

〈解 說〉

標準基準物(SRM)의 普及

金 在 官*

1. 序 言

高度로 工業化된 社會의 發展과 繁榮은 商品의 大量 生産에 그 바탕을 두고 있다. 그러나 嚴格히 品質管理를 하지 않거나 大量生産이란 材料와 勞動力의 過度한 浪費일 뿐이며, 나아가서는 그 社會 經濟體系의 深刻한 非能率化를 招來하게 된다. 品質管理란 測定의 兩立性(Compatibility in measurement)과 部品의 互換性(interchangeability)을 增進하고, 機器性能의 嚴格한 判斷基準의 確立 및 原資材를 包含하여 廣範圍한 分野에 걸친 材料의 組成 調節 等を 意味한다.

効率의 이고도 有用한 品質管理의 關鍵은 意味있는 測定(meaningful measurement)에 있다. 測定이란 어떤 物質의 特定 特性에 數値를 주는 過程이며, 이 數値를 주는 技法을 測定操作(measuring process)이라고 한다. 測定을 하여 얻은 數値는 國際單位系(SI)와 같이 公認된 單位로 表示되어야 한다. 따라서 測定操作을 通하여 物質의 어떤 特性에 公認된 單位系로 表示된 數値가 주어질 수 있게 되는 것이다. 어떤 物性에 數値를 주는 過程, 即 測定이 意味가 있기 위해서는 다음 두가지 條件을 滿足시켜야 한다.

1) 精密度(Precision)—같은 곳에서건, 다른 곳에서건 어떤 物性을 反復하여 測定하였을 때, 그 測定值는 本質의으로 同一하여야 한다.

2) 正確度(Accuracy)—어떤 測定操作에 依하여 얻은 物性值는 다른 測定方法으로 얻은 값과 本質의으로 참값에 一致하여야 하며, 더우기 이것은 試料가 어떤 것이건(lots, Sub-lots, Sub-sample, etc) 關係없이 成立하여야 한다.

科學技術分野나 産業分野에 있어서 意味있는 測定을 可能하게 하고, 따라서 品質管理를 可能하게 하는 主要한 方便이 바로 이 標準基準物 即 SRM (Standard

Reference Material)이다.

美國 商務省 國立 標準局(NBS-National Bureau of Standards)에서는 SRM을 “測定系(measurement system)를 補正하기 爲한 目的으로 만들어진, 特性이 잘 定義된 物質”¹⁾로 簡單히 定義하고 있다. SRM이란 有形物質이므로 需要者에게 容易하게 傳達되어, 需要者의 測定操作이나 計測機器를 現地에서 直接 較正할 수가 있다. 따라서 測定裝備를 較正할 目的으로 中央標準研究機關까지 輸送할 必要가 없게 되며, 더불어 經費와 時間을 節約할 수 있게 되고, 輸送途中에 生길수 있는 機械의 損傷이라든가 其他의 損害를 最少로 할 수가 있다. 이 現地 較正이야말로 멀리 떨어진 工場이나, 研究所, 商品이나 原資材의 生産者나 消費者等에게 다 같이 利得을 주게 되며, 이것이 곧 SRM을 使用함으로써 얻을 수 있는 重要한 利得中的의 하나라 하겠다. 더우기 SRM의 特性은 技術的인 面에서 信賴度가 높고 不偏不黨한 國家標準機關에서 測定하고 檢定하는 까닭에 이들 SRM은 國內나 國際的으로 測定操作이나 相互較正을 借憑性있게 할 수 있게 하는 一次標準으로서 認定이 되고 있다.

SRM의 歷史를 簡單히 살펴 보면, 美國이 그 嚆矢로서 SRM이 最初로 製造·供給된 것은 NBS가 發足된 直後인 1905년이였다. 처음으로 나온 SRM은 美國內에서 生産되던 鑄物用 鐵의 品質을 管理하기 爲하여 工場 實驗室에서 使用된 鑄鐵 標準試料 4個였다. 名稱도 처음에는 標準試料(Standard Sample)였었는데, 後에 標準基準物(Standard Reference Material)로 부르게 되었다. 재밌는 것은 最初로 만들어진 이들 鑄鐵 標準基準物 中 하나는 아직까지도 使用되고 있다는 것이다. 지난 70年 동안 NBS는 열두 번이나 그 SRM을 만들었던 本來의 材料를 새 것으로 代置해야만 했다. 最初에 그 보잘것 없이 始作하였던 SRM이 70年代에 이르러는 無慮 1,000餘種以上으로 늘어났으며²⁾, 앞으로도 繼續 늘어날 것이다. 그림 1은 年代別 SRM 增加 趨勢를 보이

*正會員, 韓國標準研究所

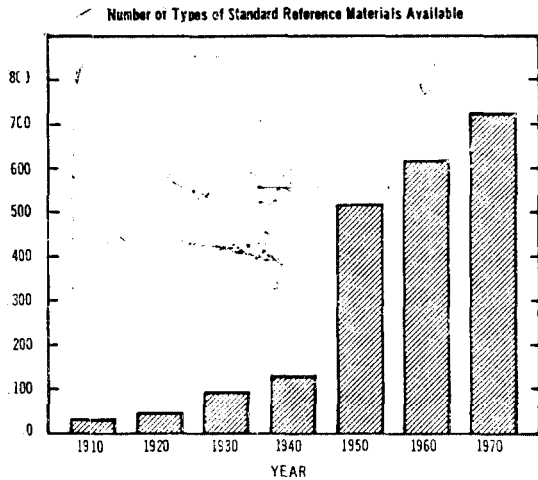


Fig. 1.

