

## 금속류-유도결합플라스마-질량분석법 (Metals-Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry)

2024

### 1.0 개요

#### 1.1 목적

이 시험기준은 먹는물, 샘물, 염지하수 중에 금속류를 측정하는 방법으로, 시료를 플라스마에 분사시켜 탈용매, 원자화 및 이온화과정을 거쳐 질량분석기로 분석하는 방법이다. 이 방법은 수  $\mu\text{g/L}$ 의 금속류의 정성 및 정량분석에 적합하다.

#### 1.2 적용범위

1.2.1 이 방법은 먹는물, 샘물, 염지하수 중에 구리(동), 납, 망간, 붕소, 비소, 셀레늄, 아연, 알루미늄, 철, 카드뮴, 크롬, 우라늄 등의 금속류 측정에 적용한다.

1.2.2 물속에 있는 총 금속류는 다양한 상태로 존재하고 있으나, 통상은 산 등에 의해 시료를 분해시켜 총량을 측정한다.

1.2.3 다만, 용존성 금속류를 측정하는 경우에는, 시료를 여과 (공극  $0.45\ \mu\text{m}$  멤브레인 필터) 등에 의해 입자성 부유물을 제거한 후 산 등을 첨가하여 측정한다.

1.2.4 이 시험에 의한 먹는물 중 금속류의 정량한계는 표 2와 같다.

#### 1.3 간섭물질

##### 1.3.1 동중원소 간섭

동중원소 (isobaric element) 간섭이란 다른 원소의 동위원소가 1가 또는 2가로 이온화되

면서 측정하려는 원소의 질량과 동일한 경우의 간섭을 의미한다. 대부분의 원소는 간섭을 갖지 않는 1 개 이상의 동위원소를 가지고 있어 적절한 질량을 선택 하면 간섭효과에 영향을 받지 않고 분석할 수 있다.

### 1.3.2 다량민감도

다량민감도 (abundance sensitivity)는 한 피크의 일부가 다른 피크에 영향을 주는 정도를 말하며 작은 피크가 큰 피크 옆에 중첩되어 발생하며 최대한 분리능을 높여 간섭을 줄이도록 해야 한다.

### 1.3.3 동중 다원소이온 간섭

동중 다원소이온 간섭 (isobaric polyatomic ion interference)은 측정하려는 원소의 질량과 동일한 다원소로 구성된 이온에 의해 발생하는 간섭을 말한다. 가능한 간섭물질이 잘 알려져 있고 이는 시료의 매질과 기기조건에 의존적이다.

### 1.3.4 물리적 간섭

시료의 플라스마로 전달, 이온화, 질량분석기로 연결되는 물리적인 과정에 의해 발생하는 간섭을 의미한다. 이는 검정곡선용 표준물질을 측정할 때와 시료를 측정할 때 기기반응도의 차이로부터 발생한다. 용존고형물의 농도가 높을 때에는 스킨머콘 (skimmer cone)에 흡착되는 양의 증가로 유효 직경이 줄어 이온화 효율을 감소시키므로, 용존고형물은 0.2 %를 초과하지 않도록 한다. 내부표준물질의 사용으로 물리적인 간섭을 보정할 수 있다.

**1.3.4.1 염지하수의 경우 매질에 의한 간섭이 발생하므로 카드뮴, 구리(동), 납, 아연, 크롬은 유기금속착화물을 형성하여 용매추출 후 휘발건조 과정을 거쳐 재용해한 후 분석용 시료로 한다. 비소와 셀레늄, 알루미늄은 시료를 10 배 이상 희석한 것을 매질로 하여 간섭효과를 줄일 수 있다.**

**[주 1]** 비소와 셀레늄은 표준물첨가법을 사용한다.

### 1.3.5 메모리 간섭

앞에 측정된 시료에 있는 원소의 동위원소가 다음 시료의 분석에 영향을 주어 간섭하는 것을 의미한다. 시료주입장치, 스키머콘, 플라스마 토치, 분무장치 등에 분석물질이 흡착되어 발생한다. 이러한 간섭은 다음 시료의 분석 전 충분한 세정을 해 주면 감소시킬 수 있다.

## 2.0 용어정의

### 2.1 용존금속

용존금속은 시료를 산성화시키기 전에 0.45  $\mu\text{m}$  막을 통과하는 금속을 의미한다.

### 2.2 금속

시료 중에 존재하는 금속의 총량을 의미하고, 이는 여과 없이 산 처리 후에 측정하는 시료 중의 금속을 말한다.

## 3.0 분석기기 및 기구

### 3.1 유도결합플라스마-질량분석기 (ICP-MS)

3.1.1 이 장비는 5 % 피크 높이에서 1 amu의 최소 분리능을 갖고, 5 amu ~ 250 amu의 질량범위에서 측정할 수 있는 것이어야 한다.

3.1.2 표 3과 같이 분석할 수 있다.

