

배출가스 중 금속화합물 -
유도결합플라스마 분광법
(Metals Compounds in Flue Gas -

2021

Inductively Coupled Plasma - Spectrometry)

1.0 개요

1.1 목적

1.1.1 이 시험기준은 배출가스 중의 금속 및 이들 화합물의 농도 측정 방법을 규정함으로써 배출오염을 감시 및 억제하는데 그 목적이 있다.

1.1.2 구리, 납, 니켈, 아연, 카드뮴, 철, 크로뮴, 비소를 유도결합플라스마 분광법에 의해 정량하는 방법으로, 시료용액을 플라스마에 분무하고 각 성분의 특성파장에서 발광세기를 측정하여 각 성분의 농도를 구한다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험기준은 연료 및 기타 물질의 연소, 금속의 제련과 가공, 이화학적 처리 등에 의해 굴뚝, 덕트 등으로부터 배출되는 입자상 금속 및 금속화합물의 분석 방법에 대해 규정한다. 입자상 금속화합물은 강제 흡입 장치를 통해 여과장치에 채취하고, 분석농도를 구한 후 배출가스 유량에 따라 배출가스 중의 금속 농도를 산출한다.

1.2.2 유도결합플라스마 분광법을 이용한 각 금속의 정량범위와 정밀도는 다음과 같다.

표 1. 유도결합플라스마 분광법의 정량범위와 정밀도

측정 금속	측정과장 (nm)	정량범위 (mg/Sm ³)	정밀도 (%상대표준편차)	방법검출한계 (mg/Sm ³)
Cu	324.75	0.010 ~ 5.000	10 이내	0.003
Pb	220.35	0.025 ~ 0.500	10 이내	0.008
Ni	231.60 / 221.65	0.010 ~ 5.000	10 이내	0.003
Zn	206.19	0.100 ~ 5.000	10 이내	0.030
Fe	259.94	0.025 ~ 12.50	10 이내	0.009
Cd	226.50	0.004 ~ 0.500	10 이내	0.001
Cr	357.87 / 206.15 / 267.72	0.002 ~ 1.000	10 이내	0.001
As	193.696	(0.003 ~ 0.130) ppm	10 이내	0.001 ppm

1.3 간섭 물질

1.3.1 유도결합플라스마 분광법에서 일반적으로 다음의 간섭현상이 존재한다.

1.3.1.1 광학적 간섭

분석하고자 하는 금속과 근접한 과장에서 발광하는 물질이 존재하거나, 측정 과장의 스펙트럼이 넓어질 때, 이온과 원자의 재결합으로 연속 발광할 때 또는 분자띠 발광시에 발생할 수 있다. 광학적 간섭은 측정에 사용하는 스펙트럼이 다른 인접선과 완전히 분리되지 않아 과장선택부의 분해능이 충분하지 않기 때문에 검정곡선의 직선영역이 좁고 구부러져 측정 감도 및 정밀도가 저하된다. 이 경우 다른 과장을 사용하여 다시 측정하거나 표준물질첨가법을 사용하여 간섭효과를 줄일 수 있다.

1.3.1.2 물리적 간섭

시료의 분무 시 시료의 점도와 표면장력의 변화 등의 매질효과에 의해 발생한다. 시료를 희석하거나, 표준물질첨가법을 사용하여 간섭효과를 줄일 수 있다.

1.3.1.3 화학적 간섭

화학적 간섭은 플라스마 중에서 이온화하거나, 공존물질과 작용하여 해리하기 어려운 화합물이 생성되는 경우 발생할 수 있다. 이온화로 인한 간섭은 분석대상 원소보다 이

온화 전압이 더 낮은 원소를 첨가하여 측정 원소의 이온화를 방지할 수 있고, 해리하기 어려운 화합물을 생성하는 경우에는 용매추출법을 사용하여 측정 원소를 추출하여 분석하거나 표준물질첨가법을 사용하여 간섭효과를 줄일 수 있다.

1.3.2 납, 니켈, 카드뮴 및 크로뮴 분석 시, 시료 중의 소듐, 포타슘, 마그네슘, 칼슘 등의 농도가 높고, 분석 성분의 농도가 낮은 경우에는 시료 농축 및 방해물질 제거를 위하여 용매추출법을 이용하여 정량할 수 있다.

1.3.3 소듐, 칼슘, 마그네슘 등과 같은 염의 농도가 높은 시료에서, 절대검정곡선법을 적용할 수 없는 경우에는 표준물질첨가법을 사용하도록 한다.

2.0 용어정의

2.1 감도

각 원소 성분에 대해 입사광의 1 % (0.004 4 흡광도)를 흡수할 수 있는 시료의 농도.

2.2 발광세기

에너지 준위가 높은 들뜬상태의 금속원자가 에너지준위가 낮은 상태인 바닥상태로 전자가 되돌아가는 과정에서, 각 궤도 간의 에너지 차이가 빛으로 방사될 때 그 빛에너지의 세기를 의미한다.

2.3 표준원액

정확한 농도를 알고 있는 비교적 고농도의 용액으로, 고순도 시약을 이용하여 정확하게 조제하거나, 일반적으로 1 000 mg/kg 농도에서 소급성이 명시된 인증표준물질을 구입하여 사용한다.

2.4 표준용액

검정곡선 작성에 사용되며, 용도에 따라 표준원액을 적당한 농도 범위로 묽혀 조제한

다. 표준용액은 가능한 한 시료의 매질과 동일한 조성을 갖도록 조제해야 한다.

2.5 현장바탕 시험용액

현장바탕시험은 현장에서의 채취 과정, 시료의 운송, 보관 및 분석 과정에서 생기는 문제점을 찾는데 사용되는 시험으로, 시료와 동일한 절차를 거쳐 얻어진 용액을 말하며, 시료용액의 결과 보정에 사용된다.

3.0 분석기기 및 기구

3.1 여과지 무게측정용 장치 및 기구

3.1.1 분석용 미량저울

0.1 mg 단위까지 측정 가능한 저울

3.1.2 핀셋

평평한 모서리를 지닌 여과지 운반용 핀셋

3.1.3 일회용 장갑

손으로 인한 오염 방지 및 유독한 부식성 물질 접촉을 막기 위한 내산 재질의 일회용 장갑

3.2 시료 전처리용 장치 및 기구

3.2.1 산분해법

3.2.1.1 둥근바닥 플라스크

250 mL 부피, 갈아맞춤형

3.2.1.2 부피플라스크

250 mL 부피

3.2.1.3 볼콘덴서

300 mL, 갈아맞춤형

3.2.1.4 피펫

10 mL 부피 채취용

3.2.1.5 여과지

5종 A 또는 5종 B

3.2.1.6 여과장치

흡입여과장치 또는 일회용 테플론 주사기 필터

3.2.1.7 물중탕기

온도조절이 가능하고 자석교반기가 설치된 것

3.2.2 마이크로파 산분해법

3.2.2.1 마이크로파 산분해장치

고압에서 200 °C 이상까지 온도를 상승시킬 수 있고, 1 200 W 이상 세기의 마이크로파 조사 가능형

3.2.2.2 테플론 분해용기

산에 안전한 60 mL ~ 120 mL 부피의 PFA (poly fluoroalkoxy) 또는 PTFE (polytetrafluoroethylene) 용기, 120 psi 이상의 압력에 견딜 수 있어야 함