Some Major U.S. Industries Using NBS SRM's (1970)

Industry	SRM Types Available	Units Sold
Iron and Steel	179	12,246
Rubber	19	2,233
Ores, Ceramics	24	1,105
Non-ferrous metals	98	2,511
Clinical laboratories	5	548
Nuclear (power)	21	1,050
Paper (tear and fading)	5	385
Cements	6	920
Metallo-organics (transportation)	26	1,864
Primary Chemicals (chemical industry; science)	12	2,534

Fig. 2

는 그림이다. 지난 해에는 120萬弗에 達하는 SRM 33,000餘個가 13,000餘 工場, 大學 또는 個人에게로 팔렸으며, 이들 中 約 30%는 美國外로 팔렸다. 美國에서는 現在 몇 個의 主要한 産業이 數百億弗에 이르는 生産工程에 品質管理를 이 SRM에 依存하고 있다. 그림 2는 1970년에 SRM을 品質管理에 使用한 主要한 産業을 간추려 본 것이다.¹⁾

本稿에서는 SRM 全般에 關한 概略的인 紹介와 아울러 韓國標準研究所의 SRM-program을 紹介하고자 한다. 부연해 둘 것은 SRM이 美國 NBS에서 始作이 되고 또 가장 發達이 되어 있느니만큼 美 NBS-SRM을 根據로 하여 SRM을 說明한다는 點이다.

2. 標準基準物の 定義와 用途

序論에서 우리는 SRM에 關한 概略的인 紹介를 하였다. 그러면 이 SRM은 무엇을 하는데 使用하는가 그 用途를 알기 爲하여, 우리는 먼저 SRM을 正確하게 定義를 하고 넘어가야 할 必要가 있다. 序論에서 SRM이란 “測定系(measurement system)를 補正(calibration)하기 爲한 目的으로 만들어진, 特性이 잘 定義된 物質”이라고만 簡單히 定義하였다. 原來가 SRM이란 化學分析學者들에게 特性이 잘 定義된 物質—SRM과, 分析結果—檢定値를 提供함으로써 實驗室 안에서 그들의 모든 測定系를 檢査하고 校正할 수 있도록 하기 爲하여 만들어진 것으로서, 이로 말미암아 測定裝備를 檢·校正하기 爲하여 中央標準研究機關으로 가지고 가야 하는 必要를 덜고, 檢·校正員들이 現場까지 가야하는 不便을 덜게 되었다. 그러면 이 SRM의 正確한 定義는 무엇인가? 美 標準局(NBS)에서는 이렇게 公式的인 定義를 내리고 있다.²⁾

SRM이란?

1) 分析(analysis) 또는 試驗(test)을 하는데 있어서 正確·精密하다고 證明된 方法 即 基準方法(reference method)을 開發할 수 있게 하고,

2) 商品去來의 便宜 圖謀, 品質管理, 機器의 性能特性의 決定等を 爲하여 測定系를 補正하고,

3) 長期的으로 妥當하고, 完全無缺하게 品質管理를 하기 爲한 目的으로 만들어진,

物質이 잘 定義되고 檢定된 物質(well-characterized and certified materials)이다. 이것으로서 科學技術의 發展과 商品의 圓滑한 生産 및 供給을 爲하여 意味있는 測定과 測定の 兩立性(compatibility and meaningfulness of measurement)을 確保하게 된다.

이 定義로부터 우리는 SRM의 根本的인 세가지의 可用性이 있음을 알 수가 있다. 첫째, SRM은 未知의 試料를 分析하고자 할 때, 未知의 試料와 同時에 分析함으로써 分析値의 信賴度를 期할 수 있는 調節物(control material)로 使用할 수가 있고, 둘째 모든 測定方法이나 手段을 補正할 수 있는 補正物(calibration material)

로 사용할 수가 있으며, 셋째 새로운 測定方法이나 計測機器를 開發하는데 必要한 化學的 組成이나 物理的 特性이 이미 알려진 既知物(known material)로 사용할 수가 있다. 모든 境遇에 SRM은 分析者 또는 測定者가 얻어야 하는 正確한 分析值 또는 測定值를 提供하므로써 測定者는 自己의 全 測定系를 嚴密히 試驗해 볼 수 있는 手段을 갖게 되는 것이다.

序論에서 잠깐 言及했듯이 SRM의 歷史는 鑄鐵標準試料 4個로 始作되었다. 이 金屬標準物은 1900年代 膨脹하는 美國內 鐵鋼工業에서의 需要를 充足시키기 爲하여 NBS가 繼續하여 製造·供給하게 되었다. 當時에 쓰인 分析方法에 適用되던 이들 初期의 標準物은 典型的인 調節物로서의 SRM이었다. 調節物로서의 SRM은 測定方法에 無關係하게 未知試料과 同時에 測定하게 된다. SRM을 測定하여 얻은 測定值가 檢定書에 明示된 限界內에서 檢定值와 一致할 때 그 測定方法은 “調節”이 된 것이며, 따라서 이方法에 依한 未知試料의 測定值는 信憑性이 있게 된다. SRM이 調節物로 使用될 境遇, 測定에는 物質의 母相(matrix)으로 因한 誤差가 생기므로 母相의 影響을 避하기 爲하여 調節物로서의 SRM이나 未知試料는 類似한 組成을 가져야 할 뿐만 아니라 未知試料의 均質性, SRM이나 未知試料의 크기, 測定值와 SRM의 檢定值가 一致했다고 할 만한 範圍(limit of uncertainty)等도 아울러 考慮되어야 한다. 어떠한 測定에서나 試料의 크기는 物質의 均質性과 測定方法에 따라 定해진다. NBS-SRM의 境遇에는 SRM을 使用하는 特別한 測定方法에 要求되는 試料 크기에 對하여, 物質이 워낙이나 均質하므로 試料의 크기를 따로 定할 必要가 없으나, 物質의 均質性이 問題가 되는 SRM의 境遇에는 試料 크기의 最小值가 檢定書에 明示되어 있다.

