

## 대기중의 중금속 분석을 위한 여지의 전처리 방법에 관한 연구

김광래, 이상철, 어수미, 김민영, 신재영, 이재영\*

### The Study on Pre-treatment Method of Filter for Analysing the Heavy Metals in Air Quality

Kwang-Rae Kim, Sang-Chil Lee, Soo-Mi Eo, Min-Young Kim,  
Jae-Young Shin and Jai-Young Lee

서울시보건환경연구원 연구기획팀, \*서울시립대학교 환경공학부

Seoul Metropolitan Government Research Institute of Public Health and Environment

\*Department of Environmental Engineering, University of Seoul

### ABSTRACT

This study was carried out to establish the standardized analysis method in order to decide accurate concentrations of hazardous metals in the air. Acid decomposition method used usually was compared to microwave digestion method.

Comparing results of tested background concentration in blank filter, we found that the magnitude of element concentration was Na, Ca, K, Mg, Al and Ba by order. The element concentrations of Glass fiber filter were higher than those of Quartz fiber filter, and the number of undetected components in Glass fiber filter was lower than that in Quartz fiber filter. Thus it is supposed that the concentration of background elements in Glass fiber filter was higher than those in Quartz fiber filter

The extraction rate of microwave digestion method was superior to those of acid decomposition method during the test of blank filter as well as SRM of NIST. In case of the SRM of NIST, the average extraction efficiency of acid decomposition method and microwave pretreatment is 53.8~82.7%, 81.3~97.1%, respectively. This result might be caused by the closed system of Microwave, which make outflow and loss of components less. Also microwave digestion method has other merits such as the minimization of time, reagents, and contamination.

Furthermore, if the extraction condition, extraction time and used acids are optimized, the better results will be represented.

### I. 연구배경 및 목적

중금속 및 유해원소의 정확한 농도를 파악하기 위해서는 객관적으로 인정받을 수 있는 표준화된 분석법의 확립은 매우 중요한 일이며, 어떤 분석 장비를 사용하더라도 채취된 분

진의 조성 분석 결과는 서로 신뢰성 범위 안에서 존재하여야 하는 것이 대기 환경 연구를 위한 필수적인 첫단계라 아니 할 수 없다. 특히 대기분진은 자연적이고 인위적인 발생에 의한 다양한 원소들을 함유하고 있기 때문에 일반적으로 사용되고 있는 산분해법과 Microwave를 이용한 전처리를 통하여 이를 상호 비교하고 대기질 및 미량 유해물질에 대한 위해성 평가를 위한 연구의 기초자료를 제공하고자 연구하였다.

## II. 연구 방법

본 연구에 사용된 Microwave 장치는 CEM corporation의 제품을 이용하였다. 또한 모든 초차는 문헌에 권고된 방법으로 세척하고 관리하여 사용하였다. 사용된 시약중의 질산과 염산은 Electronic Grade(동우화인켐(주)), 과산화수소수는 Guaranteed Reagent(Fluka)을 사용하였다. 또한 표준용액 조제는 1000ppm 농도의 원자발광용(Inorganic Ventures, Inc) 표준용액을 사용하였다. 표준용액의 조제시나 전처리시에 사용된 증류수는 비저항값이  $18\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$  이상인 초순수를 사용하였다. 여지는 High volume air sampler에 사용되는  $8'' \times 10''$  크기의 W사의 Glass fiber filter와 G사의 Quartz fiber filter를 사용하였다.

### 2.1 질산-과산화수소수 용출법

Glass fiber filter, Quartz fiber filter를 5등분하여 100ml glass Beaker 5개에 각각을 세절하여 넣고 질산(1+1) 30ml와 과산화수소 5ml를 가한 후 시계접시를 덮어 hot plate 위에서 2시간동안 온화 가열한다. 냉각 후 증류수 10~15ml로 시계접시를 세척하고 No 5C 여과지로 여과하고 여과잔류물은 질산(1+1) 20ml를 넣고 10분간 가열한다. 가열한 여액을 방냉 후에 전의 No 5C 여과지로 사용하여 여과하고 따뜻한 증류수로 세척한다. 여과 액은 hot plate에서 거의 날려보내고 질산(2+98)을 가하여 25ml로 하였다.

