

4D2) 대기입자중 미량원소의 중성자방사화분석과 유도결합플라즈마분광법의 비교평가 A Comparative Assessment of INAA and ICP-MS for the Analysis of Airborne Trace Elements

이현석·임종명·장미숙·이진홍·문종화·정용삼*
충남대학교 환경공학과, 한국원자력연구소*

1. 서론

유해 대기오염물질에 대한 수용 모델링을 위해 대규모의 분진시료에 대한 분석이 필수적이거나 현재로서는 미미한 실정이다. 대규모의 분진시료를 대상으로 미량금속을 분석하기 위해 기존 국내 연구에서 사용된 XRF, ICP-AES, PIXE 분석법 대신 검출 한계가 매우 낮고 재현성이 뛰어난 중성자 방사화 분석법(INAA)과 플라즈마 분광법(ICP-MS)을 이용하여 대기오염분야에의 적용성을 평가하는 것은 매우 유용한 연구일 것으로 판단된다. 본 연구는 대전 1,2공단 지역에서 2년간 월 4회씩 채취한 대기분진시료를 중성자방사화분석법(INAA, Instrumental Neutron Activation Analysis)과 유도결합플라즈마분광법(ICP-MS, Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry)을 이용하여 분석하고 두 분석법간의 농도 결과를 비교 평가 하였다.

2. 연구방법

2.1 시료의 채취

대전 1,2공단에 위치한 대화동 동사무소 건물 옥상(지상 약 6.5m)에서 PM10 대량공기채취기(Sierra Andersen : SAUH-10H Model)를 이용하여 2000년 4월부터 2001년 11월까지 월4회, 24시간씩 총 94개의 시료를 채취하였다. 여지는 기계적 강도가 좋고 바탕농도가 작은Whatman No.41(Cellulose, 8"×10")을 사용하였으며 운전유량을 약 0.8m³/min으로 하여 시료당 공기량이 약 1,150m³이 되도록 유지하였다. 대량공기채취기의 유량은 기록지를 이용하여 시료 채취 시작부터 종료까지 연속적으로 유량을 측정하여 환산하고, 500시간 경과 후 motor brush를 교환할 때 마다 orifice calibrator (GMW-25)를 이용하여 유속을 보정하였다.

2.2 INAA

채취된 시료의 원소분석을 위해 한국원자력연구소의 연구용원자로(HANARO)에 설치된 공압이송조사공(PTS)을 사용하여 조사(Φ_{th} : 2.81×10^{13} n/cm².sec)하였다. 조사된 시료의 방사능계측에는 고순도 게르마늄 반도체 검출기(EG&G ORTEC, 25% relative efficiency, 1.85 keV FWHM at 1332 keV ⁶⁰Co, Peak to Compton ratio: 45 to 1)와 16K Multichannel Analyzer(Gammar Vision, EG&G, ORTEC)를 사용하였다. 계측된 데이터로부터 원소의 농도를 계산하기 위하여 Labview로 작성한 중성자방사화분석용 함량 계산프로그램을 사용하였다.

2.3 ICP-MS

채취된 시료를 1/10으로 절취하여 혼합산(질산:과염소산=4:1) 5ml을 가하고 충남대학교 공동실습관이 보유하고 있는 마이크로파 시료용해장치(MLS-MEGA Model)를 이용하여 산분해하였다. 산분해한 시료를 식힌 후 1% 질산용액으로 씻어 적당량 (본 연구에서는 50g)으로 맞추고 ICP-MS(Perkins Elmer ELAN-6000)를 이용하여 22종의 중금속 성분을 분석한 후 대기중 농도로 환산하였다.

3. 결과 및 고찰

ICP-MS로 분석된 원소의 농도는 선별과정을 통해 많은 수의 자료가 유실되었는데, 그중 가장 큰 제거율을 보인 As, Cr, V의 최종 자료수는 각각 8, 45, 6개로 분석바탕농도에 많은 영향을 받는 것으로

나타나 분석된 농도의 신뢰도가 낮은 것으로 판단된다. 이에 반해 INAA의 경우 As, Cr, Na, V의 남은 시료 수가 각각 93, 92, 94개로 분석 감도가 매우 우수함을 나타내었다. 그러나 INAA의 경우 Ca의 최종자료수가 72개로 다른 원소에 비해 분석감도가 좋지 않은 것으로 나타났다.

ICP-MS 분석에 의한 농도값과 INAA 분석에 의한 농도값의 비가 As, V에 대해 각각 2.76, 1.83을 나타내나 ICP-MS에 의한 분석값이 크게 나타났고, Se, Ti, Zn는 0.56, 0.63, 0.71로 작게 나타났지만, 나머지 금속들에 대해서는 0.85-1.26으로 큰 차이를 보이지 않은 것으로 나타났다. ICP-MS 분석시 As, Se, Ti, V, Zn는 가열에 따른 농도 손실이 큰 대표적인 금속으로 ICP-MS 분석이 적합치 않은데 As, V은 스크리닝후 남은 자료가 10% 미만으로 농도값의 신뢰도가 좋지 않아 큰 값을 나타낸 것으로 판단된다. Se, Ti, Zn에 대해 ICP-MS 분석에 의한 농도값이 INAA 분석에 의한 농도값 보다 낮게 나타난 것은 ICP-MS 분석시 가열에 따른 농도 손실에 기인한 것으로 판단된다.

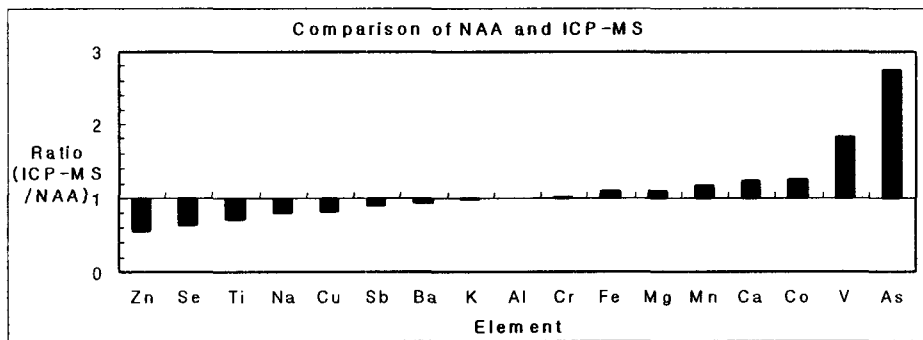


Fig. 1. Ratio of elements concentration between NAA and ICP-MS

참고 문헌

- Alian, A. and Sansoni, B. (1985) A Review on Activation Analysis of Airborne Particulate Matter, J. Radioanal. and Nucl. Chem., Articles, 89, 191.
- 정용삼 등 (1997) 방사화분석 이용연구, KAERI/RR/-1745/96.
- Landsberger, S. and Creatchman, M. (1999) *Elemental Analysis of Airborne Particles*, Gordon and Breach Science Publishers, U.S.A., 323 pp.
- Miller, J.C. and Miller, J.N. (1993) *Statistics for Analytical Chemistry*, 3rd Ed., Ellis Horwood, New York, 233 pp.