補正用 SRM은 1940年代 初에 發光分光法으로 金屬의 含有量을 알기 爲하여 檢量線을 얻는데 처음으로 使用되었다. 發光分光法에서 檢量線을 얻는 方法은 組成이 비슷한 여러 個의 SRM을 同一한 測定條件에서 發光·分光 시킨 다음 寫眞乾板에서 各 元素에 特有한 分光線의 黑化度와 SRM에 含有된 元素의 量과의 關係曲線을 얻는 것이다. 檢量線의 模樣은 母相의 組成이라든가 試料의 金屬學的인 條件等 母相에 依하여 影響을 받는다는 것이 實驗의 結果로 알려져 있다. SRM을 測定하여 그러한 檢量線을 얻는 것도 最初의 調節用 SRM이 그랬듯이 鐵鋼工業으로 부터 비롯되었다. 補正用 SRM의 必要性은 두 가지가 있는데, 하나는 測定值를 標準化하기 爲해서 이고, 두번째는 試料를 正確하게 測定하는

데 드는 時間을 줄여서 生産工程 中에 迅速히 (3~5分內에) 測定하게 하기 위함이다. 오늘날 尙大한 科學技術分野에 수많은 計測機器를 널리 使用하고 있고, 따라서 機器의 補正에 이 補正用 SRM을 使用한다는 것은 時間的으로나 經濟的으로 많은 惠澤을 주고 있다.

補正曲線(calibration curve)을 얻기 爲하여 補正用 SRM을 使用하는데는 여러가지 方法이 있을 수 있는데 普通 다음과 같은 問題들을 考慮해야 한다.

a) 母相(Matrix)—補正曲線을 얻기 爲하여 使用하는 SRM과 試料는 母相의 影響에 對하여 同一한 機械的 反應(instrumental response)을 보여야 한다. SRM 使用者는 어떠한 母相干涉現象이 있을 수 있으며, 어느 程度까지 干涉하는가를 알아야 한다.

b) 補正曲線—可能하다면 補正曲線은 未知試料의 값이 補正曲線에 內插될 수 있게 두 個 以上의 SRM을 使用해야 한다. 한 個의 SRM으로 補正曲線을 얻어서 補正에 使用한다는 것은, 그것이 理論의 結果로 證明이 되어 있지 않는 限 信憑性이 있을 수 없다. 補正曲線에 外插을 하여 測定值를 補正하는 것도 結論을 誤導할 危險이 있다.

c) 物理的 條件(physical condition)—SRM과 未知試料의 物理的 條件이 같아야 한다. 例를 들면 X線 螢光 分光分析에서 同一한 機械反應을 얻기 爲해서는 같은 表面條件을 가져야 한다.

SRM의 세번째 用途는 새로운 測定方法이나 測定機器를 開發하는데 使用하는 것이다. 이렇게 使用하는 SMR은 特定物性을 正確하게 測定하기 爲해서가 아니라, 含有量이 알려진 여러가지 元素를 가지고 있는 共通된 母相物質을 提供한다는 點에 그 意義가 있다. 그 한 例로 이미 만들어져 있던 칼슘의 臨床 SRM-Calcium Carbonate(NBS-SRM 915)—을 既知物로 하여 血清속 에 들어 있는 칼슘을 測定해 내는 基準方法(reference method)을 아주 容易하게 開發할 수가 있었다. 現在 美國 NBS에서는 이러한 目的으로 몇몇 分野에서 SMR을 만들고 있는데 例를 들면 果樹園에 極微量으로 들어 있는 元素라든가, 유리 속에 들어있는 極微量의 元素들을 測定할 수 있는 既知物로서의 SRM이다. 이들 SRM은 여러 가지의 元素를 極微量 包含하고 있는데 前者는 生化學 試料과 같이 植物學的인 母相을 가지고 있고, 後者는 地質學이나 鑛物學에서 많이 쓰이는 試料과 類似한 硅化物 母相을 가지고 있다. 또한 NBS에서는 새로운 測定方法을 開發하거나 物理的 特性을 測定하는데 必要한 高純度의 物質을 만들기 위하여 많은 勞力을 하고 있다.

이런 SRM은 여러가지 다른 方法으로 成分 元素들을 分析해 봄으로써 있을 수 있는 母相의 影響이 判明되어 있다. SRM을 이렇게 檢定해 놓고 보면 여러가지의 測定方法을 比較해 보는데도 無限한 價値가 있다. 어떠한 SRM이라도 測定上 特殊한 必要에 依하여 만들어지지만 일단 SRM이 만들어지고 組成, 均質性, 物理的 條件等이 充分히 알려져면, 그것은 다른 測定에도 有用하게 使用할 수가 있는 것이다.

3. SRM의 製造와 檢定

美國의 境遇 NBS-SRM 計劃은 產學協同으로 非營利的으로 遂行되고 있다. 1971년에 이 SRM計劃에 든 直接的인 原價는 184萬弗이었지만 產業界의 共同研究를 뒷받침하는 데에는 無慮 이 額數의 倍가 所要되었다.

