바니시 중 납, 카드뮴 - 유도결합플라즈마 원자발광분광법

2025

(Lead, cadmium in paint and varnish - Inductively Coupled
Plasma - Atomic Emission Spectrometry)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험방법은 도료 및 바니시 중에 함유된 납과 카드뮴을 측정하는 방법으로, 습식산화법 또는 마이크로파 분해법을 이용하여 전처리한 시료 용액을 유도결합플라즈마 원자발광광도계의 고주파 유도코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 주입하여 6 000 K ~ 8 000 K에서 들뜬 상태의 원자가 바닥상태로 전이할 때 방출하는 발광선 및 발광강도를 측정하여 원소의 정성 및 정량분석에 이용하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험방법은 도료 및 바니시 중 납, 카드뮴의 함량 분석에 적용한다.

1.2.2 이 시험기준으로 도료 및 바니시 중 각 금속류의 정량한계는 표 2와 같다.

1.3 간섭 물질

1.3.1 광학적 간섭

측정원소의 방출선에 대해 플라즈마의 기체 성분이나 공존 물질에서 유래하는 분광학적 요인에 의해 원래의 방출선의 세기 변동 및 다른 원자 혹은 이온의 방출선과의 겹침 현상이 발생할 수 있으며, 시료 분석 후 보정이 반드시 필요하다.

1.3.2 물리적 간섭

물리적 간섭은 표준용액과 시료 또는 시료와 시료간의 물리적 성질(점도, 밀도, 표면장력 등)의 차이 또는 표준물질과 시료의 매질 (matrix) 차이에 의해 발생한다. 시료의 물리적 성질이 다르면 플라스마로 흡입되는 원소의 양이 달라져 방출선의 세기에 차이가 생기며, 특히 비중이 큰 황산과 인산 사용 시 물리적 간섭이 크다. 시료의 종류에 따라 분무기의 종류를 바꾸거나, 시료의 희석, 매질 일치법, 내부표준법, 농축분리법을 사용하여 간섭을 최소화한다.

1.3.3 이온화 간섭

이온화 에너지가 작은 소듐 또는 칼륨 등 알칼리 금속이 공존 원소로 시료에 존재 시 플라스마의 전자밀도를 증가시키고, 증가된 전자밀도는 들뜬 상태의 원자와 이온화된 원자 수를 증가시켜 방출선의 세기를 크게 할 수 있다. 또는 전자가 이온화된 시료 내의 원소와 재결합하여 이온화된 원소의 수를 감소시켜 방출선의 세기를 감소시킨다.

2.0 용어정의

2.1 바탕보정

용액에 공존하는 여러 물질들에 의해 발생하는 스펙트럼 방해를 최소화시키기 위한 방법으로, 분석파장 변화, 불꽃 온도 상승, 복사선 완충제 추가, 또는 두 선 보정법, 연속 광원법, 제만 (Zeeman) 효과법 등의 방법으로 스펙트럼 방해를 줄여 바탕보정을 실시할 수 있다.

2.2 인증표준시료

공인된 인증서가 첨부되고 각 지정된 양에 대하여 인증값, 측정불확도 및 소급성을 검증할 수 있는 표준시료로서, 현재 국내외에 상품화되어 있어 이를 용도 및 목적에 따라 선택, 구입할 수 있다.

3.0 분석기기 및 기구

3.1 유도결합플라즈마 분광법

3.1.1 분광계

검출 및 측정 방법에 따라 다색화분광기 또는 단색화 장치 모두 사용가능해야 하며 스펙트럼의 띠 통과 (band pass)는 0.05 nm 미만이어야 한다.

3.1.2 시료주입 장치

3.1.3 분무기

일반적인 시료의 경우 동심축 분무기 (concentric nebulizer) 또는 교차흐름 분무기 (cross-flow nebulizer)를 사용하며, 점성이 있는 시료나 입자상 물질이 존재할 경우 바빙톤 분무기 (barbington nebulizer)를 사용한다. 이외에도, 분석 목적에 따라 초음파 분무기 (ultrasonic nebulizer) 등 다양한 형태의 분무기 사용이 가능하다.

3.1.4 아르곤 가스 공급 장치

순도 99.99 % 이상 고순도 가스상 또는 액체 아르곤을 사용해야 한다.