### 2.2 Microwave를 이용한 질산-염산 용출법

Glass fiber filter, Quartz fiber filter를 5등분하여 100ml Vessel에 각각을 세절하여 넣고 왕수(질산:염산=1:3)10ml, 증류수 30ml를 가한 후 315W, 504W, 630W에서 20분씩 Microwave로 분해시켰다. No 5C 여과지로 여과하고 따뜻한 증류수로 세척한다. 여과 액은 hot plate에서 거의 날려보낸 다음 질산(2+98)을 가하여 25ml로 하였다.

### 2.3 원소 분석

전처리에 의해 처리된 시료 각각을 ICP Spectrometer(Optima-2000, Perkin Elmer)로 분석하였다.

## III. 결과 및 고찰

### 3. 1 공여지 중의 Glass fiber filter, Quartz fiber filter의 배경농도 비교

공 여지 중(Glass fiber filter, Quartz fiber filter)에 20%를 각 방법으로 전처리하여 ICP-AES로 Al을 비롯한 19개 원소를 분석하였다. Glass fiber filter보다는 Quartz fiber filter가 Al을 비롯한 다른 원소들의 농도가 훨씬 낮게 나타났으며, 검출되지 않은 원소의 수도 더 많았다. 이는 Glass fiber filter가 Quartz fiber filter보다 높은 바탕 농도의 원소들을 포함시키고 있다는 것을 알 수 있다. Compendium Method IO-3.1에 따르면 여지는 분석대상 물질이 고농도로 함유되어 있어서는 안 된다고 기술하고 있다. 따라서 Glass fiber filter로 대기중의 분진을 포집하여 목적 성분을 분석하기에는 적합하지 않다고 판단된다. 이는 또한 Federal register에서 PM<sub>10</sub> 여과지의 단위 그램 당 염기도가 25ueq이하의 것을 사용하도록 하는데 서영화(1999)등이 언급한 여지의 선택에서도 금속성, 비금속성의 원소와 이온성 입자의 농도를 측정하기 위해서는 Glass fiber filter의 바탕농도의 값이 높아서 석영섬유나 셀룰로즈, 테프론 여과지가 적당하다는 보고와 일치하였으며, Quartz fiber filter는 Glass fiber filter보다 바탕농도의 값이 적다는 결과와도 일치하였다.

### 3. 2 전처리 방법들간의 농도 비교

Glass fiber filter 분석한 결과와 Quartz fiber filter를 분석한 결과 모두 산분해 방법으로 전처리하여 분석한 원소들의 농도보다 Microwave를 이용한 분해 방법으로 전처리한 원소들의 농도가 높았다. 또한 NIST(National Institute of Standard & Technology)의 SRM (Standard Reference Material-urban particulate matter1648)을 일정량 취해 산분해 방법과 Microwave방법으로 전처리하여 분석하였다. 외부표준법을 정량방법으로 이용한 방법에서 산분해 방법으로 전처리한 시료는 53.8%~82.7%의 추출율과 0.005~9.265의 표준오차(SD)값을 얻었다. Microwave를 이용하여 전처리한 시료는 81.3%~97.1%의 추출율과 0.003~18.112의 표준오차(SD)를 나타냈다. 확실히 일반적인 산분해방법보다 Microwave를 이용한 분해가 훨씬 추출효율이 좋을 수 있다. Microwave를 이용한 분해는 Closed system이므로 산의 증발이 없고, 산의 세기가 저하되지 않고 휘발성 원소의 손실과 산류의 증기가 밖으로 유출되지 않으므로 이와 같은 결과가 나타나지 않았나 판단된다. 또한 경제적, 시간적인 측면에서 고려해 볼 때 추출시 Microwave를 이용한 분해는 질산 2.5ml와 염산 7.5ml, 산분해 방법에는 질산 25ml와 과산화수소수 5ml로 산을 더 적게 사용하며, 추출시간도 1hr : 2hr로 두 배 단축시킬 뿐만 아니라 농축시간도 단축시킬 수 있는 장점을 가지고 있다. 전반적으로 Microwave를 이용한 분해는 산분해 방법보다 추출의 효율과 시간적·경제적으로 더 좋은 결과를 얻을 수 있다고 판단된다.