SRM을 製造하고 檢定하는 過程을 論議하기 前에 먼저 SRM이 갖추어야 할 몇가지의 一般的인 要求條件을 論議하는 것이 妥當한 것이다. 그 要求條件이란

1) 物質 全部分의 測定되고 檢定되어야 할 固有 物性이 本質적으로 同一하여야 하므로 SRM은 高度의 均質性(homogeneity)을 가져야 하고,

2) SRM이 使用目的에 맞게 關聯 特性들이 充分한 正 確도와 精密度로 測定되어야 하며,

3) SRM과 함께 發行되는 檢定書(certificate)에는 檢定된 最適物性值뿐만 아니라 그 값에 對한 不確定性의 限界(limit of uncertainty)가 明示되어야 한다는 것이다.

많은 境遇에, 위에서 要求하는 充分히 높은 正 確도란 얻기가 거의 不可能하다. 이런 境遇는 SRM의 物性을 여러가지의 서로 다른 方法으로 測定을 하였을 때, 제각기 서로 다른 값이 얻어져서 SRM 檢定 當時 그 理由를 說明할 수 없는 境遇이다. 이런 境遇라면 檢定書에 어떠한 方法으로 測定하여 그러한 檢定值가 決定되었다는 것을 分明하게 밝혀야 한다. 그 때의 檢定值(certified value)는 絶對의 일 수 없고 단지 特定 測定操作에 依한 값일 따름이다. 그러나 이런 背景을 알고 그런 SRM을 測定方法의 標準化에 使用한다면 SRM의 實際的인 効用性은 조금도 줄어들지 않을 것이다.

SRM을 製造하는 데는 다음과 같은 6가지의 過程이 있다.

1) SRM 製造 計劃 및 仕様書(specification)作成.

이 計劃段階에서는 다음과 같은 問題가 提起되며, 그 答을 얻어야 한다. 卽, 어떤 物性을 測定하고 檢定할 것

인가? 必要한 純度, 形態, 組成 등을 가진 材料는 쉽게 얻을 수 있는가? 어떠한 測定方法으로 이 材料의 均質性(homogeneity)을 檢査하여 確認할 것이며, 檢定할 特性을 測定할 測定方法은 또한 무엇인가?

2) 材料의 仕様과 購入

一般的으로 美國 NBS에서는 SRM을 製造할 材料를 直接 만들어거나 加工하지 않는다. 이는 美國內 産業機關이 充分히 協助하여 高純度의 特別한 材料나 NBS 仕様書에 맞게 材料를 特別히 마련하여 供給해 주는 때문이다.

3) 均質性 檢査

수 kg에서 7000kg 以上에 達하는 이 典型的인 SRM 材料의 均質性을 確認하기 爲하여 特別히 檢定할 物性에 依據하여 多角的인 檢査를 한다. 一般的으로 이 檢査는 主로 Optical emission spectrometry, X-ray fluorescence spectrometry, spark-source mass spectrometry 등을 利用한다. 殘留抵抗比(residual resistivity ratio)를 測定해 본다든가 하는 方法도 그것으로 材料의 均質性을 確認할 수만 있다면, 使用되기도 한다.

4) 特性測定

英國의 境遇 NBS가 保有하고 있는 높은 水準의 技術 이라든가 여러가지의 技術的 能力을 最大로 活用하는 데가 바로 이 過程이다. 測定하고 檢定해야 하는 SRM의 物理的 特性은 micrometer 程度의 粒子分布로부터 密度, 精度, 誘電性, Mössbauer 效果, 나아가서는 thermal emittance나 specular spectral reflectance 등 極히 複雜한 物性에 까지 이른다. 化學的 組成에 對한 檢定은 炭素含量 測定하는 單純한 鋼으로 부터, PPM의 精密度를 要하는 基本的인 化學試藥, bilirubin이나 cholesterol과 같은 複雜한 臨床藥品, 20 餘個 以上의 元素들이 PPb의 精密度로 測定되어야 하는 高純度의 亞鉛에 까지 이른다. 美國 NBS에서는 14個의 研究室에서 300餘名의 優秀한 科學者들이 이 일에 從事하고 있다. 그림 3은 이들 專門分野를 나타낸 것이다.¹⁾

5) 檢定

SRM의 定義에 “特性이 잘 定義된 (Wellcharacterized)”이라는 表現을 썼다. 이 말은 測定值가 다음에 說明하는 方法으로 測定되고 檢定된 特性에 對하여 쓰여지는 말이다.

a) 미리 妥當하다고 認定된 基準方法을 使用하여 特性을 測定하는 方法으로서, 이 測定方法을 基準方法(reference method), 標準方法(standard method), 레퍼리 方法(reference method) 등으로 불리워진다. 定義

Resources Available for Measurement and Certification of Standard Reference Materials

Technical Division	Examples of Technical Competences
Metrology	Thermal expansion; Phase transitions; Colorimetry; Photogrammetry
Mechanics	Pressure measurements; Humidity; Vacuum techniques
Heat	Thermodynamic properties measurements; Calorimetry--heat of combustion, fusion, solution, etc.
Cryogenics	Residual resistivity ratio; Lowtemperature measurements
Analytical Chemistry	Trace element analysis; Electrochemistry; Microchemistry; Gravimetry; Spectrophotometry
Polymers	Molecular weight determination; Dielectric properties; Viscosity
Metallurgy	Electrolysis; Metal deposition; X-Ray diffraction; Quantitative metallography
Inorganic Materials	Crystallography; Solid-state physics
Physical Chemistry	NMR; Thermochemistry; Mass Spectrometry; Radiation chemistry
Product Evaluation	Physical properties of rubbers (viscosity, stress strain)
Building Research	Fire research; Materials durability and analysis
Nuclear Radiation	Radioisotopes; Nuclear properties
Information Processing Technology	Magnetic Tape Characterization
Applied Mathematics	Statistics; Experimental design

Fig. 3.