3.1.5 유량 조절기

속도 조절이 가능한 연동펌프 및 아르곤 및 플라즈마 기체의 유량 조절기를 사용해야 한다.

3.1.6 유도결합플라즈마 발생기

3.1.6.1 라디오 고주파 발생기 (RF generator)

라디오 고주파 (RF, radio frequency) 발생기는 출력범위 750 W ~ 1 200 W 이상의 것을 사용하며, 이때 사용하는 주파수는 27.12 MHz 또는 40.68 MHz를 사용한다.

3.1.6.2 토치

내부직경 18, 12, 1.5 mm인 3개의 동심원 또는 동등한 규격의 석영관을 사용한다. 가장 바깥쪽 관의 냉각 기체는 아르곤을 사용하며, 중심관과 중간관의 운반기체와 보조기체로는 아르곤을 사용한다.

3.2 마이크로파 분해장치

마이크로파 분해장치는 시료 홀더와 고압 변형된 폴리테트라플루오로에틸렌/테트라플루오로에틸렌 (PTFE/TFM) 또는 변형된 과플로오르알콕실알케인 수지/테트라플로오르에틸렌 (PFA/TFM) 용기를 포함하고 있으며, 약 700 W 이상의 출력을 가진 것으로 진행단계에 따른 가열온도와 시간의 설정이 가능한 것을 사용한다.

3.3 전기로

시료를 회화시켜 전처리하는 장치로 온도조절이 가능하며, 약 600 °C까지 온도를 일정 시간 이상 항온을 유지할 수 있는 것을 사용한다.

3.4 자기 도가니

50 mL, 150 mL 용량의 실리카 재질로 구성된 것으로 가급적 새것을 사용한다.

3.5 가열판

온도조절기기가 부착된 것을 사용한다.

3.6 유리기구

250 mL, 500 mL, 1 000 mL 등을 용도에 맞게 사용하며, “KS L ISO 1042 실험용 유리 제품 - 원마크 용량 플라스크”의 규격에 맞는 내열 및 내산, 내알칼리성을 가진 유리 또는 폴리테트라플루오로에틸렌 (PTFE, polytetrafluoroethylene) 제품을 용도에 맞게 사용한다.

3.7 코니칼 비커

3.8 거름종이

Whatman Nos 42, 44 또는 동등한 성능을 갖는 제품을 사용한다.

3.9 시계접시

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 질산 (nitric acid, HNO_3 , 분자량 : 63.01, 함량 : 70 %)

진한 질산 (4.1.1)을 사용한 바탕시험 결과에서 금속류가 검출되어서는 안 된다.

4.1.2 질산 (1 + 9)

1 L 부피플라스크에 정제수를 약 700 mL 넣은 다음 진한 질산 (nitric acid, HNO_3 , 63.01) 100 mL를 넣고 흔들어 섞어준 후 정제수로서 정확히 1 L가 되도록 채운다.

4.1.3 염산 (hydrochloric acid, HCl , 분자량 : 36.46, 함량 : 36.5 % ~ 38 %)

진한 염산 (4.1.3)을 사용한 바탕시험결과에서 금속류가 검출되어서는 안 된다.

4.1.4 염산 (1 + 1)

1 L 부피플라스크에 정제수를 약 400 mL 넣은 다음 진한 염산 (hydrochloric acid, HCl , 36.46) 500 mL를 넣고 흔들어 섞어준 후 정제수로서 정확히 1 L가 되도록 채운다.

4.1.5 황산 (sulfuric acid, H_2SO_4 , 분자량 : 98.08, 함량 : 95 % 이상)

진한 황산 (4.1.5)을 사용한 바탕시험결과에서 금속류가 검출되어서는 안 된다.

4.1.6 과산화수소수 (H_2O_2 , hydrogen peroxide, 분자량: 34.02, 순도 30%)

4.1.7 암모니아수

진한 암모니아수 (25 % (m/m), 85 g NH_3/L) 380 mL를 정제수로 묽혀 1 000 mL로 한다.

4.1.8 EDTA 용액 (37 g/L)

에틸렌디아민테트라아세트산이나트륨 · 2수화물 (ethylene diamine tetraacetic acid disodium salt dihydrate, $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 분자량 : 342.14) 3.7 g을 정제수에 녹이고 정제수를 넣어 100 mL로 한다.