3.2.2.3 부피플라스크

25 mL, 100 mL 부피

3.2.2.4 피펫

5 mL, 10 mL, 25 mL 부피 채취용

3.2.2.5 주사기 필터

공극 크기 0.45 μm 의 나일론 또는 테플론 재료의 일회용 필터

3.2.3 회화법

3.2.3.1 자기도가니

20 mL ~ 30 mL 부피

3.2.3.2 백금도가니

20 mL ~ 30 mL 부피

3.2.3.3 전기로

500 $^{\circ}\text{C}$ 이상 강열 (ignition)이 가능한 전기가열로

3.2.3.4 부피플라스크

50 mL 부피

3.2.3.5 피펫

5 mL, 25 mL 부피 채취용

3.2.4 저온회화법

3.2.4.1 저온회화 장치

그림 3 참조

3.2.5 용매추출법

3.2.5.1 비커

1 L 부피

3.2.5.2 피펫

5 mL, 10 mL, 25 mL 부피 채취용

3.2.5.3 분별깔때기

1 L 부피

[주 1] 금속 분석용 유리기구는 불규산 유리로 만들며, 세제를 이용하여 세척 후, 사용 전에 질산 (1 + 1)에 4 시간 이상 담그고 정제수로 2 번 이상 행군다.

3.2.6 흡 후드

시료의 산 분해 등에서 발생 되는 위해성 증기 배기 장치

3.3 시료 분석용 장치 및 기구

3.3.1 유도결합플라스마 분광계

유도결합플라스마 분광계 1식

3.3.2 부피플라스크

100 mL 부피

3.3.3 피펫

5 mL, 10 mL, 25 mL 부피 채취용

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시료 전처리용 시약

4.1.1 질산 - 과산화수소법

4.1.1.1 질산 (HNO_3 , nitric acid, 분자량: 63.01, 순도 70.0 %)

4.1.1.2 과산화수소 (H_2O_2 , hydrogen peroxide, 분자량: 34.01, 순도 30.0 %)

4.1.1.3 질산 (1 + 1)

질산과 정제수를 부피비가 (1 : 1)이 되도록 혼합하여 조제한다.

4.1.1.4 질산 (1 + 4)

질산과 정제수를 부피비가 (1 : 4)가 되도록 혼합하여 조제한다.

4.1.1.5 질산 (2 + 98)

질산과 정제수를 부피비가 (2 : 98)이 되도록 혼합하여 조제한다.

4.1.2 질산 - 염산법

4.1.2.1 질산 (HNO_3 , nitric acid, 분자량: 63.01, 순도 70.0 %)

4.1.2.2 질산 (1 + 4)

질산과 정제수를 부피비가 (1 : 4)가 되도록 혼합하여 조제한다.

4.1.2.3 질산 (2 + 98)

질산과 정제수를 부피비가 (2 : 98)이 되도록 혼합하여 조제한다.

4.1.2.4 염산 (HCl , hydrochloric acid, 분자량: 36.46, 순도 36.5 % ~ 38.0 %)

4.1.2.5 염산 (1 + 1)

염산과 정제수를 부피비가 (1 : 1)이 되도록 혼합하여 조제한다.

4.1.3 질산법

4.1.3.1 질산 (1 + 5)

질산과 정제수를 부피비가 (1 : 5)이 되도록 혼합하여 조제한다.

4.1.3.2 질산 (2 + 98)

질산과 정제수를 부피비가 (2 : 98)이 되도록 혼합하여 조제한다.

4.1.4 마이크로파 산분해법

4.1.4.1 질산 (HNO_3 , nitric acid, 분자량: 63.01, 순도 70.0 %)

4.1.4.2 염산 (HCl, hydrochloric acid, 분자량: 36.46, 순도 36.5 % ~ 38.0 %)

4.1.4.3 혼합산 (5.55 % HNO₃ / 16.75 % HCl)

정제수 500 mL에 질산 55.5 mL와 염산 167.5 mL를 녹이고, 최종 부피를 1 L가 되도록 묽힌다.

4.1.4.4 혼합산 용액 (3 % HNO₃ / 8 % HCl)

4.1.4.3의 용액을 2 배로 묽힌다.

4.1.5 회화법

4.1.5.1 탄산소듐 (Na₂CO₃, sodium carbonate, 분자량: 105.99, 순도 99.0 %)

4.1.5.2 플루오린화수소 (HF, hydrogen fluoride, 분자량: 20.01, 순도 48.0 %)

4.1.5.3 황산 (H₂SO₄, sulfuric acid, 분자량: 98.09, 순도 98.0 %)

4.1.5.4 질산 (HNO₃, nitric acid, 분자량: 63.01, 순도 70.0 %)

4.1.5.5 황산 (1 + 2)

황산과 정제수를 부피비가 각각 (1 : 2)가 되도록 혼합하여 조제한다.

4.1.5.6 황산 (1 + 3)

황산과 정제수를 부피비가 각각 (1 : 3)이 되도록 혼합하여 조제한다.

4.1.5.7 질산 (1 + 1)

질산과 정제수를 부피비가 (1 : 1)이 되도록 혼합하여 조제한다.

4.1.5.8 과산화수소 (H_2O_2 , hydrogen peroxide, 분자량: 34.01, 순도 30.0 %)

4.1.5.9 질산소듐 (NaNO_3 , sodium nitrate, 분자량: 84.99, 순도 99.0 %)

4.1.6 저온회화법

4.1.6.1 염산 (1 + 1)

염산과 정제수를 부피비가 (1 : 1)이 되도록 혼합하여 조제한다.

4.1.6.2 염산 (2 + 98)

염산과 정제수를 부피비가 (2 : 98)이 되도록 혼합하여 조제한다.

4.1.6.3 과산화수소수 (H_2O_2 , hydrogen peroxide, 분자량: 34.01, 순도 30.0 %)

4.1.7 용매추출법

4.1.7.1 1-피롤리딘다이싸이오카바미산 추출법

4.1.7.1.1 아세트산소듐·3수화물 ($\text{CH}_3\text{CO}_2\text{Na} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, sodium acetate trihydrate, 분자량: 130.03)

4.1.7.1.2 아세트산 ($\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}$, acetic acid, 분자량: 60.05)

4.1.7.1.3 아세트산-아세트산소듐 완충용액 (pH 5)

아세트산소듐·3수화물 19.2 g과 아세트산 3.4 mL를 정제수에 용해시켜 1 L로 한다.