에 따르면 基準方法이란 正確하고 精密하다고 認定된 方法을 말한다. 이러한 測定方法이 存在할 때는 어떠한 未知의 物質이라도 그 方法의 適用範圍에 든다면, 그 特성은 正確하고 精密하게 測定될 수가 있는 것이다. 個人誤差(personal error)나 其他 豫期치 못하는 誤差를 最小로 하기 爲하여 두사람 以上の 測定者가 同一한 方法을 使用하여 各其 獨立의으로 分析을 해야한다. 어떤 SRM의 物性이 이 方法으로 定義되었다면 그것은 精密度가 알려진 SRM이 될 것이다. 表 1은 이런 境遇의 例를 보여준다.³⁾

b) 이미 確立된 基準方法이 없는 境遇, 두가지 以上の 獨立의이며 信憑性있는 測定方法을 使用하여 測定을 한다. 여기서 信憑性있는 方法이란 높은 精密度(precision)를 가진 方法이다. 그러나 그 方法의 系統誤差(systematic error)가 完全히 糾明되어 있지 못하거나 計算되어 있지 못한 方法이다. 이것은 전혀 새로운 SRM을 檢定할 境遇 가끔 使用하는 方法으로서, 이 境遇에 使用하는 各各의 測定方法의 系統誤差는 測定者가 推算하며, 最終 檢定值의 全不確定性(overall uncertainty)에 比하여 적어야 한다. 表 2는 이런 境遇의 例를 보여준다.³⁾

c) 세번 秤의 方法은 두번 秤의 한 變形이라고 할 수

Table 1. SRM 610-Trace elements in glass (Lead at 500 ppm-nominal)

Rod No.	Analyst 1	Analyst 2.
2	426.5	----
13	426.2	----
18	425.6	425.9
48	426.1	426.0
56	426.9	425.0
66	426.0	425.4
78	426.2	425.6
166	425.7	----
Average.....	426.15	425.58
σ	± 0.41	± 0.40
95% L. E.	± 0.98	± 1.11

있다. 이것은 한 SRM에 對하여 測定方法이 많을 때, 그 SRM을 使用하는 많은 研究機關들이 各其 信憑性이 있고, 正確하다고 생각되는 測定을 하게 된다. 그러나 이런 測定에서는 미리 나온 SRM을 未知의 SRM 檢査 標準으로 並行하여 使用하여야 한다. 結果는 前 SRM의

Table 2. SRM 1577—Bovine Liver
(Cadmium by 2 or more independent methods)

Sample	Concentration ($\mu\text{g./g}$)		
	ID-MS	Atomic absorp.	Polarography
1	0.32	0.29	----
1	.29	----	----
2	.26	.24	0.26
2	.27	.26	----
3	.27	.26	.16*
3	.27	.27	----
4	.28	.24	.28
4	----	.27	----
5	----	.30	.28
6	.26	.26	----
X	.28	.27	.27
2 σ	.04	.04	.01

Range (all results) 0.24—0.32
Recommended value 0.27 \pm 0.04

Table 3. SRM 337—Basic Open—Hearth Steel
(Carbon by interlaboratory comparison)

Analyst	Method/variation (Noe: Combustion step common to all)	Percent carbon
1	Gravimetric—1g sample	1.08
2	Gravimetric—3g sample	1.06
2	Volumetric—1g sample	1.06
3	Gravimetric—factor weight (2.73g) sample	1.06
3	Gasometric—1g sample	1.07
4	Gravimetric—half—factor weight (1.36g) sample	1.06
5	Gravimetric—half—factor weight (1.36g) sample	1.08
5	Thermal conductivity—0.7g sample	1.08
6	Gravimetric—0.7g sample	1.07
Mean		1.07
	4 Different methods	
	6 Different sample weights	
	All Labs used SRM 16d as control	

檢定値가 얻어진 경우에 限하여 使用될 것이다. 分명한

것은 高度의 技術水準과, 測定하고자 하다는 特定物質에 對하여 잘 알고 있는 研究所들이 이 일에 參與해야 한다는 것이다. 普通 이 方法은 SRM을 更新하여 測定·檢定코자할 때 主로 使用한다. SRM의 更新이란 消費된 SRM을 代置하는 것을 말한다. 그러므로 更新된 SRM은 本來의 SRM에 아주 가까운 것이어야 한다. 表 3은 이 境遇의 例이다³⁾.

以上の 檢定方法을 要約하면 그림 4와 같다³⁾.

6) 配布

美國의 境遇, NBS에서 製造·檢定된 모든 SRM은 標準基準物擔當事務所(Office of Standard Reference Materials-OSRM)를 通하여 美國內 뿐만 아니라 世界到處에 配布된다. OSRM은 SRM 在庫를 管理하고, 現行 1,000餘種의 SRM에 對한 價格票와 目錄을 發行한다. OSRM 技術陣들은 恒常SRM의 在庫 與否, SRM의 用途等에 對한 諮問뿐만 아니라 새로운 SRM이나 更新의 必要性에 關한 資料나 情報들을 蒐集하고 있다.

以上の 6個 段階를 거쳐 한 SRM이 完全히 製造·檢定供給이 되는데 理解를 돕기 爲하여 Bessemer Steel SRM 8j의 檢定書를 添附해 둔다(그림 5).

4. SRM의 未來 需要

지난 5~6年 사이에 美國의 境遇 NBS-SRM 計劃은 SRM의 未來 需要를 豫想하여 近 6倍로 擴張되었다¹⁾. 特히 世界的인 關心事가 되고 있는 自然環境保護라든가 健康管理에 必要한 SRM에 重點을 두었다. 健康問題나 環境問題는 오늘날 全 世界的으로 擡頭되고 있는 問題로서, 自然環境을 完全하게 保護하지 못하고 均衡을 지켜나가지 못하고 있는 것은 高度화된 産業社會가 犯한 最惡의 誤謬라 하겠다.