4.1.9 정제수

시약용 정제수를 사용하며 바탕시험할 때 분석물질이 검출되지 않아야 한다.

4.1.10 탄산마그네슘 (magnesium carbonate, MgCO_3)

4.2 표준용액

4.2.1 표준원액

모든 표준원액은 표준용액을 조제하는데 사용한다. 표준원액은 개봉 후 최대 1년까지 사용할 수 있으나 10 mg/L 이하의 표준용액은 최소한 1개월 마다 새로 조제해야 한다.

4.2.1.1 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 맞추어 조제하여 사용하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

4.2.1.2 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 맞추어 조제하여 사용하거나 시판용 표준원액을 사용한다.

4.2.2 혼합표준용액 (50 mg/L)

납 및 카드뮴 표준원액 (1 000 mg/L) 5 mL를 각각 정확히 취하여 100 mL 부피플라스크에 넣고 질산 (1 + 3) 2 mL를 가한 다음 정제수로 표선까지 맞추어 조제한다.

4.3 내부표준용액^[1]

비스무트 (Bi), 스칸듐 (Sc), 이트륨 (Y), 인듐 (In), 터븀 (Tb) 등의 개별 표준원액 (1 000 mg/L) 1개 ~ 5개를 선택하여 각각 1 mL를 취한 후, 질산용액 (1 %)으로 100 mL로 희석하여 폴리에틸렌 용기에 보관하거나, 혼합표준용액을 구입하여 사용한다.

4.3.1 비스무트 표준원액 (1 000 mg/L)

산화비스무트 (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 (bismuth oxide, Y_2O_3 , 분자량 : 465.96) 0.1270 g을 질산(1 + 1) 5 mL에

[1] 내부 표준은 분석원소와 분광간섭이 없는 물질을 선택하여야 하며, 시료 용액 내에서 내부 표준물질의 양은 무시할 수준이어야 한다. 일반적으로 ICP-OES는 Sc, Y을, ICP/MS에서는 Rh을 주로 사용한다.

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, Tb₄O₇, 분자량 : 747.70) 0.1176 g을 진한질산 5 mL에 녹여 가열하고 식힌다. 정제수를 넣어 100 mL를 만든다.

5.0 시료채취 및 관리

5.1 시료채취 대상시설 및 채취 지점의 선정

5.1.1 어린이 활동공간의 각 시설에 시공된 도료를 용도^[2] 및 색상에 따라 분류하여 점검대상 시설을 선정한다.

5.1.2 점검 대상 시설 내 도포된 도료의 색상 및 재질^[3]을 고려하여 각 점검지점을 선정하되 어린이가 접촉할 수 있는 범위 (높이 160 cm 이내)를 고려하여 시험분석 결과의 신뢰도에 영향을 미치지 않은 적절한 시료 채취 지점을 선정한다.

5.1.3 재질 특성상 1개의 시료 채취 지점이 시험분석 결과 신뢰도에 영향을 미칠 것으로 판단 될 경우에는 2곳 이상의 지점에서 시료를 채취할 수 있다.

5.2 시료채취 및 관리

5.2.1 일반 도료

[2] 용도별 도료의 분류는 도료를 칠하게 되는 기재에 따라 콘크리트·시멘트·모르타르용, 철재용, 목재용, 목재 보호용 등으로, 재질에 따라서는 유성 또는 수성으로 구분할 수 있다.

[3] 도료중 중금속은 주로 안료 성분에 기인하기 때문에 적색, 노란색, 빨간색, 청색의 색상을, 재질별로는 유성 페인트 제품을 우선 선정한다.

5.2.1.1 도료는 칼을 사용하여 선정된 시료 채취 지점의 점검대상 표면을 기재 부분의 재료가 혼입되지 않도록 조심스럽게 긁어내어 약 2 g 정도 채취한 후 유리 용기 또는 폴리에틸렌 용기에 담아 시험분석용 시료로 한다.

5.2.1.2 어린이활동공간 관리자 또는 소유자가 점검대상 재료에 대한 제조업체명, 품목명 등 세부 증빙자료를 제시하는 경우에는 동일한 품목을 시험분석용 시료로 사용할 수 있다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

6.1 방법검출한계 및 정량한계

6.1.1 방법검출한계 (method detection limit) 및 정량한계 (limit of quantification)는 'ES 12001.0 정도보증/정도관리'에 따라 산정한다. 해당 금속류가 없는 것으로 확인된 도료 약 0.2 g ~ 0.5 g에 표 2의 방법검출한계 부근의 농도가 되도록 해당 금속류의 표준용액을 첨가한 시료 7개를 준비하여 각 시료를 7.0 항의 시험절차와 동일하게 분석하여 표준편차를 구한다.