4.1.7.1.4 암모니아수 (1 + 1)

4.1.7.1.5 질산 (1 + 10)

4.1.7.1.6 1-피롤리딘다이싸이오카밤산암모늄 ($C_5H_{12}N_2S_2$, 1-pyrrolidinecarbodithioic acid, ammonium salt, 분자량: 164.29)

4.1.7.1.7 헥사메틸렌암모늄헥사메틸렌다이싸이오카밤산 (hexamethylene ammonium hexamethylenedithiocarbamate)

4.1.7.1.8 자일렌 (C_8H_{10} , Xylens, 분자량: 106.16)

4.1.7.2 트라이옥틸아민 추출법

4.1.7.2.1 과망간산포타슘 용액 (3 g/L)

과망간산포타슘 ($KMnO_4$, potassium permanganate, 분자량: 158.03) 0.3 g을 정제수에 녹여서 100 mL로 한다.

4.1.7.2.2 트라이옥틸아민 아세트산부틸 용액 (3 g/L)

트라이옥틸아민 [$(CH_3(CH_2)_7)_3N$, trioctylamine, 분자량: 353.68] 0.3 g을 아세트산부틸에 녹여서 100 mL로 한다.

4.1.7.2.3 아세트산부틸 [$CH_3CO_2(CH_2)_3CH_3$, butyl acetate]

4.2 표준용액

4.2.1 구리 표준용액

4.2.1.1 구리 표준원액 (1 mg/mL)

금속구리 (순도 99.9 % 이상) 1 g을 취해, 최소량의 6 mol/L 질산에 완전히 녹이고, 1 L 부피플라스크에 옮긴 후, 부피분율 2 % 질산으로 표선까지 묽힌다.

4.2.1.2 구리 표준용액 (0.1 mg/mL)

구리 표준원액 (1 mg/mL) 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 취하고, 질산 (1 + 1) 10 mL을 가하고 정제수를 표선까지 가한다.

4.2.1.3 구리 표준용액 (10 µg/mL)

구리 표준용액 (0.1 mg/mL) 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 취하고, 질산 (1 + 1) 10 mL을 가하고 정제수를 표선까지 가한다.

4.2.2 납 표준용액

4.2.2.1 납 표준원액 (0.1 mg/mL)

납 (99.9 % 이상) 0.1 g을 취해, 질산 (1 + 1) 40 mL에 용해시킨다. 끓여서 질소 산화물을 추출하여 방치하여 냉각한 후 1 L 부피플라스크에 옮겨 넣어 정제수를 표선까지 채운다. 또는 유도결합플라즈마 분광법용 납 표준용액 1 mg/mL을 10 배로 묽혀 사용한다.

4.2.2.2 납 표준용액 (10 µg/mL)

납 표준원액 (0.1 mg/mL) 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 옮겨, 질산 (1 + 1) 10 mL을 가하고 정제수를 표선까지 채운다.

4.2.3 니켈 표준용액

4.2.3.1 니켈 표준원액 (0.1 mg/mL)

금속니켈 (순도 99.9 % 이상) 0.1 g을 취해, 질산 (1 + 1) 20 mL에 용해시킨다. 가열하여 질소 산화물을 추출하고 방치하여 냉각한 후 1 L 부피플라스크에 옮겨 정제수를 표선까지 채운다. 또는 유도결합플라즈마 분광법용 니켈 표준용액 1 mg/mL을 10 배로 묽혀 사용한다.

4.2.3.2 니켈 표준용액 (10 µg/mL)

니켈 표준원액 (0.1 mg/mL) 50 mL를 500 mL 부피플라스크에 취하여 질산 (1 + 1) 10 mL을 가하고 정제수를 표선까지 채운다.

4.2.4 아연 표준용액

4.2.4.1 아연 표준원액 (0.1 mg/mL)

금속아연 (순도 99.9 % 이상) 0.1 g을 취해, 질산 (1 + 1) 40 mL에 용해시킨다. 끓여서 질소 산화물을 추출하여 방치하여 냉각 한 후 1 L 부피플라스크에 옮겨 정제수를 표선까지 채운다. 또는 유도결합플라즈마 분광법용 아연 표준용액 1 mg/mL을 10 배로 묽혀 사용한다.

4.2.4.2 아연 표준용액 (10 µg/mL)

아연 표준원액 (0.1 mg/mL) 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 취하고, 질산 (1 + 1) 10 mL을 가하여 정제수를 표선까지 채운다.

4.2.5 철 표준용액

4.2.5.1 철 표준원액 (0.1 mg/mL)

철 (99.9 % 이상) 0.1 g을 취해, 질산 (1 + 1) 40 mL에 용해시킨다. 끓여서 질소 산화물을 추출하여 방치하여 냉각한 후 1 L 부피플라스크에 옮겨 넣어 정제수를 표선까지 채운다. 또는 유도결합플라즈마 분광법용 철 표준용액 1.0 mg/mL을 10 배 묽혀서 사용한다.

4.2.5.2 철 표준용액 (10 µg/mL)

철 표준원액 (0.1 mg/mL) 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 취하고, 질산 (1 + 1) 10 mL을 가한 후 정제수로 표선까지 묽힌다.

4.2.6 카드뮴 표준용액

4.2.6.1 카드뮴 표준원액 (0.1 mg/mL)

카드뮴 (99.9 % 이상) 0.1 g을 취해 질산 (1 + 1) 20 mL에 용해시킨다. 끓여서 질소 산화물을 추출하여 방치하여 냉각한 후 1 L 부피플라스크에 옮겨 넣어 정제수를 표선까지 채운다. 또는 유도결합플라즈마 분광법용 카드뮴 표준용액 1 mg/mL을 10 배로 묽혀 사용한다.

4.2.6.2 카드뮴 표준용액 (10 µg/mL)

카드뮴 표준원액 (0.1 mg/mL) 50 mL를 500 mL 부피플라스크에 옮겨 질산 (1 + 1) 10 mL를 가한 후 정제수를 표선까지 채운다.

4.2.7 크로뮴 표준용액

4.2.7.1 크로뮴 표준원액 (0.1 mg/mL)

정량분석용 표준물질 다이크롬산포타슘 ($K_2Cr_2O_7$, potassium dichromate)을 150 °C 에서 약 1 시간 건조하고, 건조 용기 속에 방치한다. 다이크롬산포타슘 (순도 100 % 기준) 0.283 g을 취하고 소량의 정제수에 용해하여, 1 L 부피플라스크에 옮겨 정제수를 표선까지 채운다. 또는 유도결합플라즈마 분광법용 크로뮴 표준용액 1 mg/mL을 10 배로 묽혀서 사용한다.

4.2.7.2 크로뮴 표준용액 (10 µg/mL)

크로뮴 표준원액 (0.1 mg/mL) 50 mL을 500 mL 부피플라스크에 취하고, 질산 (1 + 1) 10 mL를 가한 후 정제수를 표선까지 가한다.