### 3.2 아르곤 기체

액화 또는 압축 아르곤으로서 99.99 % 이상의 순도를 갖는 것이어야 한다.

### 3.3 용기 및 기구

폴리프로필렌 (PP), 폴리에틸렌 (PE) 또는 폴리테트라플루오로에틸렌 (PTFE)으로 된 용기나 기구를 사용하며, 극미량 분석의 경우 가급적 폴리테트라플루오로에틸렌 (PTFE)를 사용한다.

## 4.0 시약 및 표준용액

### 4.1 시약

#### 4.1.1 염산

염산 (hydrochloric acid, HCl, 분자량 : 36.46)을 사용하여 바탕시험결과 금속류가 검출되어서는 안 된다.

#### 4.1.2 염산 (1 + 1)

1 L 부피플라스크에 정제수를 약 400 mL 넣은 다음 염산 (hydrochloric acid, HCl, 분자량 : 36.46) 500 mL를 넣고 흔들어 섞어준 후 정제수로 표선까지 맞추어 조제한다.

#### 4.1.3 질산

진한 질산 (nitric acid, HNO<sub>3</sub>, 분자량 : 63.01)을 사용하여 바탕시험결과 금속류가 검출되어서는 안 된다.

#### 4.1.4 질산 (1 + 1)

1 L 부피플라스크에 정제수를 약 400 mL 넣은 다음 진한 질산 (nitric acid, HNO<sub>3</sub>, 분자량 : 63.01) 500 mL를 넣고 흔들어 섞어준 후 정제수로 표선까지 맞추어 조제한다.

#### 4.1.5 1 N 질산

1 L 부피플라스크에 정제수를 약 900 mL 넣은 다음 진한 질산 (nitric acid, HNO<sub>3</sub>, 분자량 : 63.01, 비중 : 1.38, 농도 : 65 %) 70 mL를 넣고 흔들어 섞어준 후 정제수로 표선까지 맞추어 조제한다.

#### 4.1.6 유기착화제 (킬레이트) 혼합용액

암모늄피롤리딘디티오카바메이트 (APDC, ammonium pyrrolidine dithiocarbamate,  $C_5H_{12}N_2S_2$ , 분자량 : 164.28) 10 g과 디에틸암모늄디에틸디티오카바메이트 (DDDC, diethylammoniumdiethyl dithiocarbamate,  $C_{12}H_{26}N_2S_2$ , 분자량 : 250.47) 10 g을 500 mL의 정제수에 녹여 APDC/DDDC 혼합용액을 조제한다. 이 혼합용액은 사용 직전 매번 새롭게 준비한다.

#### 4.1.7 클로로폼

클로로폼 (chloroform,  $CHCl_3$ , 분자량 : 119.38)은 분석용 특급 시약을 사용하고 극미량 분석을 위해서는 재증류하여 사용한다.

#### 4.1.8 메틸아이소부틸케톤

메틸아이소부틸케톤 (MIBK, methyl isobutyl ketone,  $C_6H_{12}O$ , 분자량 : 100.16)은 분석용 특급 시약을 사용하고 극미량 분석을 위해서는 재증류하여 사용한다.

#### 4.1.9 정제수

바탕시험 할 때 각 금속의 측정세기가 최소인 것을 사용한다.

### 4.2 표준용액

#### 4.2.1 구리(동)

##### 4.2.1.1 구리(동) 표준원액 (1000 mg/L)

금속 구리(동) (순도 99.9 % 이상의 것) 1 g을 1 L 부피플라스크에 넣고 약간의 정제수를 넣은 다음 진한 질산 10 mL를 가해 완전히 녹여준 후 정제수로 표선까지 맞추어 조제하여 사용하거나 시판용 표준원액을 사용한다.

#### 4.2.1.2 구리(동) 표준용액 (100 mg/L)

구리(동) 표준원액 (1 000 mg/L) 100 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수로 표선까지 맞추어 조제한다.

#### 4.2.1.3 구리(동) 표준용액 (2 mg/L)

구리(동) 표준용액 (100 mg/L) 20 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수로 표선까지 맞추어 조제한다.

### 4.2.2 납

#### 4.2.2.1 납 표준원액 (1 000 mg/L)

질산납(II) (lead nitrate,  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ , 분자량 : 331.20) 1.6 g을 1 L 부피플라스크에 넣고 약간의 정제수를 넣은 다음 진한 질산 10 mL를 가해 완전히 녹여준 후 정제수로 표선까지 맞추어 조제하여 사용하거나 시판용 표준원액을 사용한다.

#### 4.2.2.2 납 표준용액 (100 mg/L)

납 표준원액 (1 000 mg/L) 100 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수로 표선까지 맞추어 조제한다.

#### 4.2.2.3 납 표준용액 (2 mg/L)

납 표준용액 (100 mg/L) 20 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수로 표선까지 맞추어 조제한다.