6.1.2 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 표 2에서 제시한 정량한계 이하의 값이어야 한다.

6.2 시약바탕시료의 분석

'ES 12001.0 정도보증/정도관리'에 따라 시료 군마다 1개의 시약바탕시료 (reagent blank)를 분석한다. 시약바탕시료는 7.0 항의 시험절차와 동일하게 전처리·측정하며, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다.

6.3 검정곡선의 작성 및 검증

6.3.1 검정곡선의 작성 및 검증은 'ES 12001.0 정도보증/정도관리'에 따른다.

6.3.2 7.2 항의 검정곡선의 작성에서 제시한 농도 범위 내에서 3개 이상의 농도(정량한계 이상)에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수 (R^2) 값이 0.99 이상 또는 감응계수 (RF)의 상대표준편차가 20 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 다시 작성하도록 한다.

6.4 정밀도 및 정확도

6.4.1 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)는 ‘ES 07001 정도보증/정도관리’에 따라 산정한다. 동일한 매질의 인증표준시료 또는 표 2 방법검출한계의 1배 ~ 10배와 같은 농도로 표준물질을 첨가한 시료를 4개 이상 준비하여 7.0 항의 절차에 따라 분석하여 평균값과 표준편차를 구한다.

6.4.2 정밀도는 측정값의 상대표준편차 (% RSD)로 산출하며 그 값이 30 % 이내이어야 한다.

6.4.3 정확도는 첨가한 표준물질의 농도에 대한 측정 평균값의 상대 백분율로써 나타내고 그 값이 70 % ~ 130 % 이내이어야 한다.

6.5 내부정도관리 주기 및 목표

6.5.1 방법검출한계, 정량한계, 정밀도 및 정확도는 연 1회 이상 산정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 교체, 분석 장비의 수리 및 이동 등의 주요 변동사항이 생길 경우에는 다시 실시한다.

6.5.2 검정곡선 검증 및 시약바탕시료의 분석은 각 시료 군마다 실시하며, 고농도의 시료 다음에는 시약바탕시료를 측정하여 오염 여부를 점검한다.

6.5.3 각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표값은 표 2와 같다.

7.0 분석절차

7.1 전처리

7.1.1 습식 산화법

황산과 질산을 사용하여 시료내의 유기 물질을 제거한 후 과잉의 황산은 가열 제거하고 EDTA와 암모니아 용액으로 잔류물 안의 대상물질을 추출하는 방법이다.

7.1.1.1 500 mL 용량의 코니칼 비커에 시료 약 0.1 g ~ 0.5 g을 취한 후 1 mg까지 무게를 정확히 단다. 내부표준법을 사용할 경우 내부표준용액 (10 mg/L) 발광도를 고려하여 적절한 양을 첨가한다.

7.1.1.2 폼 (fume) 후드 안에 설치된 가열판에 비커를 옮긴 후 가열판의 온도를 올려 남아있는 용제를 휘발시켜 제거한다.

7.1.2.3 비커를 식힌 후 진한 황산 5 mL를 넣고 시계접시를 덮어 높은 온도에서 약 15분 동안 가열하여 유기물을 탄화시킨다.

7.1.2.4 가열판에서 비커를 내려놓고 10분간 냉각한 후 진한 질산 5 mL를 넣고 10분간 가열한다. 냉각 후 다시 질산 5 mL를 넣고 가열 조작을 흰 연기가 발생할 때까지 반복한다.

7.1.2.5 유기물 분해가 완료된 시료는 용액이 거의 건조될 때까지 증발 건조한 후 냉각한다.

7.1.2.6 비커에 EDTA 용액 50 mL와 암모니아 용액 10 mL, 정제수 50 mL를 넣고 15분간 서서히 끓여준 후 냉각시킨다.

7.1.2.7 100 mL 부피플라스크에 거름종이를 사용하여 시료를 거른 후 다시 정제수를 사용하여 거름종이와 비커를 세척한 후 거른다.