4.2.8 비소 표준원액 (1 mg/mL)

소급성이 입증된 5 % 질산매질의 표준용액을 이용한다.

4.2.8.1 비소 표준용액 (10 µg/mL)

비소 표준원액 (1 mg/mL) 10 mL를 1 000 mL 부피플라스크에 취하고 질산 (1 + 1) 10 mL를 가한 후 정제수로 표선까지 채운다.

4.2.8.2 비소 표준용액 (0.1 µg/mL)

비소 표준용액 (10 µg/mL) 10 mL를 1 000 mL 부피플라스크에 취하고 질산 (1 + 1) 10 mL를 가한 후 정제수로 표선까지 채운다.

4.2.9 금속 혼합표준용액

4.2.9.1 금속 (구리, 납, 니켈, 아연, 철, 카드뮴, 크로뮴, 비소) 혼합표준원액 (1 000 mg/L)

순도가 99.9 % 이상인 구리, 납, 니켈, 아연, 철, 카드뮴, 크로뮴 및 비소 표준물질 각각 1.000 g을 취하여 최소량의 6 mol/L 질산 또는 6 mol/L 염산에 녹인 후, 1 L 부피플라스크에 옮기고, 2 g/L 질산 용액을 사용하여 표선까지 묽혀 각각의 표준원액을 조제한 다. 또는 유도결합플라즈마 분광법용 구리, 납, 니켈, 아연, 철, 카드뮴, 크로뮴 및 비소 1 000 mg/L 표준용액을 각각 사용한다.

[주 2] 카드뮴은 6 mol/L 염산을, 구리, 니켈, 아연 및 철 표준물질은 6 mol/L 질산을 사용하여 쉽게 용해시킬 수 있다.

[주 3] 납은 고순도의 질산납 $[Pb(NO_3)_2]$, lead nitrate 일차표준물질 1.589 g을 2 % 질산에 녹여 조제할 수 있다.

4.2.9.2 금속 (구리, 납, 니켈, 아연, 철, 카드뮴, 크로뮴, 비소) 혼합표준용액 (100 mg/L)

4.2.9.1의 금속 혼합표준표준원액 (1 000 mg/L) 각 10 mL를 취하여 100 mL 부피플라스크로 옮긴 후, 질산 (1 + 1) 10 mL를 가하고 정제수를 표선까지 채운다.

4.2.9.3 금속 (구리, 납, 니켈, 아연, 철, 카드뮴, 크로뮴, 비소) 혼합표준용액 (10 mg/L)

4.2.9.2의 금속 혼합표준용액 (100 mg/L) 10 mL를 취하여 100 mL 부피플라스크로 옮

긴 후, 질산 (1 + 1) 10 mL을 가하고 정제수를 표선까지 채운다.

4.3 검정곡선 바탕시험용액 (calibration blank)

100 mL 부피플라스크에 질산 (1 + 1) 10 mL을 가하고 정제수를 표선까지 채운다.

4.4 내부표준물질

4.4.1 산화이트륨 (50 µg/mL) 용액

산화이트륨 (Y_2O_3 , yttrium oxide, 분자량: 225.81) 0.318 g을 취해 염산 5 mL을 가해 가열시켜 용해시킨다. 이를 냉각시킨 후 250 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고 정제수를 표선까지 가한다. 이 용액 10 mL를 200 mL 부피플라스크에 취하고 정제수를 표선까지 가한다.

4.5 유도결합플라스마 분광법용 기체

아르곤 (Ar, argon, 순도 99.99 % 이상)

5.0 시료채취 및 관리

5.1 측정위치 및 측정점의 선정

5.1.1 측정위치의 선정

ES 01301.1 배출가스 중 먼지 - 반자동식 측정법의 5.1 측정위치의 선정에 따른다.

5.1.2 측정점의 선정

ES 01301.1 배출가스 중 먼지 - 반자동식 측정법의 5.4 측정점의 선정에 따른다.

5.2 시료채취장치

5.2.1 시료채취장치는 시료채취관, 시료채취장치, 흡입기체 유량측정장치, 기체흡입장치 등으로 구성되며 ES 01301.1에 규정한 것을 사용한다.

[주 4] 셀룰로스제 여과지를 써서 시료를 채취할 때에는 전처리 시 분해법 및 용매추출법을 따라서는 안 된다.

[주 5] 굴뚝 배출가스의 온도와 여과지와 관계는 표 2에 따른다.

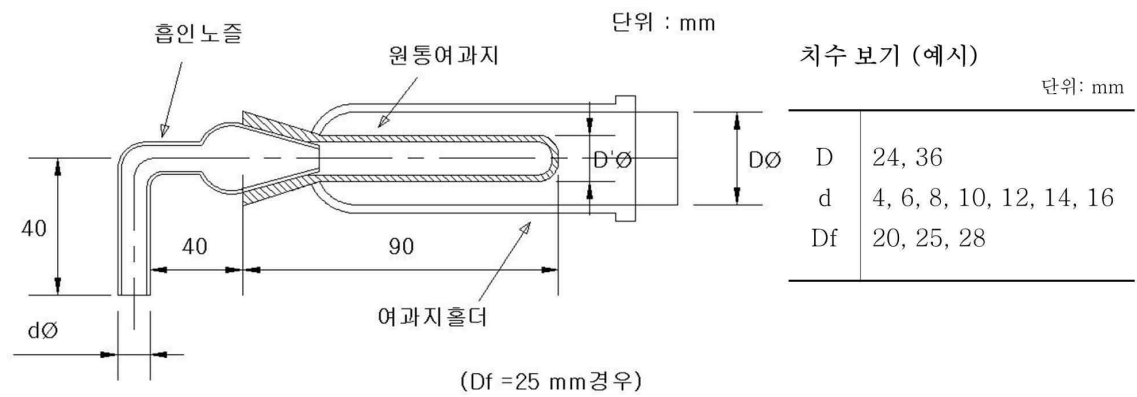


그림 1. 경질유리제 또는 석영유리제 시료채취장치

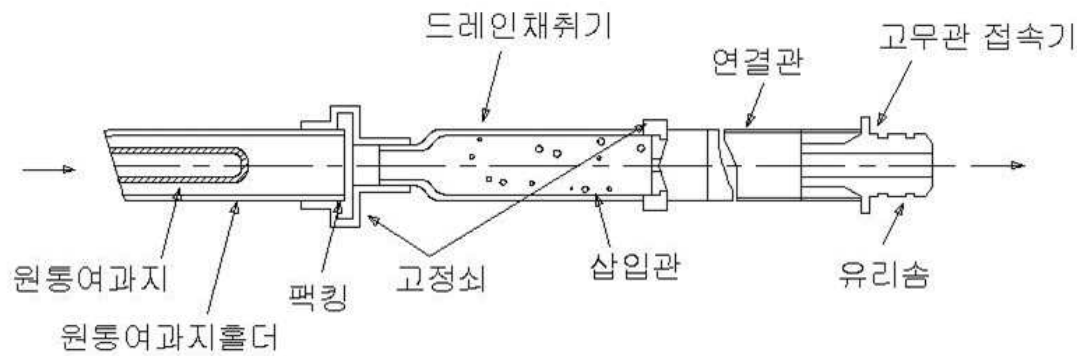


그림 2. 시료채취장치용 스테인리스강제 홀더

표 2. 굴뚝 배출가스 온도와 여과지의 관계

굴뚝 배출가스의 온도	여과지
120 ℃ 이하	셀룰로스 섬유제 여과지
500 ℃ 이하	유리섬유제 여과지
1000 ℃ 이하	석영섬유제 여과지

5.3 시료채취

ES 01301.1 배출가스 중 먼지 - 반자동식 측정법의 5.5 시료채취에 따른다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