### 4.2.3 망간

#### 4.2.3.1 망간 표준원액 (1 000 mg/L)

금속 망간 (순도 99.9 % 이상의 것) 1 g을 1 L 부피플라스크에 넣고 약간의 정제수를 넣

은 다음 진한 질산 10 mL를 가해 완전히 녹여준 후 정제수로 표선까지 맞추어 조제하여 사용하거나 시판용 표준원액을 사용한다.

#### 4.2.3.2 망간 표준용액 (100 mg/L)

망간 표준원액 (1 000 mg/L) 100 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 맞추어 조제한다.

#### 4.2.3.3 망간 표준용액 (2 mg/L)

망간 표준용액 (100 mg/L) 20 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 맞추어 조제한다.

#### 4.2.4 붕소

##### 4.2.4.1 붕소 표준원액 (1 000 mg/L)

보론산 (boric acid,  $H_3BO_3$ , 분자량 : 61.83) 5.72 g을 1 L 부피플라스크에 넣고 정제수로 녹여 표선까지 맞추어 사용하거나 시판용 표준원액을 사용한다.

##### 4.2.4.2 붕소 표준용액 (100 mg/L)

붕소 표준원액 (1 000 mg/L) 100 mL를 1 L 부피플라스크에 넣고 정제수를 표선까지 맞추어 조제한다.

##### 4.2.4.3 붕소 표준용액 (2 mg/L)

붕소 표준용액 (100 mg/L) 20 mL를 1 L 부피플라스크에 넣고 정제수를 표선까지 맞추어 조제한다.

#### 4.2.5 비소

##### 4.2.5.1 비소 표준원액 (1 000 mg/L)

삼산화비소 (arsenic trioxide,  $\text{As}_2\text{O}_3$ , 분자량 : 197.84) 1.32 g을 1 L 부피플라스크에 넣고 수산화나트륨용액 (20 %) 5 mL에 녹이고, 정제수 약 400 mL를 넣고 황산 (1 + 19)으로 중화한 후 정제수로 표선까지 맞추어 1 L로 하여 조제하여 사용하거나 시판용 표준원액을 사용한다.

#### 4.2.5.2 비소 표준용액 (100 mg/L)

비소 표준원액 (1 000 mg/L) 100 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 맞추어 조제한다.

#### 4.2.5.3 비소 표준용액 (2 mg/L)

비소 표준용액 (100 mg/L)을 20 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 맞추어 조제한다.

### 4.2.6 셀레늄

#### 4.2.6.1 셀레늄 표준원액 (1 000 mg/L)

이산화셀레늄 (selenium oxide,  $\text{SeO}_2$ , 분자량 : 110.96) 1.405 g을 1 L 부피플라스크에 넣고 정제수로 녹여 표선까지 맞추어 조제하여 사용하거나 시판용 표준원액을 사용할 수 있다.

#### 4.2.6.2 셀레늄 표준용액 (100 mg/L)

셀레늄 표준원액 (1 000 mg/L) 100 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수로 표선까지 맞추어 조제한다.

#### 4.2.6.3 셀레늄 표준용액 (2 mg/L)

셀레늄 표준용액 (100 mg/L) 20 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수로 표선까지 맞추어 조제한다.

#### 4.2.7 아연

##### 4.2.7.1 아연 표준원액 (1000 mg/L)

금속 아연 (순도 99.9 % 이상의 것) 1 g을 1 L 부피플라스크에 넣고 약간의 정제수를 넣은 다음 진한 질산 10 mL를 가해 완전히 녹여준 후 정제수로 표선까지 맞추어 조제하여 사용하거나 시판용 표준용액을 사용한다.

##### 4.2.7.2 아연 표준용액 (100 mg/L)

아연 표준원액 (1000 mg/L) 100 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 맞추어 조제한다.

##### 4.2.7.3 아연 표준용액 (2 mg/L)

아연 표준용액 (100 mg/L) 20 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 맞추어 조제한다.

#### 4.2.8 알루미늄

##### 4.2.8.1 알루미늄 표준원액 (1000 mg/L)

알루미늄 금속선 (분석용) 1 g을 1 L 부피플라스크에 넣고 정제수 100 mL와 수산화나트륨 5 g의 혼합액에 녹이고, 정제수를 넣어 약 800 mL로 만든 후 염산으로 중화하고, 0.1 M 염산을 넣어 표선까지 맞추어 조제하여 사용하거나 시판용 표준원액을 사용한다.

##### 4.2.8.2 알루미늄 표준용액 (100 mg/L)

알루미늄 표준원액 (1000 mg/L) 100 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 맞추어 조제한다.

##### 4.2.8.3 알루미늄 표준용액 (2 mg/L)

알루미늄 표준용액 (100 mg/L) 20 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 맞추어 조제한다.