7.1.2.8 정제수를 사용하여 100 mL로 한다.

7.1.2.9 따로 시험 시료를 넣지 않은 상태로 7.1.2.3 ~ 7.1.2.8까지의 과정을 반복하여 바탕 시험 용액을 조제한다.

7.1.3 마이크로파 분해법

7.1.3.1 PFA 또는 TFM 재질의 분해용기에 시료 0.1 g ~ 0.2 g을 1 mg 단위까지 정확히 달아 넣는다. 내부표준법을 사용할 경우 내부표준용액 (10 mg/L)을 발광도를 고려하여 적절한 양을 선택하여 추가로 첨가한다. 진한 질산 10 mL를 가한다. 이때 격렬한 반응이 발생되면 반응이 완결될 때까지 뚜껑을 연 채로 방치한다.

7.1.3.2 반응이 완료되면 밀폐형 분해용기의 뚜껑을 닫고 마이크로파 분해장치에 장착한다.

7.1.3.3 마이크로파 분해 장치에 장착된 용기의 압력이 (7.5 ± 0.7) atm (110 psi), 600 W가 되게 하여 170 °C에서 5.5분 동안 분해한다. 분해 프로그램 선택 시 사용하는 마이크로파 오븐 제조사에 따른 설명서를 참조하여 적절한 프로그램을 선택하여 사용할 수도 있다.

7.1.3.4 분해가 끝난 후 충분히 냉각시킨 후 용기 내에 남아 있는 질산 가스를 제거한다.

7.1.3.5 냉각된 시료를 50 mL 부피 플라스크에 거름종이를 사용하여 시료를 거른 후 정제수를 사용하여 거름종이와 비커를 세척하고 최종 액량을 50 mL로 한다.

7.1.3.6 따로 시험 시료를 넣지 않은 상태로 7.1.3.1 ~ 7.1.3.5까지의 과정을 반복하여 바탕 시험 용액을 조제한다.

7.2 검정곡선의 작성

7.2.1 외부표준법

7.2.1.1 항목별 표준용액 또는 혼합표준용액 (50 mg/L)을 0 mL ~ 10 mL 범위 내에서 단계적으로 취하여 100 mL 부피플라스크에 넣는다.

7.2.1.2 여기에 시료 용액과 동일한 조건이 되도록 산을 가한 후 정제수를 표선까지 채운다. 이 용액에 대해 표준용액의 농도와 발광세기에 대한 검정곡선을 작성한다.

7.2.1.3 정제수를 취하여 표준용액과 유사한 용매 조건이 되도록 정제수에 산을 가하여 조제한다. 이 용액에 대해 발광세기를 측정하여, 표준용액에 대해 얻은 발광세기를 보정하고 분석항목 각각의 농도와 발광세기와의 관계로부터 검정곡선을 작성한다.

7.2.2 내부표준법

7.2.2.1 항목별 표준용액 또는 혼합표준용액 (50 mg/L) 0 mL ~ 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 단계적으로 취하고, 시료에 첨가한 것과 동일 양의 내부표준용액 (10 mg/L)을 넣는다. 이를 시료와 동일한 조건이 되도록 산을 가한 후, 정제수를 표선까지 채운다.

7.2.2.2 이 용액을 유도결합플라즈마에 따라 플라즈마 토치 중에 분무하여 분석항목의 특성 파장과 내부표준물질의 특정 파장의 발광세기를 측정한 후, 각 성분의 농도에 대한 각 성분들과 내부표준용액과의 발광세기 비를 구하여 검정곡선을 작성한다.

7.3 측정법

7.3.1 전처리에서 얻은 시험용액을 유도결합플라즈마 원자발광광도계를 이용하여 표 2의 각각의 선택 파장에서 목적 원소를 정량한다.

7.3.2 시료가 검정 범위를 벗어날 경우 바탕용액으로 적절히 희석한다.

8.0 결과보고

검정곡선에서 얻어진 각 금속의 농도를 사용하여 다음의 식으로부터 시료 중에 금속 농도를 계산한다.

$$\text{도료 중 금속의 농도 (mg/kg)} = \frac{C_1 - C_0}{W_d} \times V \times f \quad (\text{식 1})$$

여기서, C_1 : 검정곡선에서 얻어진 분석시료의 금속 농도 (mg/L)

C_0 : 검정곡선에서 얻어진 시약바탕시료의 금속 농도 (mg/L)

V : 시험용액의 부피 (여기서는 0.1 L)

W_d : 시료의 건조중량 (kg)

f : 회석배수

8.2.1 농도 측정 결과는 mg/kg으로 표기하며 유효숫자 셋째 자리까지 구하고 반올림하여, 결과는 둘째 자리로 표시한다.