6.1 내부정도관리

6.1.1 방법검출한계 및 정량한계

시료채취용 여과지에 각 실험실의 정량하한값과 비슷한 농도의 분석대상 표준물질을 첨가한 여과지 시료를 7 개 준비하여 각 시료를 7.0의 분석절차와 동일하게 전처리 및 분석한다. 방법검출한계 (MDL, method detection limit)는 얻어진 측정값들의 표준편차에 3.14를 곱한 값이고 정량한계 (limit of quantitation)는 얻어진 측정값들의 표준편차에 10을 곱한 값으로 측정한다. 측정한 방법검출한계는 시험기준에서 제시한 값 이하이어야 한다.

6.1.2 실험실의 정밀도 및 정확도

실험실의 정확도 (accuracy) 및 정밀도 (precision) 시험은 해당 실험실이 본 시험방법을 수행할 능력이 있는지를 검증하기 위해 실시한다. 분석물질을 포함하고 있지 않은 유사한 매질에 일정량의 표준물질을 첨가 (정량한계의 1 배 ~ 5 배 농도)한 시료, 또는 유사한 매질의 인증표준물질 (CRM, certified reference material) 시료를 4 개 이상 준비한다. 7.0항과 동일한 절차로 측정하여 평균값과 표준편차를 구한다. 정확도는 첨가한 표준물질의 농도에 대한 측정 평균값의 상대 백분율 (회수율)로서 나타내며, 정밀도는 측정값의 % 상대표준편차 (% RSD)로 산출한다.

$$\text{정확도 (\%)} = \frac{\bar{x}}{X_i} \times 100 \quad (\text{식 1})$$

$$\text{정밀도 (\%)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (\text{식 2})$$

여기서, s = 표준편차

X_i = 알고 있는 농도

\bar{x} = 평균 측정값

이와 같이 측정했을 때 정밀도는 10 % 이내, 정확도는 75 % ~ 125 % 이내이어야 한다. 또한 전처리를 제외한 분석과정에서의 정확도는 정확한 농도를 알고 있는 표준용액을 4 회 이상 분석하여, 동일한 방법으로 산출할 수 있다.

6.1.3 검정곡선의 작성 및 검증

정량범위 내에서 바탕시료를 제외한 3 개 이상의 농도에 대해 검정곡선을 작성하고 얻어진 검정곡선의 결정계수 (R^2)가 0.98 이상 또는 감응인자의 상대표준편차가 20 % 이내이어야 하며 결정계수나 감응인자의 상대표준편차가 허용범위를 벗어나면 재작성하도록 한다. 시료분석 과정 중, 검정곡선의 직선성을 검증하기 위하여 각 시료군마다 1 회씩의 검정곡선 검증을 실시하는 것이 바람직하다. 검증은 방법검출한계의 (5 ~ 50) 배 또는 검정곡선의 중간 농도에 해당하는 표준용액에 대한 측정값이 검정곡선 작성시의 값과 10 % 이내에서 일치하여야 한다. 만약 이 범위를 넘는 경우, 검정곡선을 재작성하여야 한다. 이 때 검정곡선 작성용 표준용액은 제조한 표준물질과는 다른 회사의 표준물질을 사용하여 조제하는 것이 바람직하다.

6.1.4 방법바탕시료의 측정

방법바탕시료 (method blanks)는 오염되지 않은 시료채취용 여과지를 분석시료와 동일한 방법으로 전처리한 시료로서, 측정값은 방법검출한계 이하이어야 한다. 시료군마다 1 개의 방법바탕시료를 측정한다.

6.1.5 내부정도관리 주기

내부정도관리 주기는 방법검출한계, 정밀도와 정확도의 측정은 연 1 회 이상 측정하는 것을 원칙으로 하며, 분석자의 변경, 분석 장비의 수리나 이동 등 주요 변동사항이 발생한 경우에는 수시로 실시한다. 검정곡선의 검증 및 방법바탕시료의 측정은 시료군당 1 회 실시하여야 한다.

7.0 분석절차

7.1 전처리 방법

채취한 시료는 그 성상에 따라, 표 3의 처리방법에 의하여 처리하고 분석 시료용액을 조제한다.^[1]

표 3. 시료의 성상 및 처리 방법

성상	처리방법
타르 기타 소량의 유기물을 함유하는 것	질산-염산법, 질산-과산화수소법, 마이크로파 산분해법
유기물을 함유하지 않는 것	질산법, 마이크로파 산분해법
다량의 유기물 유리탄소를 함유하는 것 셀룰로스 섬유제 여과지를 사용한 것	저온회화법

7.1.1 산분해법

7.1.1.1 질산-과산화수소법

시료를 채취한 여과지를 적당한 크기로 잘라서 250 mL의 둥근바닥 플라스크에 넣는다. 여기에 질산 (1 + 1) 60 mL와 과산화수소 10 mL를 가한 다음 볼콘텐서를 연결하고 물중탕에서 1 시간 ~ 2 시간 환류 가열한다. 방치하여 냉각한 후 과산화수소 10 mL씩을 2 회에 걸쳐 가한다. 냉각 후 볼콘텐서를 정제수로 씻고 상층액을 가만히 따라 여과지 5A를 써서 거른다. 뜨거운 정제수 30 mL를 플라스크에 가하고 물중탕기에서 5 분 ~ 10 분간 가열하고 이것을 앞에서 사용한 여과지를 써서 거른다. 이 조작을 반복하고 다시 따뜻한 질산 (2 + 98)으로 여과지를 씻는다. 여과용액과 씻은 액을 물중탕 중에서 가열 증발시켜 건조되지 않을 정도로 농축^[2]한다. 여기에 질산 (1 + 4) 10 mL를 가하고 물중탕기에서 가열하여 녹이고 식힌 후 250 mL 부피플라스크에 옮기고 질산 (2 + 98)으로 표선까지 채운다.

[1] 처리방법에 있어서의 조작은 바깥지름 25 mm인 원통 여과지를 쓰는 경우를 기준으로 한다. 바깥지름 25 mm 이외의 원통 여과지를 쓰는 경우에는 그 크기에 비례하여 사용하는 시약의 양을 비례적으로 증감한다.