#### 4.2.9 철

##### 4.2.9.1 철 표준원액 (1 000 mg/L)

황산제1철암모늄 · 6수화물 (ammonium ferrous sulfate hexahydrate,  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 분자량 : 392.17) 7.02 g을 1 L 부피플라스크에 넣고 약간의 정제수에 녹여준 후 염산 3 mL를 가하고 정제수로 표선까지 맞추어 조제하여 사용하거나 시판용 표준원액을 사용한다.

##### 4.2.9.2 철 표준용액 (100 mg/L)

철 표준원액 (1 000 mg/L) 100 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 맞추어 조제한다.

##### 4.2.9.3 철 표준용액 (2 mg/L)

철 표준용액 (100 mg/L) 20 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 맞추어 조제한다.

#### 4.2.10 카드뮴

##### 4.2.10.1 카드뮴 표준원액 (1 000 mg/L)

금속 카드뮴 (순도 99.9 % 이상의 것) 1 g을 1 L 부피플라스크에 넣고 약간의 정제수를 넣은 다음 진한 질산 10 mL를 가해 완전히 녹여준 후 정제수로 표선까지 맞추어 조제하여 사용하거나 시판용 표준원액을 사용한다.

##### 4.2.10.2 카드뮴 표준용액 (100 mg/L)

카드뮴 표준원액 (1 000 mg/L) 100 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 맞추어 조제한다.

#### 4.2.10.3 카드뮴 표준용액 (2 mg/L)

카드뮴 표준용액 (100 mg/L) 20 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 맞추어 조제한다.

#### 4.2.11 크롬

##### 4.2.11.1 크롬 표준원액 (1000 mg/L)

디크롬산칼륨 (potassium dichromate,  $K_2Cr_2O_7$ , 분자량 : 294.18) 2.83 g을 1 L 부피플라스크에 넣고 약간의 정제수를 넣은 다음 진한 질산 10 mL를 가해 완전히 녹여준 후 정제수로 표선까지 맞추어 조제하여 사용하거나 시판용 표준원액을 사용한다.

##### 4.2.11.2 크롬 표준용액 (100 mg/L)

크롬 표준원액 (1 000 mg/L) 100 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 맞추어 조제한다.

##### 4.2.11.3 크롬 표준용액 (2 mg/L)

크롬 표준용액 (100 mg/L) 20 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수를 표선까지 맞추어 조제한다.

#### 4.2.12 우라늄

##### 4.2.12.1 우라늄 표준원액 (1000 mg/L)

질산우라늄 (Uranyl Nitrate Hexa Hydrate,  $UO_2(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ , 분자량 : 502.13) 0.211 g을 20 mL 정제수로 녹인 후 100 mL 부피플라스크에 넣어 표선을 맞추어 조제하거나 시판하는 우라늄 표준용액을 사용하여 표준원액으로 한다.

#### 4.2.12.2 우라늄 표준용액 (100 mg/L)

우라늄 표준원액 및 진한 질산을 각각 10 mL씩 취하여 100 mL 부피플라스크에 넣고 정제수를 표선까지 맞추어 조제한다.

#### 4.2.12.3 우라늄 표준용액 (2 mg/L)

우라늄 표준용액 및 진한 질산을 각각 2 mL씩 취하여 100 mL 부피플라스크에 넣고 정제수를 표선까지 맞추어 조제한다.

### 4.3 내부표준용액

#### 4.3.1 이트륨

##### 4.3.1.1 이트륨 표준원액 (1000 mg/L)

이트륨 (yttrium, Y, 분자량 : 88.91) 표준원액은 산화이트륨 (yttrium oxide,  $Y_2O_3$ , 분자량 : 225.82) 1.27 g을 1 L 부피플라스크에 넣고 질산 (1 + 1) 50 mL에 녹인 후 정제수로 표선까지 맞추어 조제하여 사용하거나 시판용 표준원액을 사용한다.

##### 4.3.1.2 이트륨 표준용액 (100 mg/L)

이트륨 표준원액 (1 000 mg/L) 100 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수로 표선까지 맞추어 조제한다.

##### 4.3.1.3 이트륨 표준용액 (2 mg/L)

이트륨 표준용액 (100 mg/L) 20 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수로 표선까지 맞추어 조제한다.

#### 4.3.2 스칸듐

#### 4.3.2.1 스칸듐 표준원액 (1000 mg/L)

스칸듐 (scandium, Sc, 분자량 : 44.96) 표준원액은 산화스칸듐 (scandium oxide,  $\text{Sc}_2\text{O}_3$ , 137.92) 1.53 g을 1 L 부피플라스크에 넣고 질산 (1 + 1) 50 mL에 녹인 후 정제수로 표선까지 맞추어 조제하여 사용하거나 시판용 표준원액을 사용한다.

#### 4.3.2.2 스칸듐 표준용액 (100 mg/L)

스칸듐 표준원액 (1000 mg/L) 100 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수로 표선까지 맞추어 조제한다.

#### 4.3.2.3 스칸듐 표준용액 (2 mg/L)

스칸듐 표준용액 (100 mg/L) 20 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수로 표선까지 맞추어 조제한다.