空氣汚染을 줄이기 爲해서는 主要한 汚染物質인 一酸化窒素와 二酸化窒素의 規制가 必要한데 이것을 效率的으로 規制하기 爲하여는 먼저 이들을 正確하고 精密하게 測定할 수가 있어야 한다. 앞으로의 SRM이 解決해야 하는 問題가 바로 어떻게 空氣汚染度를 正確하게 測定할 수 있게 하는가 하는 것이다. 現在 NBS에서는 空氣汚染度 測定에 使用되고 있는 機器라든가 測定方法을 較고 하기 爲하여 二酸化窒素沈透裝置(Nitrogen dioxide permeation device-SRM 1629) 및 窒素 SRM (SRM 1683-1687)을 開發한 바 있으며, 標準基準氣體(Standard Reference Gases)에 關한 研究도 아울러 進行中인 것으로 알고 있다⁴⁾.

HOW THE ACCURACY OF AN SRM IS ESTABLISHED

1. Use reference method run independently by 2 or more analysis. (NBS)

-or-

2. Use 2 or more reliable and independent methods. (NBS) No reference method available.

-or-

3. Use inter-laboratory comparison systems. Allow several independent methods. (NBS plus cooperating laboratories)

Fig. 4

NATIONAL BUREAU OF STANDARDS CERTIFICATE OF ANALYSIS

Standard Reference Material 8j Bessemer Steel (Simulated), 0.1% Carbon

	C	Mn	P	S	Si	Cu	Ni	Cr	V	Mo
ANALYST	Combustion chromatographic	Persulfate Arsenite	Spectrophotometric	Combustion Titration	Perchloric acid hydration	Spectrometric	Spectrometric			Spectrophotometric
1	0.081 ^a	0.505 ^b	0.098	0.077 ^c	0.059 ^d	0.022 ^e	0.014	0.048 ^f	0.015 ^g	0.037
2	.080	.500	.095 ^h	.076	.048 ^d	.018 ^e	.110 ⁱ	{.048 ^j .046 ^k }	.016 ^l	.038
3	.082	.505	{.094 ^h .095 ^h }	.077 ^c	{.056 ^d .060 ^r }	.020 ^m	{.115 ⁿ .115 ⁿ }	.046 ^o	.014 ^p	.041
4	.080	{.509 ^q .508 ^q }	{.095 ^h .094 ^h }	.078 ^c	{.063 ^d .065 ^r }	.020 ^m	{.110 ⁿ .113 ⁿ }	.046 ^o	.015 ⁱ	.038
Average	0.081	0.505	0.095	0.077	0.058	0.020	0.113	0.047	0.015	0.038

(a) 1-g sample, tin-coated copper accelerator.

(b) Iodometric titration.

(c) 1-g sample burned in oxygen at 1425°C and sulfur dioxide absorbed in starch-iodide solution. Iodine liberated from iodide by titration, during the combustion, with standard KIO₃ solution.

(d) Double dehydration.

(e) Methylthio carbamate photometric method.

(f) Chromium separated from the bulk of the iron in 10-g sample by NaHCO₃ hydrolysis, oxidized with peroxydisulfate, and titrated photometrically with ferrous ammonium sulfate.

(g) Vanadium separated as in (f), oxidized with HNO₃ and titrated photometrically with ferrous ammonium sulfate.

(h) Alkali hydroxide.

(i) Same value obtained by gravimetric method.

(j) Diphenylcarbazide photometric method.

(k) Atomic absorption spectrometry.

(l) Gravimetric-Mg₂S₂O₇.

(m) Niopnone photometric method.

(n) Dimethylglyoxime gravimetric method.

(o) Peroxydisulfate oxidation-Fe(NH₄)₂(SO₄)₂-KMnO₄ titration.

(p) FeSO₄-(NH₄)₂S₂O₈-K₂Cr₂O₇ titration.

(q) KIO₄ photometric method.

(r) Silicolybdate photometric method.

(s) Chromium oxidized with peroxydisulfate and titrated amperometrically with ferrous ammonium sulfate.

(t) KMnO₄-KNO₂-Urea-Fe(NH₄)₂(SO₄)₂.

The material for the preparation of this standard was prepared at the Carpenter Technology Corporation, Reading, Pennsylvania.

The overall direction and coordination of the technical measurements leading to certification were performed under the chairmanship of O. Menis and J.I. Shultz.

The technical and support aspects involved in the preparation, certification, and issuance of this Stan-

dard Reference Material were coordinated through the Office of Standard Reference Materials by R. E. Michaelis.

Washington, D.C. 20234
April 10, 1972

J. Paul Cali, Chief
Office of Standard Reference Materials

List of Analysts

1. S. A. Wicks, R.K. Bell, and E.R. Deardorff, Analytical Chemistry Division, Institute for Materials Research, National Bureau of Standards.
2. R. W. Bley, Inland Steel Company, East Chicago, Indiana.
3. R.H. Rouse, Bethlehem Steel Corporation, Sparrows Point, Maryland.
4. F.P. Valente, U.S. Army Materials and Mechanics Research Center, Watertown, Massachusetts.

Fig. 5 Certificate of Analysis, Standard Reference Material 8j, Bessemer Sted

이와 더불어 臨床 SRM開發도 緊要한 問題中의 하나이다. 檢診結果의 正確度를 期하기 爲하여 지금까지 開發되어 나온 NBS-SRM을 보면 Cholesterol, Urea, Uric acid, Creatinine, Glucose, Calcium, Bilirubin 等 臨床學의으로 測定을 하는데 調節物로 使用할 수 있는 18餘種의 SRM이다. 最近에 開發된 것을 보면 Sodium, Potassium, Lithium, Cortisol, VMA等에 關한 SRM도 있다⁵⁾.