[2] 분석 시 산의 농도에 의한 영향이 무시되는 경우에는 증발 농축을 생략하고 식힌 후 정제수로서 250 mL로 한다.

7.1.1.2 질산-염산법

시료^[3]를 채취한 여과지를 적당한 크기로 잘라서 250 mL의 둥근바닥 플라스크에 넣고 질산 15 mL와 염산 (1 + 1) 70 mL를 가한 다음 볼콘덴서를 연결하고 물중탕기에서 1 시간 ~ 2 시간 환류 가열한다.

냉각 후 볼콘덴서를 정제수로 씻는다. 다시 정제수를 가하여 용액의 양을 약 150 mL로 하고 상층액을 따라 여과지 5A를 써서 거른다. 이렇게 씻는 조작을 몇 번 반복하고 여과지는 질산 (2 + 98)으로 씻는다. 이 여과용액과 씻은 액을 가열판위에서 가열 증발시켜 소량으로 만든다. 다시 이 액을 물중탕 중에서 완전 건조될 때까지 가열한다. 건조 후 질산 (1 + 4) 25 mL를 가하고 찌꺼기를 가열하여 녹인다. 식힌 후 250 mL 부피플라스크에 옮겨 넣고 정제수를 표선까지 가한다.

7.1.1.3 질산분해법

시료를 채취한 여과지를 적당한 크기로 잘라서 250 mL 코니컬 비커에 넣고 질산 (1 + 5) 100 mL를 가한 다음 물중탕기에서 30 분 ~ 60 분간 가열한다. 이하 7.1.1.1의 여과 조작 이후에 따라 시험한다.

7.1.1.4 마이크로파 산분해법

7.1.1.4.1 시료를 채취한 여과지를 깨끗이 세척한 세라믹 가위 또는 유리 재질 형판을 사용하여 여러 조각으로 잘게 자르고 비닐장갑이나 플라스틱 핀셋을 사용하여 자른 여과지를 테플론 용기로 옮긴다. 피펫으로 5.5 % 질산 / 16.7 % 염산 혼합산 용액 20 mL를 가하여, 혼합산 용액이 여과지를 완전히 덮도록 한다.

7.1.1.4.2 동일한 방법으로 12 개 (마이크로파 분해 장치의 용량에 따름)의 시료를 각각의 테플론 용기에 처리하여 넣은 후 마개를 단단히 닫는다. 이때 12 개 중 1 개의 용기에는 사용하지 않은 여과지와 혼합산용액 20 mL를 가하여 분석용 바탕시험용액으로 사용한다. 12 개의 용기를 마이크로파 분해 장치의 회전반에 고정하고, 1 200 W 세기로 마이크로파를 10 분간 상승시켜 180 °C 에서 10 분간 유지한다 (단, 용기의 수가 12 개 미만일 때는 마이크로파 세기를 1 개당 약 5 %의 비율로 줄여서 조사함). 마이크로파 조

[3] 흡입구로부터 여과지까지의 관의 내측에 붙어 있는 것도 적당한 방법으로 시료용액에 포함하도록 한다.

사가 끝나면 압력을 낮추고 용기를 상온으로 냉각시킨다.

7.1.1.4.3 볼텍스 믹서에서 2 분 ~ 3 분간 혼합한 후 나일론 또는 테플론 주사기 필터 (0.45 μm)를 사용하여 50 mL 부피플라스크에 여과한다. 다시, 3 % 질산 / 8 % 염산 용액 5 mL로 테플론 용기를 세척하여 주사기 필터로 여과한 후 위의 여과용액과 합친다. 그리고 정제수를 사용하여 최종 부피가 50 mL가 되도록 부피플라스크에서 뭍힌다. 이때 시료용액의 산농도는 3 % 질산 / 8 % 염산이다.

7.1.1.5 회화법

7.1.1.5.1 시료^[4]를 채취한 여과지를 적당한 크기로 자르고, 자기도가니에 넣은 다음, 전기로^[5]를 써서 500 °C에서 회화^[6]한 다음 백금도가니에 옮겨 넣는다. 여기에 황산 (1 + 3) 몇 방울과 플루오린화수소 (HF, hydrogen fluoride) 20 mL를 가하고 통풍실 안에서 가열판 위에 올려놓고 극히 서서히 가열한다. 황산의 흰 연기가 발생하기 시작하면 온도를 올려서, 황산의 흰 연기가 없어질 때까지 가열한다. 방치하여 냉각한 후 황산 (1 + 3) 1 방울 ~ 2 방울과 플루오린화수소 5 mL를 가하고, 재차 황산의 흰 연기가 발생하지 않을 때까지 가열한다. 이어 백금도가니를 직화로 가열하여 서서히 온도를 올려서, 황산의 흰 연기가 발생하지 않을 때까지 가열한 다음 방치하여 냉각한다.

7.1.1.5.2 용융제로서 탄산소듐 (Na_2CO_3 , sodium carbonate) 2 g과 질산소듐 (NaNO_3 , sodium nitrate) 0.1 g을 가한 다음 서서히 온도를 올려서 강열하여 녹이며, 이때금 도가니를 흔들어서 내용물을 잘 섞고 약 20 분간 용해 조작을 계속한다. 방치하여 냉각한 내용물을 백금도가니와 함께 200 mL 비커에 옮겨 넣고 소량의 온수를 가하여 물중탕에서 가열, 추출한다.^{[7][8]}

[4] 흡입구로부터 여과지까지의 관의 내면에 붙은 것도 적당한 방법으로 시료용액에 포함하도록 한다.

[5] 다량의 탄소를 함유하는 시료인 경우는 산화가 곤란하므로 충분히 시간을 갖고 회화할 필요가 있다.

[6] 시료 중에 유기물과 유리탄소를 거의 함유하지 않는 경우는 이 조작을 생략하여도 좋다.

[7] 역류방지기에 크로뮴이 붙어있는 경우에는 온수와 질산 (1 + 1) 몇 방울로서 추출하여 거르고 세척하여 자기도가니에 옮겨 거의 건조될 때까지 농축한 다음 시료용액에 가한다.

[8] 분해가 어려운 시료를 녹일 때에는 먼저 쓴 용제에 다시 붕산소듐 ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$, sodium borate) 0.2 g 정도를 가한다.

[주 6] 크로뮴의 경우, 삼산화이크로뮴 (Cr_2O_3)는 단단한 결정 구조를 가지며 산에 강한 저항력을 지닌다. 이러한 물질이 존재할 때, 시료의 전처리법으로 회화법을 사용하는 것이 바람직하며, 회화법으로도 시료의 완전한 용출은 이루어지지 않을 수 있다.