### 4.3.3 인듐

#### 4.3.3.1 인듐 표준원액 (1000 mg/L)

인듐 (indium, In, 분자량 : 114.82) 표준원액은 금속인듐 (순도 99.9 % 이상) 1 g을 1 L 부피플라스크에 넣고 질산 (1 + 1) 50 mL에 녹인 후 정제수로 표선까지 맞추어 조제하여 사용하거나 시판용 표준원액을 사용한다.

#### 4.3.3.2 인듐 표준용액 (100 mg/L)

인듐 표준원액 (1000 mg/L) 100 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수로 표선까지 맞추어 조제한다.

#### 4.3.3.3 인듐 표준용액 (2 mg/L)

인듐 표준용액 (100 mg/L) 20 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수로 표선까지 맞추어 조제한다.

#### 4.3.4 터비듐

##### 4.3.4.1 터비듐 표준원액 (1000 mg/L)

터비듐 (Terbium, Tb, 분자량 : 158.93) 표준원액은 산화터비듐 (terbium oxide,  $Tb_4O_7$ , 747.72) 1.18 g을 1 L 부피플라스크에 넣고 진한 질산 50 mL에 녹인 후 정제수로 표선까지 맞추어 조제하여 사용하거나 시판용 표준원액을 사용한다.

##### 4.3.4.2 터비듐 표준용액 (100 mg/L)

터비듐 표준원액 (1000 mg/L) 100 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수로 표선까지 맞추어 조제한다.

##### 4.3.4.3 터비듐 표준용액 (2 mg/L)

터비듐 표준용액 (100 mg/L) 20 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수로 표선까지 맞추어 조제한다.

#### 4.3.5 비스무트

##### 4.3.5.1 비스무트 표준원액 (1000 mg/L)

비스무트 (bismuth, Bi, 분자량 : 208.98) 표준원액은 산화비스무트 (bismuth oxide,  $Bi_2O_3$ , 분자량 : 465.96) 1.12 g을 1 L 부피플라스크에 넣고 진한 질산 50 mL에 녹인 후 정제수로 표선까지 맞추어 조제하여 사용하거나 시판용 표준원액을 사용한다.

##### 4.3.5.2 비스무트 표준용액 (100 mg/L)

비스무트 표준원액 (1000 mg/L) 100 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수로 표선까지 맞추어 조제한다.

##### 4.3.5.3 비스무트 표준용액 (2 mg/L)

비스무트 표준용액 (100 mg/L) 20 mL를 1 L 부피플라스크에 넣어 정제수로 표선까지 맞추어 조제한다.

## 5.0 시료채취 및 관리

5.1 시료채취 전에 전 함량 분석을 할 것인가 아니면 용존 금속만을 분석할 것인가를 결정하여 적절한 보존을 선택한다.

5.2 시료는 미리 세척한 유리, 폴리프로필렌, 폴리에틸렌 또는 폴리테트라플루오로에틸렌으로 된 용기에 채취한다. 단, 붕소를 분석할 때는 시료채취부터 분석 전 과정에서 폴리프로필렌, 폴리에틸렌, 폴리테트라플루오로에틸렌 또는 석영재질의 용기와 기구를 사용해야 한다.

5.3 채취용기는 비인산계 세제로 세척한 후 수돗물로 여러 번 세척하고 질산 (1 + 1)과 정제수로 차례로 세척한 후 건조하여 사용한다.

5.4 용존 금속을 측정할 경우에는 시료를 채취하여 0.45 µm 막에 통과시키고 걸러진 용액에 질산을 가하여 pH 2 이하로 조절한다.

5.5 전 함량 금속을 측정할 경우에는 시료 채취 후 질산을 가하여 pH 2 이하로 조절한다. 단, 운반온도(2 °C ~ 8 °C)를 유지하여 운반 후 실험실에서 보존처리 할 수 있다(시료채취 후 48 시간 이내).

5.6 산 처리한 시료는 1 °C ~ 5 °C 이하로 보관하여 시료가 증발로 인해 부피변화가 없도록 해야 한다. 이 조건에서는 시료를 최대 6 개월까지 보관할 수 있다.

5.7 µg/L의 농도에서는 시료 채취 후 되도록 빠른 시간 안에 분석한다.

## 6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

### 6.1 방법검출한계 및 정량한계

**6.1.1** 방법검출한계 (MDL, method detection limit) 및 정량한계 (LOQ, limit of quantitation)는 정제수에 표 2의 정량한계 부근의 농도가 되도록 각 금속류를 첨가한 시료 7 개를 준비하고 각 시료를 7.0 분석절차와 동일하게 측정하여 표준편차를 구한다.

