

OE5) 환경 오염물질 분석용 생물 매질 표준물질의 균질성 및 단기안정성 시험평가

이수용·이장호·정다위·박기완·오정근

국립환경과학원 환경자원연구부 자연환경연구과 국가환경시료은행

1. 서론

표준물질(reference material)은 측정기기의 교정이나 측정방법의 평가 등에 사용하기 위하여 하나 이상의 특성값이 충분히 균일하고 적절하게 확정되어 있는 물질을 말한다(ISC, 2017). 국립환경과학원 국가환경시료은행에서는 모니터링 대상 시료종을 매질 표준물질로 자체 제작하는 방안을 수립하여 추진하게 되었다. 시료은행이 운영하고 있는 분쇄-균질화 설비와 절차는 일반적인 표준물질 제작 설비 및 공정과 유사하기 때문에 표준물질을 제작하기에 최적의 조건을 갖췄다고 할 수 있다. 본 발표에서는 팽이갈매기 알과 홍합, 잉어를 대상으로 총수은에 대한 후보 표준물질로서의 균질성 및 단기안정성 시험평가를 수행한 결과를 제시하였다.

2. 자료 및 방법

본 연구에서는 균질성 시험평가 분석항목으로 총수은을 선택하였다. 총수은 분석은 골드아말감법을 이용한 자동 수은분석기(Mercury Analyzer, MA 3000)를 사용하였다. 건조된 홍합 시료 약 0.05 g을 수은분석기 분석용 보트에 담아 기기에 주입하였고, 시료의 연소를 위하여 고순도 산소를 사용하였다. 기기 검출한계는 0.25 ng/g이었고, 정량한계는 0.80 ng/g이었다. 인증표준물질(Standard Reference Material 2976)을 사용하여 확인한 회수율은 92.8~104.4% 범위(n=20)이었다.

균질성은 병내 균질도와 병간 균질도를 동시에 평가하는데, 각 병에서 3번씩 분취하여 병내 균질도를 평가하고, 10개 병 간의 균질도도 평가하였다. 균질성의 판단은 일원배치 분산분석(one-way ANOVA)의 통계적인 차이 유무로 판단하였다(ISC, 2005). 또한 병간 농도값의 변동정도를 판단하기 위해 변동계수(coefficient of variation)인 상대표준편차(표준편차/평균 × 100, %)를 구하여 검토하였다. 안정성은 12주간(총 5회: 0주, 1주, 2주, 6주, 12주)의 단기안정성을 엑셀의 회귀분석을 활용하여 검토하였다.

3. 결과 및 고찰

총수은 분석결과를 일원배치 분산분석으로 균질성을 평가한 결과, 잉어 시료는 신뢰수준 95% 기준으로 F비(병간 분산과 병내 분산의 비율)가 0.8로 F기각치(4.41) 보다 작았고, 유의수준 p값은 0.37로 병간, 병내의 농도차이가 통계적으로 없는 것으로 나타나 초저온 분쇄공정에 의한 균질화가 달성되었고, 상대표준편차는 2.28%로 분석 물질의 농도가 낮은 상태에서 균질화를 달성한 것으로 평가되었다. 홍합 시료는 신뢰수준 95% 기준으로 F비가 0.74로 F기각치(2.39) 보다 작았고, 유의수준 p값은 0.67로 병간, 병내의 농도차이가 통계적으로 없는 것으로 나타나 초저온 분쇄공정에 의한 균질화가 달성된 것으로 판단되었다. 팽이갈매기 알 시료 또한 신뢰수준 95% 기준으로 F비가 1.96으로 F기각치(2.39) 보다 작았고, 유의수준 p값은 0.1로 병간, 병내의 농도차이가 통계적으로 없는 것으로 나타나 균질성이 있는 것으로 판단되었다.

12주간의 단기안정성을 평가한 결과, 잉어 시료는 신뢰수준 95% 기준(p=0.05)으로 p값이 0.18로서 귀무가설을 기각할 수 없으므로 시간에 따른 시료의 농도변화가 없는 것으로 나타났다.

4. 참고문헌

- ISC (Industrial Standard Council), 2005, Certification of reference materials - general and statistical principles, KS A ISO Guide 35:2005, Korean Agency for Technology and Standards, Chungcheongbuk-do.
- ISC (Industrial Standard Council), 2017, Reference materials - selected terms and definitions, KS A ISO Guide 30:2015, Korean Agency for Technology and Standards, Chungcheongbuk-do.