7.1.1.6 저온회화법

7.1.1.6.1 시료^[9]를 채취한 여과지를 회화실에 넣고 약 200 °C 이하에서 회화한다 (그림 3의 저온회화장치 사용). 셀룰로스섬유제 여과지를 사용했을 때에는 그대로, 유리섬유제 또는 석영섬유제 여과지를 사용했을 때에는 적당한 크기로 자르고 250 mL 원뿔형 비커에 넣은 다음 염산 (1 + 1) 70 mL 및 과산화수소수 (30 %) 5 mL를 가한다. 이것을 물중탕 중에서 약 30 분간 가열하여 녹인다. 이하 7.1.1.1의 여과조작에 준하여 조작을 한다. 이때 질산 (2 + 98)대신에 염산 (2 + 98)을 쓴다.

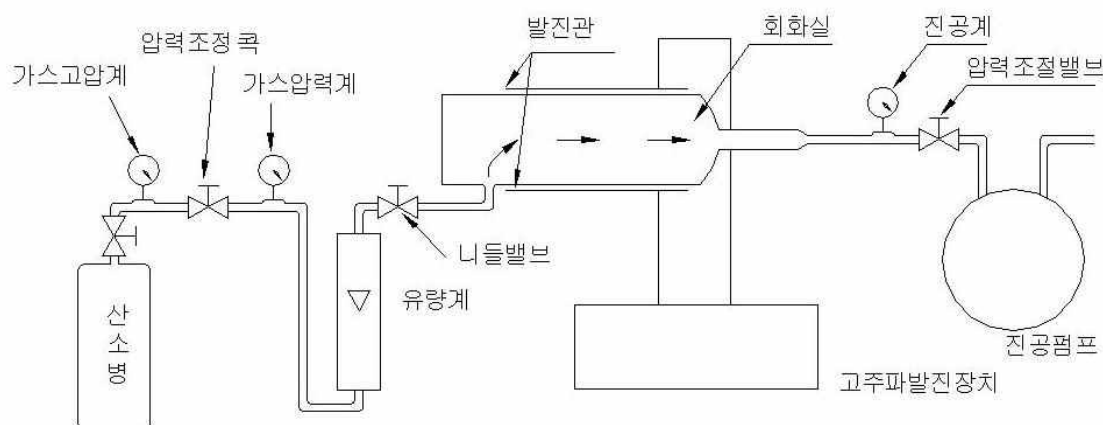


그림 3. 저온회화 장치

7.1.2 용매추출법

7.1.2.1 1-피롤리딘다이싸이오카바산법

시료용액 중에 소듐, 포타슘, 마그네슘, 칼슘 등의 농도가 높고, 분석하고자 하는 카드뮴, 납, 니켈의 농도가 낮은 경우에 사용하여 정량할 수 있다.

7.1.2.1.1 시료용액의 적정량을 비커에 취해 아세트산-아세트산소듐 완충용액 (pH 5)

[9] 7.1.1.2의 [4]와 같다.

10 mL를 가하여 암모니아수 (1 + 1) 또는 질산 (1 + 10)으로 pH를 5.2 로 조절한다.

[주 7] 아세트산-아세트산소듐 완충용액 (pH 5)은 사용 전에 1-피롤리딘다이싸이오카바산암모늄 용액 2 mL, 헥사메틸렌암모늄헥사메틸렌다이싸이오카바산의 메탄올 용액 2 mL 및 자일렌 5 mL ~ 20 mL를 가하여 흔들어 혼합하고, 정제한 것을 사용한다.

7.1.2.1.2 이 용액을 1 L 분별깔때기 (또는 200 mL ~ 500 mL)에 옮기고, 1-피롤리딘다이싸이오카바산암모늄 용액 2 mL, 헥사메틸렌암모늄헥사메틸렌다이싸이오카바산의 메탄올 용액 2 mL를 가하여 혼합한 후 자일렌 일정량 (5 mL ~ 20 mL)을 가하여 약 5 분간 세게 흔들어 정치한다.

7.1.2.1.3 정제수층을 버리고 자일렌층을 시험관에 넣어 납, 니켈, 카드뮴 정량에 이용한다.

7.1.2.2 트라이옥틸아민 추출법

시료용액 중에 소듐, 포타슘, 마그네슘, 칼슘 등의 농도가 높고, 크로뮴의 농도가 낮은 경우에는 다음과 같이 조작을 행한 후 측정할 수 있다.

7.1.2.2.1 시료용액 적정량 (크로뮴으로 5 µg ~ 100 µg을 함유)을 100 mL 비커에 취하여 황산 (1 + 2) 2 mL를 가하고, 과망간산포타슘 용액을 몇 방울씩 가하면서 용액의 색이 계속 약한 적색을 유지하도록 수 분간 계속해서 끓여준다.

7.1.2.2.2 흐르는 정제수로 냉각하고, 이것을 분별깔때기에 옮기고 정제수를 가해 약 100 mL가 되게 한다. 트라이옥틸아민의 아세트산부틸 용액 20 mL를 가하여, 약 10 분간 잘 흔들어 혼합한 후 방치한다.

7.1.2.2.3 아세트산부틸층을 그대로 플라즈마 토치 중에 분무하여 크로뮴을 정량한다. 또한 아세트산부틸 대신에 4-메틸-2-펜타논 ($C_6H_{12}O$, 4-methyl-2-pentanone)을 사용해도 좋다.

7.2 측정방법

7.2.1 절대검정곡선법

7.2.1.1 시료의 측정

7.2.1.1.1 시료용액을 유도결합플라스마 분광법에 따라 플라스마 토치 중에 분무하여, 구리 (324.75 nm), 납 (220.35 nm), 니켈 (231.60 nm 또는 221.647 nm), 아연 (206.19 nm), 철 (259.94 nm), 카드뮴 (226.50 nm), 크로뮴 (357.87 nm 또는 206.149 nm), 비소 (193.696 nm) 특성 파장에서의 발광세기를 측정한다.^[10]

[주 8] 염의 농도가 높은 시료용액의 경우 검정곡선법으로 분석할 경우 간섭영향이 있으므로 표준물질첨가법을 사용하는 것이 좋다. 다만 이 경우는 시료용액의 종류에 상관없이 바탕시험 값 보정을 하여야 한다.

[주 9] 고차 스펙트럼선이 사용가능한 장치에서는 고차 스펙트럼선을 사용해 측정하면 좋다. 또한 정밀도, 정확도를 확인하려면 다른 파장을 사용해도 좋다.

7.2.1.1.2 검정곡선으로부터 각 성분의 양을 구하여, 시료용액 중 금속 성분의 농도 (mg/L)를 산출한다.

7.2.1.1.3 현장바탕시료에 대해 동일한 조작을 하고, 시료용액에서 얻은 농도를 보정한다.

7.2.1.2 검정곡선의 작성

7.2.1.2.1 금속 (구리, 납, 니켈, 비소, 철, 카드뮴, 크로뮴, 비소) 표준용액 (10 mg/L)을 시료의 농도에 따라 0.1 mL ~ 25 mL 범위 내에서 100 mL 부피플라스크에 3개 이상 단계적으로 취한다.