**6.1.2** 표준편차에 3.14를 곱한 값을 방법검출한계로, 10을 곱한 값을 정량한계로 나타낸다. 측정한 정량한계는 시험기준에서 제시한 정량한계 이하이어야 한다.

## 6.2 방법바탕시료의 측정

ES 05001 정도보증/정도관리에 따라 시료군마다 1 개의 방법바탕시료 (method blank)를 측정한다. 방법바탕시료는 정제수를 사용하여 7.0 분석절차와 동일하게 측정하며 얻은 값이 방법검출한계 이하이어야 한다.

## 6.3 검정곡선의 작성 및 검증

**6.3.1** 정량범위 내의 5 개 이상의 농도에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수 ( $R^2$ )가 0.98 이상 또는 감응계수 (RF)의 상대표준편차 (RSD)가 20 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응계수의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 검정곡선을 재작성 한다.

**6.3.2** 감응계수 (RF)는 검정곡선 작성을 위한 표준용액의 농도에 대한 흡광도와 같은 반응 (R, response)으로, 표준용액의 농도를 2 개 이상 사용한 경우는 검정곡선의 기울기에 해당된다.

**6.3.3** 검정곡선의 직선성을 검증하기 위하여 각 시료군마다 1회의 검정곡선 검증을 실시하는 것이 바람직하다. 정량범위 또는 검정곡선의 중간 농도에 해당하는 표준용액을 측정한다. 측정값은 검정곡선 작성 시의 값과 20 % 이내에서 일치하여야 한다. 만약 이 범위를 넘는 경우, 검정곡선의 재작성이 요구된다.

## 6.4 정밀도 및 정확도

**6.4.1** 정밀도 (precision) 및 정확도 (accuracy)의 측정은 ES 05001 정도보증/정도관리

에 따른다. 정제수에 정량한계의 1 배 ~ 2 배 농도가 되도록 동일하게 표준물질을 첨가한 시료를 4 개 이상 준비하고 7.0 분석절차와 동일하게 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다.

**6.4.2** 정확도는 4 회 이상 측정한 평균값과 조제한 표준용액의 농도에 대한 상대 백분율 (%)로 나타낸다.

**6.4.3** 정밀도는 4 회 이상 측정한 평균값과 상대표준편차 (RSD)를 구하여 산출한다.

## 6.5 현장 이중시료의 측정

현장 이중시료 (field duplicate sample)는 동일한 시료채취 장소에서 동일한 조건으로 중복 채취한 시료로서 한 조사팀이 하루에 20 개 이하를 채취할 경우에는 1 개를 그리고 그 이상을 채취할 때에는 시료 20 개당 1 개를 추가로 채취한다. 동일한 조건의 두 시료간의 측정값의 편차는 20 % 이하이어야 한다.

## 6.6 내부정도관리 주기 및 목표

**6.6.1** 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. 단, 장비의 청소 및 측정 장비의 감도가 의심될 때에는 언제든지 측정하여 확인하여야 한다.

**6.6.2** 검정곡선 검증 및 시약바탕시료의 분석은 각 시료군마다 실시하며, 고농도의 시료를 분석한 후에는 시약바탕시료를 측정하여 오염여부를 점검한다.

**6.6.3** 각 정도관리 항목에 대한 정도관리 목표 값은 표 1과 같다.

## 7.0 분석절차

### 7.1 전처리

**7.1.1** 탁도가 1 NTU 이하이고 침전물이나 부유물이 없는 시료 (입자가 적고 균질한

시료)는 시료 100 mL를 비커에 넣고 질산 (1 + 1) 2 mL를 넣어 16 시간 이상 유지하고 pH 2 이하 인지 확인 후 측정한다.

**7.1.2** 탁도가 1 NTU 이상이거나 침전물이나 부유물이 존재하는 시료 (입자가 많거나 불균질한 시료)는 시료 100 mL를 비커에 넣고 질산 (1 + 1) 2 mL와 염산 (1 + 1) 1 mL를 첨가한다. 가열기 등을 사용하여 85 °C 이하에서 액량이 약 20 mL가 될 때까지 끓이지 않고 천천히 가열농축하고, 이 용액을 50 mL 부피플라스크에 옮긴 후 정제수로 비커를 닦아주어 부피플라스크에 합친 다음 정제수로 표선까지 정확히 채운다. 산 분해 후에도 탁도가 있는 경우, 밤새 가라앉히거나 원심분리를 이용하여 탁도 물질을 배제시킨다. 그럼에도 탁도가 존재하는 경우, 여과하여 분석할 수 있다.

**7.1.3** 내부표준물질법을 이용할 경우는 내부 표준원소로서 이트륨 (yttrium), 스칸듐 (scandium), 인듐 (indium), 터비듐 (terbium) 또는 비스무트 (bismuth) 중에 하나 이상을 선택하여 최종용액 중에서의 농도가 0.1 mg/L가 되게 첨가하고 잘 섞어 측정용 시료로 사용한다.