8.2.2 모든 농도 결과는 정량한계를 적용하여 나타내고 정량한계 미만은 불검출로 표시하며 정량한계 값을 같이 제시한다.

9.0 참고문헌

9.1 APHA, AWWA, WEF, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21th ed, Part 3120, "Metals by plasma emission spectroscopy", EPA, 2005.

9.2 US EPA Method 200.7, 1991, Determination of Metals and Trace Elements in Water and Wastes by Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry.

9.3 KS C IEC 62321-5 Ed, 전기전자제품에서 특정 물질의 정량-제5부 AAS, AFS, ICP-OES 또는 ICP-MS에 의한 폴리머와 전기전자 부품에서 카드뮴과 납 및 크로뮴의 분석과 금속에서 카드뮴과 납의 분석, 한국표준협회, 2014

10.0 부록

표 1. 유도결합플라즈마 - 원자발광분광법에 의한 원소별 선택파장과 정량한계

원소명	선택파장 1 (nm)	선택파장 2 (nm)	방법검출한계 (mg/kg)	정량한계 (mg/kg)
납	220.353	217.001	10	30
카드뮴	228.802	214.440	2	5

표 2. 정도관리 목표값

정도관리 항목	정도관리 목표
방법검출한계	납 10 mg/kg, 카드뮴 2 mg/kg
정량한계	납 30 mg/kg, 카드뮴 5 mg/kg
검정곡선	결정계수 (R^2) 값이 0.99 또는 감응계수 (RF)의 상대표준편차 < 20 %
바당시료	방법검출한계 이하
정밀도	상대표준편차가 30 % 이내
정확도	70 % ~ 130 %

표 3. 유도결합플라즈마-원자발광분광법 분석 조건(예)

항목	조건
입사 라디오풀파 전력 (incident RF power)	1 100 watts
반사 라디오풀파 전력 (reflected RF power)	< 5 watts
작업코일 위 시야 높이 (viewing height above work coil)	15 mm
주입관 안지름 (injector tube orifice I.d.)	1 mm
아르곤 공급 (argon supply)	liquid or gas
아르곤 압력 (argon pressure)	40 psi
냉각 아르곤기체 유속 (coolant argon flow rate)	19 L/min
에어로솔 운반 아르곤기체 유속 (aerosol carrier argon flow rate)	620 mL/min
보조 아르곤기체 유속 (auxiliary argon flow rate)	300 mL/min
시료 흡입 속도 (sample uptake rate)	1.2 mL/min

표 4. 도료 중 납, 카드뮴의 QA/QC 항목의 시험소간 교차분석 결과 (mg/kg)

항목	구분	AAS		ICP		QA/QC
		습식	마이크로파	습식	마이크로파	목표값
납	방법검출한계	15.0 ~ 18.1	1.7 ~ 16.3	3.6 ~ 6.4	3.8 ~ 8.0	10
	정량한계	47.6 ~ 57.7	5.4 ~ 51.9	11.6 ~ 20.3	12.0 ~ 25.6	30
	정확도 (%)	70.0 ~ 128.3	86 ~ 88.4	75.0 ~ 112.7	86.3 ~ 117.3	70 ~ 130
	정밀도 (%)	9.0 ~ 27.2	4.9 ~ 27.2	8.4 ~ 12.3	1.9 ~ 27.2	± 30
카드뮴	방법검출한계	0.3 ~ 10.0	0.3 ~ 5.4	0.2 ~ 1.4	0.7 ~ 1.5	2
	정량한계	0.9 ~ 31.8	1.3 ~ 17.0	0.5 ~ 4.5	2.2 ~ 4.8	5
	정확도 (%)	68.3 ~ 110.7	80.7 ~ 98.0	78.6 ~ 88.7	99.1 ~ 100.0	70 ~ 130
	정밀도 (%)	1.7 ~ 16.1	0.8 ~ 13.3	1.7 ~ 7.5	2.0 ~ 6.7	± 30