

**PB14) SEM-EDX법을 이용한 개별입자의 형상과  
화학적 조성 분석을 통한 발생원 추정에 관한 연구**  
**A Study on Identification of Source Using  
SEM-EDX by Analysis of shape and chemical  
composition in individual Particles**

염해진 · 전보경 · 최금찬  
동아대학교 환경공학과

**1. 서 론**

대기중에 존재하는 입자상물질은 광범위한 입경역에 걸쳐서 다종다양한 미량화합성분으로 구성되는 분산체이고, 그 성상은 공간적으로도 시간적으로도 크게 변동한다. 입자상 물질의 화학분석법은 발생원 동정을 위한 자료로 적합하며 일반적으로는 습식의 파괴적인 원소분석으로 하는 경우가 많다. 일반적으로 화학적 분석법은 개별입자의 정보가 무시되며 필터에 포집된 bulk 시료에 의한 분석이 진행되므로 장시간 포집에 의한 단시간의 시간변동과 개개의 입자가 가지는 정보가 무시되고 평균화 되어버린다. 따라서, 개개의 입자의 해석은 입경, 화학조성과 그 분포상태에 관계되는 분석법인 전자현미경과 에너지 분산형X 분석장치(SEM-EDX)에 의한 것이 일반적이다.

최근 국내에서 입자의 화학적 조성에 관한 연구에서 많이 사용하는 ICP-MS분석법은 산처리법과 같은 전처리가 필요한 파괴분석법으로서 Si와 Ca, Mg와 같은 조대입자의 영역의 분석에는 적합하지 않다. 반면에SEM/EDX와 같은 X선을 이용한 분석법은 peak가 높고 재현성이 좋아 조대입자의 영역에 적합하다.

입자의 전량 분석을 통한 발생원 추정에 관한 통계적인 연구는 많이 진행되어 왔으나 개별 입자에 대한 발생원 추정에 관한 연구는 미비한 실정이다.

본 연구는 SEM-EDX로 대기 중의 입자상 오염물질중의 개별입자 분석과 주변 오염원의 개별입자 분석을 병행 실시하여 개별입자의 형상과 화학적 조성의 분석을 통하여 발생원을 추정하고자 한다.

**2. 실험 방법**

**2. 1 시료포집**

시료의 채취는 2003년 3월 11일, 13일 부산지역에서 교통량이 많은 2 곳을 A와 B지점을 선정하여 샘플링하였다. 시료를 포집하기 위하여 PM<sub>10</sub> cyclone sampler(URG社 3 stage Filter Hoder)를 이용하였고, 포집여지는 SEM/EDX분석에 적합한 Nuclepore filter(47mm $\phi$ , pore size 0.4 $\mu$ m)를 사용하였으며 입자의 증착을 방지하기 위하여 흡인유량을 16.7 l/min으로 하여 4hr동안 포집하였다.

**2. 2 분석방법**

포집여지는 시료 포집 전후에 데시케이터에 48시간 동안 넣어 항량으로 한 후 임의로 10mm $\times$ 10mm로 잘라 carbon mount에 접착시켜 SEM/EDX분석에 적합한 시료로 준비한다. 각 분석 대상 시료에서 입경이 3 $\mu$ m 이상의 입자에 대해서 SEM의 시야를 바꾸면서 약 90개의 입자에 대해 같은 측정을 반복 하였다. 시료의 코팅은 두께 20nm로 Pt코팅으로 행하였고, working distance는 25mm, 가속전압 20keV, 배율은 SEM Image를 5,000배로 고정시켜서 입경분포를 관찰하였으며 EDX분석시는 3000배로 고정하여 분석하였다. 시료를 분석하기전에 대표적인 조성 data를 얻을 수 있는지의 판단을 여부를 위하여 입자의 균일성에 관한 검토를 실시했다. 분석대상 원소는 Na, Mg, Al, Si, P, S, Cl, K, Ca, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Ni, Co, Zn, Br, Pb등 총 19개 원소에 대해 실시하였다.

각 개별입자에 대해 분석한 data는 오염원에 대해 분석한 data와 비교 분석하기 위하여 입경별로 빈도수를 구하고 각 원소의 증량농도(%)를 구하였다.

### 3. 결과 및 고찰

SEM/EDX 분석결과 모든 시료에서 Na, Mg, Al, Si, Ca, Fe등의 원소가 검출되었다. 그 결과는 Table 1.과 Table 2.에 나타내었다. 특이한 사항은 A지점에서는 해염입자 성분인 Na와 Cl성분이 높게 나타났다. 이는 A지점이 바다에 인접해 있어 지역적 특성 때문이라고 사료된다. B지점은 Si 성분이 가장 높게 나타났다. 이는 주변에 건설현장으로 인하여 대기중에 부유하는 토양입자라고 사료된다.

Table 1. Analysis result of particles by SEM/EDX in A (%)

No.	Dp	Freq.	Na	Mg	Al	Si	S	Cl	K	Ca	Ti	V	Pb	Mn	Fe	Co	Cu	Zn	Br
1	3	10	14.03	1.16	3.24	10.95	1.85	13.83	1.25	2.05	0.05		0.25		0.96				
2	4	7	18.84	1.47	1.38	3.81	2.13	20.79	0.88	6.62			0.34		0.86				
3	5	8	20.78	2.34	1.37	4.24	1.33	27.94	0.67	2.07			0.52		1.31				
4	6	1													53.97				
5	7	3	2.50	0.89	8.47	23.44	0.24	0.22	2.65	1.75					1.28				
6	8	1	23.97	4.86		0.33	3.87	31.17	0.85	3.19									
7	9	2	3.16	1.18	1.26	12.07	0.88	3.37	0.49	1.51					20.51	0.18			
8	10	3	4.04	1.85	7.09	15.60	1.76	3.89	2.87	3.85	0.14				3.17			0.5	

Table 2. Analysis result of particles by SEM/EDX in B (%)

No.	Dp	Freq.	Na	Mg	Al	Si	S	Cl	K	Ca	Ti	V	Pb	Mn	Fe	Co	Cu	Zn	Br
1	3	5	0	7.32	5.33	8.93	0.66		0.72	2.64	3.69				1.47				
2	4	7	8.34	2.06	3.56	10.57	4.10	3.91	4.66	3.22	0.04				1.46		0.18	0.12	
3	5	12	3.62	3.73	5.0	13.50	1.07	1.75	0.99	3.10	2.73				2.60				
4	6	6	6.13	2.41	7.3	15.91	0.58	2.82	1.16	3.04					3.09				
5	7	8	8.22	1.63	6.45	11.31	2.55	3.58	0.93	2.48	0.07	7.1			1.71				
6	8	5	1.57	1.67	5.38	24.88	0.19		1.23	7.95					0.87				0.73
7	9	4	1.64	1.51	3.86	16.23	7.42	0.75	0.80	3.20					1.89				
8	10	6	4.10	0.62	8.46	20.25	1.61	2.59	2.25	5.08					2.23				0.62

### 참고 문헌

경희대학교, 2000, 황사의 오염원 분류표 개발을 위한 개별 입자분석

A. Aragon Pina 외, 2002, Scanning and transmission electron microscope of suspended lead-rich particles in the air of San Luis Potosi, Mexico, Atmospheric Environment, 36 5235-5243