**7.1.4** 염지하수의 카드뮴, 구리(동), 납, 아연, 크롬을 분석할 경우 다음의 전처리 과정을 수행한다.

**7.1.4.1** 100 mL 시료를 분별깔때기에 넣고 pH 4 ~ pH 5 부근으로 조절한다.

**7.1.4.2** 유기착화제 (APDC/DDDC) 혼합용액 1 mL를 넣고 20 초간 강하게 교반한다.

**7.1.4.3** 위 시료에 클로로폼 혹은 메틸아이소부틸케톤을 10 mL 넣고 진탕기를 이용하여 2분 ~ 3분 동안 강하게 흔들여 준다.

**7.1.4.4** 15 분간 시료용액과 용매층이 완전히 분리되도록 정치한 후 하부로 분리된 용매를 폴리테트라플루오로에틸렌 (PTFE) 가열용기에 받는다. 이때 시료용액이 포함되지 않도록 주의하여야 한다.

**7.1.4.5** 7.1.4.3과 7.1.4.4 과정을 3 번 반복한다.

**7.1.4.6** 폴리테트라플루오로에틸렌 (PTFE) 용기를 80 °C 열판에서 가열하여 용매를

취발시킨 다음 정제수 5 mL 및 진한 질산 250  $\mu$ L를 추출시료에 넣고 열판에서 가열하여 완전히 분해·건조시킨다. 이때의 과정은 반드시 청정시설이 갖추어진 후드에서 실시되어야 한다.

**7.1.4.7** 농축배수를 결정하여 적당량의 1 N 질산으로 추출시료를 재용해시킨다.

**7.1.5** 염지하수의 비소와 셀레늄, 알루미늄의 경우 시료를 10 배 이상 희석하여 사용한다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 양을 달리 할 수 있다.

[주 2] 비소와 셀레늄은 표준물첨가법을 사용한다.

## 7.2 검정곡선의 작성

**7.2.1** 금속의 표준용액 (2 mg/L) 0, 0.2, 0.5, 1, 2 mL를 단계적으로 200 mL 부피플라스크에 넣고 각각에 정제수로 표선을 맞추어 조제한다. 단계적으로 조제한 검정곡선용 표준용액의 농도는 0, 0.002, 0.005, 0.01, 0.02 mg/L에 해당된다. 필요에 따라 사용하는 표준용액의 농도와 개수를 달리 할 수 있다.

[주 3] 시료분석결과 이 검정곡선 농도범위를 벗어나면 시료를 희석해서 재분석하여야 한다.

**7.2.2** 내부표준물질법을 이용할 경우는 내부 표준원소로서 이트륨 (yttrium), 스칸듐 (scandium), 인듐 (indium), 터비듐 (terbium) 또는 비스무트 (bismuth)를 최종용액 중에 0.1 mg/L가 되게 첨가하고 잘 섞어 측정용 시료로 사용한다. 필요에 따라 사용하는 농도를 달리 할 수 있다.

**7.2.3** 이하 7.3과 같은 방법으로 측정하여 금속의 농도와 측정값으로부터 다음과 같이 검정곡선을 작성한다.

**7.2.4** 절대검정곡선법을 사용할 때에는 금속의 농도 (mg/L)를 가로축 (x축)에, 각 금속의 측정값을 세로축 (y축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

**7.2.5** 상대검정곡선법을 사용할 때에는 금속의 농도 (mg/L)를 가로축 (x축)에, 금속의 측정값 ( $A_x$ )과 내부표준물질의 측정값 ( $A_i$ )과의 비 ( $A_x/A_i$ )를 세로축 (y축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

**7.2.6** 표준물첨가법을 사용할 때에는 금속의 첨가농도 (mg/L)를 가로축 ( $x$ 축)에, 각 금속의 측정값을 세로축 ( $y$ 축)에 취하여 검정곡선을 작성한다.

**7.2.7** 표준물첨가법은 시료 적당량 (75 mL 미만)을 3 개 ~ 5 개의 100 mL 부피플라스크에 동일한 양을 첨가한다.

**7.2.7.1** 항목별 표준용액을 시료의 농도에 따라 0 mL부터 순차적으로 25 mL까지 시료가 들어있는 부피플라스크에 단계적으로 첨가하고 정제수로 표선까지 채운다.

**7.2.7.2** 따로 정제수를 취하여 시료와 유사한 용매 조건이 되도록 정제수에 산을 가하여 조제하여 바탕 값 보정시료로 사용한다.

**7.2.7.3** 바탕 값 보정시료를 측정하여 분석기기의 바탕 값을 보정한 다음 시료의 측정세기를 측정하여 표준물 첨가농도에 따른 측정세기와와의 관계식을 작성한다.

### 7.3 측정법

**7.3.1** 시료를 유도결합플라즈마-질량분석기에 주입하여 각각의 이온의 강도를 측정한다.

**7.3.2** 시료 중 금속의 농도가 정량범위를 벗어나면 시료를 희석하여 측정한다.

**7.3.3** 절대검정곡선법을 사용할 때에는 시료에서 측정한 각 금속의 측정값을 검정곡선의  $y$ 값에 대입하여 농도 (mg/L)를 계산한다.

**7.3.4** 표준물첨가법을 사용할 때에는 검정곡선이 횡축과 교차하는 지점의  $x$ 축 농도로 시료의 농도 (mg/L)를 계산한다.

**7.3.5** 상대검정곡선법을 사용할 때에는 각 금속의 측정값 ( $A_x$ )과 내부표준물질의 측정값 ( $A_i$ )과의 비 ( $A_x/A_i$ )를 검정곡선의  $y$ 값에 대입하여 농도 (mg/L)를 계산한다.