그 외에도 關心을 가지고 研究를 하고있는 分野는 海洋學, 生化學, 植物學, 農學等이다. 自然環境에 여러가지 深刻한 結果를 招來하고 있는 技術社會에서의 農藥의 重要性에 비추어, 오래지 않아 果樹園, 알팔파(Al-palpa), 도카도일, 솔잎, 포플라와 같은 一連의 植物 SRM도 開發될 것이다. 이것들은 窒素, 磷酸, 칼리의 三大 主要 元素는 勿論 植物들의 病虫害나 收穫量에 相當한 影響을 미치는 것으로 알려진 여러가지 副次的인 元素들에 對하여도 檢定되어야 할 것이다.

오늘날 처럼 公營에 시달리는 工業社會에서 보다 나은 健康管理 및 環境의 管理야말로 全 人類에 直結된 問題이니 만큼, 臨床學의인 測定을 爲始한 諸般 測定을 더욱 正確하게 할 수 있는 基準方法 開發이라든가 이에 關한 SRM 開發에 全 世界가 共同으로 參與해야 할 것이다.

5. SRM에 關한 國際協力

SRM 計劃을 自體에서 樹立하여 研究하고 있는 國家의 協力은 擔當者 間의 個人的인 接觸을 通하여 極히 非公式의으로 이루어져 왔었다. 1969년에 美國의 NBS

와 CIPM의 共同 主催로 最初の 國際 SRM 심포지움이 美國 Gaithersburg에서 開催되었다. 이 심포지움에서 建議된 重要한 事項은 CIPM으로 하여금 그 傘下에 다음과 같은 機能을 行事할 수 있는 機構를 設置하자고 促求한 것이었다⁶⁾.

- 1) SRM에 關한 諸般 情報를 蒐集하고,
- 2) SRM에 關한 問疑를 해오는 모든 國家에게 이 情報를 提供해 주고,
- 3) 새로운 SRM을 優先的으로 配給하고, 그 用途를 確立·啓蒙하며,
- 4) 必要한 SRM을 共同으로 生産하고 檢定하는 問題에 對한 妥當性을 調査하여, 可能하다면 그런 일을 遂行할 國際的인 機構를 確立한다.

그러나 不幸히도 CIPM은 이런 案에 對하여, 會員國의 財政 支援 없이는 이 龐大한 計劃은 不可能할 뿐더러 現段階에서는 그러한 支援이 遙遙하다는 結論에 이르러 流産되어 버렸다. 그後 CIPM은 會員國들로 하여금, 優先 研究機關 水準에서 特別히 度量衡學에 있어서 基本的인 SRM(예를 들면 光度의 單位 칸델라를 顯示하는데 쓰는 特性이 잘 定義된 白金 같은것)에 關한 多角的 協力을 하도록 促求한 바가 있다. 그러나 아직까지 SRM의 研究開發에 關한 公式的인 國際機構라든가 協助體制는 거의 全無한 狀態에 있다. 美國 WBS가 近來에 와서 PL-480 Program이라고 하여 몇 가지 特殊한 研究課題에 對하여 인디아, 이스라엘, 파키스탄 등과 共同研究를 遂行하고 있는게 고작이다⁶⁾.

6. 우리나라 SRM 現況과 供給計劃

現今 우리나라 產業界에서는, 正確·精密하게 檢定된 SRM을 美國 NBS와 같은 外國機關에서 별로 비싸지 않은 價格으로 輸入해 올 수도 있으나, 大蓋는 自體에서 製造·檢定하여 使用하고 있다. 國內에서 生産한 SRM을 外國의 優秀한 機關이 製造·檢定해 낸 SRM과 比較해 볼 때, 앞에서 論議한 SRM이 갖추어야 할 諸般條件을 갖추지 못하여 NBS-SRM에 훨씬 뒤져 있는 것은 否認할 수 없는 事實이다. 事實 外貨節約을 強調하고 있는 이때, 인인이 外國에서 輸入해다가 쓴다는 것은 여러가지 現實의인 어려움을 隨伴하는 일이다. 아무리 SRM의 값이 싸다고 해도 그것을 하나 輸入하기 爲해서는 까다로운 節次를 밟아야 하는 까닭에 注文을 하여 손에 쥐기까지는 數個月이 所要된다. 이러한 國內與件에 비추어 SRM은 當然히 우리 손으로 開發하고 우리 손으로 檢定하여 自給自足を 해야만 하는 時急한 處地에 處해 있는 實情이다. 그러나 워낙이나 SRM을 製造할 材料라든가 測定技術面에서 아직도 解決해야 할 問題들이 무더기로 散在해 있어서 根本的인 解決策이 어렵다. 아무리 自體內에서 開發하고 製造·檢定한다고 하더라도 그것이 正確하게 檢定될 수 없는 低質의 SRM이라면 嚴格한 品質管理를 爲한 SRM으로서의 役割은 다하지 못하고 마는 것이다.

現在 國內에서 生産 供給이 可能한 SRM 品目を 보면 國立工業試驗院에서 製造·檢定한 7가지 SRM(PH 標準緩衝溶液, 옥살산나트륨, 탄산나트륨, 백면포, 백아세테이트포, 백폴리에스트포, 제겔콘)이 있을 따름이다. 國立地質鑛物研究所에서도 SRM을, 가까운 將來에는 外部의 需要에도 供給을 할 計劃이지만, 優先은 自體內에서 鑛物分析의 補正用으로 鑛物 SRM을 製造·檢定하여 自體 需要에 充當할 뿐이다. KIST에서도 SRM 生産을 考慮하고 있는 듯하나 뚜렷한 計劃은 없는 것 같고, 原子力研究所에서도 放射能 標準物質을 國內 普及을 目的으로 製造할 計劃은 갖고 있는 것 같다.