7.2.1.2.2 여기에 시료용액과 동일한 조건이 되도록 산을 가한 후 정제수를 표선까지 채운다. 이 용액에 대해 7.2.1.1.1의 조작을 행한 후,^[11] 표준용액의 농도와 발광세기에 대

[10] 용매추출법을 행하여 자일렌층을 그대로 분무하는 경우의 검정곡선은 금속 표준용액 (10 mg/L)을 적당한 농도 (0.1 mg/L ~ 1 mg/L)로 묶히고 0.1 mL ~ 25 mL의 범위에서 단계적으로 취해 일정량으로 한 후 시료용액과 동일하게 7.2.1.1의 조작을 행하여 금속의 양과 발광세기와의 관계선을 작성한다.

[11] 회화법으로 전처리한 경우, 검정곡선 작성용 표준용액의 제조 시 플로오린화수소를 가하여 시료용액과 동일한 조건을 만드는 것이 가능하지 않을 수 있으며, 매질보정이 필요한 경우 플루오린화수소의 사용이 가능한 내부식성 시료도입시스템

한 검정곡선을 작성한다.

[주 10] 카드뮴, 납, 구리, 니켈, 아연, 철, 크로뮴, 비소는 혼합표준용액을 사용하여 동시에 측정할 수 있으며, 금속 성분별로 각각 검정곡선을 작성한다.

7.2.1.2.3 검정곡선은 시료 측정 시에 작성한다.

7.2.2 상대검정곡선법

7.2.2.1 시료의 측정

7.2.2.1.1 시료용액의 적정량을 100 mL 부피플라스크에 취하여 이트륨 (50 µg/mL) 10 mL를 가하고, 7.2.1.1의 시료용액과 동일한 조건이 되도록 산을 가한 뒤 정제수를 표선까지 채운다.

7.2.2.1.2 이 용액에 대해 7.2.1.1의 조작을 행하여 구리, 납, 니켈, 아연, 카드뮴, 철, 크로뮴, 비소 각각의 특성파장과 이트륨 파장 (317.029 nm)의 발광세기를 측정하고, 각 성분과 이트륨의 발광세기의 비를 구한다.

7.2.2.1.3 이 검정곡선으로부터 시료용액에 대해 얻은 발광세기 비에 해당하는 구리, 납, 니켈, 아연, 카드뮴, 철, 크로뮴, 비소의 양을 구하고, 시료용액 중의 농도 (mg/L)를 산출한다.

7.2.2.1.4 현장바탕 시험용액을 같은 조작을 하여 결과를 보정한다.

7.2.2.2 검정곡선의 작성

7.2.2.2.1 금속 (구리, 납, 니켈, 아연, 카드뮴, 철, 크로뮴, 비소) 표준용액 (10 mg/L) 0.1 mL ~ 25 mL를 100 mL 부피플라스크에 단계적으로 취하고, 이트륨 용액 (50 µg/mL) 10 mL를 각각 가한다. 이를 다시 7.2.2.1의 시료용액과 동일한 조건이 되도록 산을 가한 후, 정제수를 표선까지 채운다.

7.2.2.2.2 이 용액을 유도결합플라즈마 분광법에 따라 플라즈마 토치 중에 분무하여

및 시험기구가 준비되어야 한다.

구리, 납, 니켈, 아연, 카드뮴, 철, 크로뮴, 비소 각각의 특성 파장과 이트륨 파장 (371.029 nm)의 발광세기를 측정한 후, 각 성분의 농도에 대한 각 성분들과 이트륨과의 발광세기 비를 구하여 검정곡선을 작성한다.

8.0 결과 보고

8.1 농도의 계산

배출가스 중의 해당 금속 농도는 0 ℃, 760 mmHg로 환산한 공기 1 Sm³ 중 금속의 mg 수로 나타내며, 다음 (식 3)에 따라서 계산한다.

$$C = C_S \times \frac{V_f}{V_s} \times \frac{1}{1000} \quad (\text{식 3})$$

여기서, C : 표준상태에서 건조한 배출가스 중의 입자상 금속 농도 (mg/Sm³)

C_S : 7.2에서 구한 시료용액 중의 금속 농도 (μg/mL)

V_f : 7.1에서 조제한 분석용 시료용액의 최종 부피 (mL)

V_s : 5.2에서 채취한 표준상태에서의 건조한 시료가스 채취량 (Sm³)

9.0 참고자료

9.1 EPA METHOD IO-3, "Compendium of methods for the determination of inorganic compounds in ambient air", US EPA, (1999)

9.2 JIS K 0083, "Method for determination of metals in flue gas", Japanese industrial standards committee, (2017)

9.3 EPA METHOD 29, "Determination of Metals Emissions from Stationary Sources", US EPA, (2017)

9.4 EPA Method 3051A, "Microwave Assisted Acid Digestion of Sediments, Sludges, Soils, and Oils", US EPA, (2007)

9.5 한국산업표준 (KS), KS I 2200, “연도가스의 오염물질 측정방법”, 산업표준심의회, (2014)

10.0 부록

표 4. 외국의 유도결합플라스마 분광법의 측정파장, 감도 및 검출한계*

원소	측정 파장 (nm)	감도 ($\mu\text{g/mL}$)	최대정량농도 ($\mu\text{g/mL}$)	방법검출한계(MDL)	
				($\mu\text{g/mL}$)	(ng/Sm^3)
Cd	226.50	37 438	~ 4.0	0.005	1.1
Pb	220.35	10 324	~ 25.0	0.032	7.0
Cr	357.87	76 772	~ 4.0	0.012	2.6
Cu	324.75	159 213	~ 20.0	0.010	2.2
Ni	231.60	4 306	~ 5.0	0.014	3.1
Zn	206.19	478	~ 20.0	0.120	26.4
Fe	259.94	16 985	~ 50.0	0.034	7.5
As	193.696	5 063	~ 5.0	0.025	5.5

* EPA METHOD IO-3, "Compendium of methods for the determination of inorganic compounds in ambient air", US EPA, (1999)

표 5. 외국의 분석방법에 따른 공기여과지 (air filter) 시료의 최소검출한계 비교*

원소	최소검출한계 (ng/Sm^3)						
	FAA	GFAA	XRF	ICP	ICP/MS	PIXE	NAA
Cd	0.2	0.000 3	6.62	1.1	0.02	201.62	4.2
Pb	2.2	0.05	0.45	7.0	0.01	16.85	-
Cr	0.7	0.01	0.90	2.6	0.01	3.91	0.9
Cu	0.4	0.02	0.21	2.2	0.01	2.71	0.9
Ni	1.1	0.10	0.18	3.1	0.02	2.37	-
Zn	0.2	0.000 1	0.30	26.4	0.04	3.61	9.2
Fe	1.1	0.02	0.21	7.5	0.01	2.71	4.6
As	100	0.20	0.24	5.5	0.3	5.42	0.09

* EPA METHOD IO-3, "Compendium of methods for the determination of inorganic compounds in ambient air", US EPA, (1999)