**7.3.6** 바탕시험을 행하여 보정한다.

**7.3.7** 기기에 따라 측정항목 및 시료의 매질에 따른 간섭을 제거하기 위한 수소 (H<sub>2</sub>) 등의 가스를 사용하여 분석의 오차를 줄일 수 있다.

## 8.0 결과보고

### 8.1 계산

시료에서 각 금속의 측정값을 검정곡선의 y값에 대입하여 구한 농도 (x값)를 사용하여 다음의 식으로부터 시료 중에 농도를 계산한다.

$$\text{금속의 농도 (mg/L)} = C(m) \times f \quad (\text{식 1})$$

여기서, C(m) : 검정곡선에서 구한 농도 (mg/L)

f : 시료의 회석배수 (직접측정법의 경우는 1.0)

### 8.2 결과보고

행정사항과 관련된 항목별 시험결과의 표시는 ES 05003의 먹는물 수질기준의 표시한계 및 결과표시에 따른다.

## 9.0 참고자료

**9.1** US EPA Method 200.8, “Determination of Trace Elements in Waters and Wastes by Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry”, EPA, Environmental Monitoring Systems Laboratory Office of Research and Development, Cincinnati, Ohio 45268, (1994)

**9.2** 日本水道協會, 上水試験方法, (2011)

10.0 부록

표 1. 정도관리 목표 값

| 정도관리 항목 | 정도관리 목표                                                     |
|---------|-------------------------------------------------------------|
| 정량한계    | 0.0001 mg/L ~ 0.003 mg/L                                    |
| 검정곡선    | 결정계수 ( $R^2$ ) $\geq$ 0.98 또는 감응계수 (RF)의 상대표준편차 $\leq$ 20 % |
| 정밀도     | 상대표준편차 $\pm$ 20 % 이내                                        |
| 정확도     | 80 % ~ 120 %                                                |
| 현장이중시료  | 상대편차백분율 $\pm$ 20 % 이내                                       |

표 2. 유도결합플라스마-질량분석법에 의해 측정질량, 정량한계

| 금속종류  | 원소명 | 측정질량(m/z) <sup>2</sup>      | 정량한계(mg/L) |
|-------|-----|-----------------------------|------------|
| 구리(동) | Cu  | 63 <sup>1</sup>             | 0.001      |
| 납     | Pb  | 206 <sup>1</sup> , 207, 208 | 0.001      |
| 망간    | Mn  | 55 <sup>1</sup>             | 0.0005     |
| 붕소    | B   | 11 <sup>1</sup>             | 0.001      |
| 비소    | As  | 75 <sup>1</sup>             | 0.001      |
| 셀레늄   | Se  | 82 <sup>1</sup> , 77        | 0.001      |
| 수은    | Hg  | 202 <sup>1</sup>            | 0.0005     |
| 아연    | Zn  | 66 <sup>1</sup> , 67, 68    | 0.001      |
| 알루미늄  | Al  | 27 <sup>1</sup>             | 0.002      |
| 철     | Fe  | 54 <sup>1</sup>             | 0.003      |
| 카드뮴   | Cd  | 114 <sup>1</sup>            | 0.0005     |
| 크롬    | Cr  | 52 <sup>1</sup>             | 0.001      |
| 우라늄   | U   | 238 <sup>1</sup> , 235      | 0.0001     |

<sup>1</sup> 우선선택이온

<sup>2</sup> 정량한계 목표값을 만족하는 다른 측정질량을 사용할 수 있다.

표 3. 유도결합플라스마-질량분석법의 작동조건 (예)

| 설정 인자                             | 설정값             |
|-----------------------------------|-----------------|
| 플라스마유속 (plasma flow)              | 16.5 L/min      |
| 플라스마전력 (plasma forward power)     | 1.35 kW         |
| 보조기체유속 (auxiliary flow)           | 0.6 L/min       |
| 분사유속 (nebulizer flow)             | 0.78 L/min      |
| 용액 흡수유속 (solution uptake rate)    | 0.6 mL/min      |
| 분사방온도 (spray chamber temperature) | 15 °C           |
| 검출기모드 (detector mode)             | Pulse           |
| 반복적분수 (replicate integrations)    | 5               |
| 질량범위 (mass range)                 | 8 amu - 240 amu |
| 체류시간 (dwell time)                 | 320 us          |
| 스캔수 (number of scan sweeps)       | 85              |