浦項綜合製鐵과 仁川製鐵도 鋼의 組成分析을 爲한 SRM을 自體 生産하여 쓰고는 있지만 質的인 面에서 NBS-SRM에 比하여 너무나 뒤떨어지고 있는 實情이다. 그리고 電氣 및 電子工業에서는 이나마도 特別히 SRM을 使用하지 않고 있는 것으로 알려졌다. 한 報告書에 依하면 現在 韓國의 工業 水準에는 이러한 SRM도 充分한 수 있을지 모르나 韓國의 科學技術이 成長하는 趨

勢로 보아 이 程度의 SRM으로서의 앞으로의 品質管理가 不可能하다고 指摘하고 있다⁷⁾.

此際에 韓國標準研究所가 設立되고 그 안에 SRM 센터가 생긴 것은 때 늦은 감도 없지는 않지만 至極히 多幸한 일이라 아니 할 수 없다. 標準研究所에서는 앞으로 各 分野의 SRM을 製造하게 하고 檢定하여 普及할 計劃으로 있다. 그래서 優先 一次的으로 化學組成分析用 SRM 171種과 物性測定用 SRM 34種을 NBS, API, Phillips 등에서 들여오므로서, 標準研究所가 正常的으로 標準研究를 遂行할 수 있을 때까지의 過渡期에 對處하고 앞으로 名實共히 韓國의 SRM-center로서의 그 礎石을 다지고자 計劃하고 있다.

한편 標準研究所에서는 韓國의 現 測定系에 SRM을 普及하는데 세가지의 側面을 考慮하고 있다. 첫째는 外國에서 精密·正確하게 製造·檢定된 SRM을 輸入하여 備蓄해 두고 必要에 따라 供給하는 것과, 둘째는 SRM을 製造할 高度의 均質 原料를 輸入하여 國內 各機關에서 SRM을 製造하게 하고, 國際적으로 信憑性이 있는 NBS-SRM等 여타 SRM과 比較해서 檢定하여 供給하는 것이고, 셋째로 國內에서 高度의 均質 原料를 購入하여 SRM을 製造하고 NBS-SRM 등과 比較·檢定해서 供給하는 것이다. 이 세가지 供給 方案은 國內의 現 測定系에 다 適切한 것으로 思料된다. 첫째의 供給方案은 年間 需要가 그리 많지 않은 特殊한 SRM에 對한 供給 方案이다. 現在 우리의 科學技術水準에서 特殊한 分野에만 쓰이는 몇 개의 SRM을 自體에서 製造·供給할 目的으로 많은 돈을 들여 設備을 導入한다는 것은 非經濟的이다. 우리의 產業構造가 더욱 膨脹하고, 科學技術이 더욱 發展하여 現在 特殊하다고 생각되는 SRM의 需要가 增加되면 위에서 提示한 第2, 第3의 方案으로 供給 計劃이 代置되어야 함은 두말할 必要가 없는 것이다.

둘째의 供給方案은 年間 需要가 相當히 많은 SRM에 對한 것으로서 外國에서 SRM 原料를 輸入하여 國內에서 製造·檢定하고자 하는 것이다. 이렇게 함으로써 完全히 製造·檢定된 SRM을 輸入하는 것에 比해 外貨를 相當히 節約할 수 있게 된다. 그 좋은 例로 酸化·還元 測定에 使用하는 삼산화비소(Arsenic Trioxide) SRM을 들 수가 있다. 이 SRM을 直輸入하여 供給할 境遇와 두번째 方案에 依하여 供給할 境遇를 比較해 볼 때, 後者の 境遇가 무려 20배나 外貨를 節約할 수 있음이 調査 結果 알려졌다.

세개의 方案은 가장 經濟的인 뿐만 아니라 가장 바람직한 것이다. 現在로서는 高度로 均質한 良質의 原料를

使用하는 境遇 外에는, 國內의 原料로 製造한 이 SRM 은 위의 두가지 方案에 依하여 供給된 SRM보다는 質 的인 面에서 떨어지게 될 것이다. 그러나 가까운 將來 에 모든 分野에 걸친 SRM을 國內의 材料로 製造·檢 定하여 供給해야 함은 너무도 當然한 命題일 뿐만 아니 라 앞으로 標準研究所가 解決해야 할 큰 課題中的의 하나 라 하겠다. 標準研究所는 앞으로 充分히 이 課題를 遂 行할 수 있을 것이며, NBS-SRM에 比하여 조금도 遜色 이 없는 KSRI-SRM을 製造하고 檢定하여 모든 產業界 에 供給할 수 있을 것이며, 또한 멀지 않은 將來에 輸出 까지도 圖謀할 수 있는 時期가 올 것으로 期待된다.

參 考 文 獻

- 1) J. Paul Cali, NBS Special Publication 359, pp 95-105 (1971)
- 2) Dimensions, 60 No.4 19 (1976)
- 3) J. Paul Cali, H.H. Ku, et al. NBS Monograph 148, 1-8 (1975)
- 4) Dimensions, 59, No.5 102-103 (1975)
- 5) Dimensions, 58, No.5 101-103 (1974)
- 6) Astin, A.V., Report on the Symposium on an International Standard Reference Materials Program, Metrologia, 6, No.1; 33 (1970)
- 7) TEMPO Report GE 75TMP-19.