Microwave를 이용한 분해 방법만 농축과정에서 투명한 결정이 생성되었다. 이 투명한 결정을 분석한 결과 Si를 비롯한 여러 원소들이 검출되었다. Si가 99.527%가 함유된 것으로 나타났다. 이는 결정이 거의 Si로 이루어져 있음을 판단 할 수 있고, 이같은 결과는 Microwave를 이용한 분해가 높은 압력을 이용하므로 끓는점이 상승되어 여지중의 Si가 용해, 산화되어 결정 형태로 나타났다고는 추정되지만 좀 더 연구가 필요하다고 판단된다.

#### IV. 결 론

본 실험은 중금속 및 유해원소의 정확한 농도를 파악하기 위해서는 객관적으로 인정받을 수 있는 표준화된 분석법의 확립은 위하여 일반적으로 사용되고 있는 산분해법과 Microwave를 이용한 전처리를 통하여 이를 상호 비교하고 대기질 평가 및 미량 유해물질에 대한 위해성 평가를 위한 연구의 기초를 제공하고자 연구하였다.

공여지의 배경농도를 서로 비교 분석 실험에서는 Na, Ca, K, Mg, Al, Ba 등의 순으로 농도가 높게 나타났다. 또한 Glass fiber filter보다는 Quartz fiber filter가 Al, Ba, Ca, K, Mg, Na 을 비롯한 다른 원소들의 농도가 훨씬 낮게 나타났으며, 검출되지 않은 원소의 수도 더 많았다. 이는 Glass fiber filter가 Quartz fiber filter보다 높은 바탕 농도의 원소들을 포함시키고 있다는 것을 알 수 있었다.

산분해 방법과 Microwave를 이용한 분해 방법으로 공여지를 전처리한 시료의 분석 결과에서는 Microwave를 이용한 분해 방법이 산분해 방법으로 전처리한 시료보다 추출효율이 더 좋다고 판단된다. NIST의 SRM을 산분해 방법과 Microwave를 이용하여 전처리한 시료의 분석한 결과에서도 산분해 방법으로 전처리한 시료는 평균 추출효율이 53.8%~82.7%, Microwave를 이용하여 전처리한 시료의 평균 추출효율이 81.3%~97.1%로 일반적인 산분해 방법보다 Microwave를 이용한 분해가 훨씬 추출효율이 좋음을 알 수 있다. Microwave를 이용한 분해는 Closed system이므로 산의 증발이 없고, 산의 세기가 저하되지 않고 휘발성 원소의 손실과 산류의 증기가 밖으로 유출되지 않으므로 이와 같은 결과가 나타났다고 판단되며, 또한 경제적, 시간적인 측면에서 고려해 볼 때 추출시 Microwave를 이용한 분해는 질산 2.5ml와 염산 7.5ml, 산분해 방법에는 질산 25ml와 과산화수소수 5ml로 산을 더 적게 사용하며, 추출시간도 1hr : 2hr로 두배 단축시킬 뿐만 아니라 농축시간도 단축시킬 수 있으며, 주위의 환경으로 야기될 수 있는 오염으로부터도 최소화 시킬수 있다는 장점을 얻을 수 있었다.