

배출가스 중 금속화합물 -

2021

원자흡수분광광도법
(Metals Compounds in Flue Gas -
Atomic Absorption Spectrophotometry)

1.0 개요

1.1 목적

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

1.1.2 구리, 납, 니켈, 아연, 철, 카드뮴, 크로뮴, 베릴륨을 원자흡수분광광도법에 의해 정량하는 방법으로, 시료용액을 직접 공기-아세틸렌 불꽃에 도입하여 원자화 시킨 후, 각 금속 성분의 특성파장에서 흡광세기를 측정하여 각 금속 성분의 농도를 구한다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험기준은 연료 및 기타 물질의 연소, 금속의 제련 및 가공, 요업, 약품제조, 폐기물 처리 등에 수반하여 굴뚝 등에서 배출되는 배출가스 중에서 존재하는 금속 (구리, 납, 니켈, 아연, 철, 카드뮴, 크로뮴, 베릴륨) 및 그 화합물의 분석방법에 대하여 규정한다. 입자상 금속화합물은 강제 흡입 장치를 통해 여과장치에 채취하고, 분석농도를 구한 후 배출가스 유량에 따라 배출가스 중의 금속 농도를 산출한다.

1.2.2 원자흡수분광광도법을 이용한 각 금속의 측정파장, 정량범위, 정밀도 및 방법검출한계는 표 1과 같다.

표 1. 원자흡수분광광도법의 측정과장, 정량범위, 정밀도 및 방법검출한계

측정 금속	측정과장 (nm)	정량범위 (mg/Sm ³)	정밀도 (% 상대표준편차)	방법검출한계 (mg/Sm ³)
Cu	324.8	0.012 ~ 5.000	10 이내	0.004
Pb	217.0/283.3	0.050 ~ 6.250	10 이내	0.015
Ni	232.0	0.010 ~ 5.000	10 이내	0.003
Zn	213.8	0.003 ~ 5.000	10 이내	0.001
Fe	248.3	0.125 ~ 12.50	10 이내	0.037
Cd	228.8	0.010 ~ 0.380	10 이내	0.003
Cr	357.9	0.100 ~ 5.000	10 이내	0.030
Be	234.9	0.010 ~ 0.500	10 이내	0.003

1.3 간섭 물질

1.3.1 광학적 간섭

분석하고자 하는 금속과 근접한 파장에서 발광하는 물질이 존재하거나, 측정과장의 스펙트럼이 넓어질 때, 이온과 원자의 재결합으로 연속 발광할 때 또는 분자띠 발광 시에 발생할 수 있다. 광학적 간섭은 측정에 사용하는 스펙트럼이 다른 인접선과 완전히 분리되지 않아 파장선택부의 분해능이 충분하지 않기 때문에 검정곡선의 직선영역이 좁고 구부러져 측정감도 및 정밀도가 저하된다. 이 경우 다른 파장을 사용하여 다시 측정하거나 표준물질첨가법을 사용하여 간섭효과를 줄일 수 있다.

1.3.2 물리적 간섭

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

1.3.3 화학적 간섭

화학적 간섭은 원자화 불꽃 중에서 이온화하거나, 공존물질과 작용하여 해리하기 어려운 화합물이 생성되는 경우 발생할 수 있다. 이온화로 인한 간섭은 분석대상 원소보다 이온화 전압이 더 낮은 원소를 첨가하여 측정 원소의 이온화를 방지할 수 있고, 해리

하기 어려운 화합물을 생성하는 경우에는 용매추출법을 사용하여 측정원소를 추출하여 분석하거나 표준물질첨가법을 사용하여 간섭효과를 줄일 수 있다.

1.3.4 시료 내 납, 카드뮴, 크로뮴의 양이 미량으로 존재하거나 방해물질이 존재할 경우, 용매추출법을 적용하여 정량할 수 있다.

1.3.5 니켈 분석 시 다량의 탄소가 포함된 시료의 경우, 시료를 채취한 여과지를 적당한 크기로 잘라서 자기도가니에 넣어 전기로를 사용하여 800 °C에서 30 분 이상 가열한 후 전처리 조작을 행한다. 또한 카드뮴, 크로뮴 등을 동시에 분석하는 경우에는 500 °C에서 2 시간 ~ 3 시간 가열한 후 전처리 조작을 행한다.

1.3.6 아연 분석 시 213.8 nm 측정파장을 이용할 경우 불꽃에 의한 흡수 때문에 바탕선 (baseline)이 높아지는 경우가 있다.

1.3.7 철 분석 시 니켈, 코발트가 다량 존재할 경우 간섭이 일어날 수 있다. 이때 검정곡선용 표준용액의 매질을 일치시키고 아세틸렌-아산화질소 불꽃을 사용하여 분석하거나, 흑연로원자흡수분광광도법을 이용하여 간섭을 최소화 시킬 수 있다. 규소를 다량 포함하고 있을 때는 0.2 g/L 염화칼슘 (CaCl_2 , calcium chloride) 용액을 첨가하여 분석하고, 유기산 (특히 시트르산)이 다량 포함되어 있을 때는 5 g/L 인산을 가하여 간섭을 줄일 수 있다.

1.3.8 카드뮴 분석 시 알칼리금속의 할로젠화물이 다량 존재하면, 분자흡수, 광산란 등에 의해 양의 오차가 발생한다. 이 경우에는, 미리 카드뮴을 용매추출법으로 분리하거나 바탕시험 값 보정을 실시한다.

1.3.9 크로뮴 분석 시 아세틸렌-공기 불꽃에서는 철, 니켈 등에 의한 방해를 받는다. 이 경우 황산소듐, 황산포타슘 또는 이플루오린화수소암모늄을 10 g/L 정도 가하여 분석하거나, 아세틸렌-아산화질소 불꽃을 사용하여 방해를 줄일 수 있다.

2.0 용어정의

2.1 감도

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

2.2 표준원액

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

2.3 표준용액

검정곡선 작성에 사용되며, 용도에 따라 표준원액을 적당한 농도 범위로 묽혀 조제한다. 표준용액은 가능한 한 시료의 매질과 동일한 조성을 갖도록 조제해야 한다.

2.4 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 이상의 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 부피, 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 물증탕기

온도조절이 가능하고 자석교반기가 설치된 것

3.2.2 마이크로파 산분해법

3.2.2.1 마이크로파 산분해장치

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

3.2.2.2 테플론 분해용기

산에 안전한 PFA (poly fluoroalkoxy) 또는 PTFE (polytetrafluoroethylene) 재질의 전용 용기

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 재질의 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 ℃ 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 저온회화장치

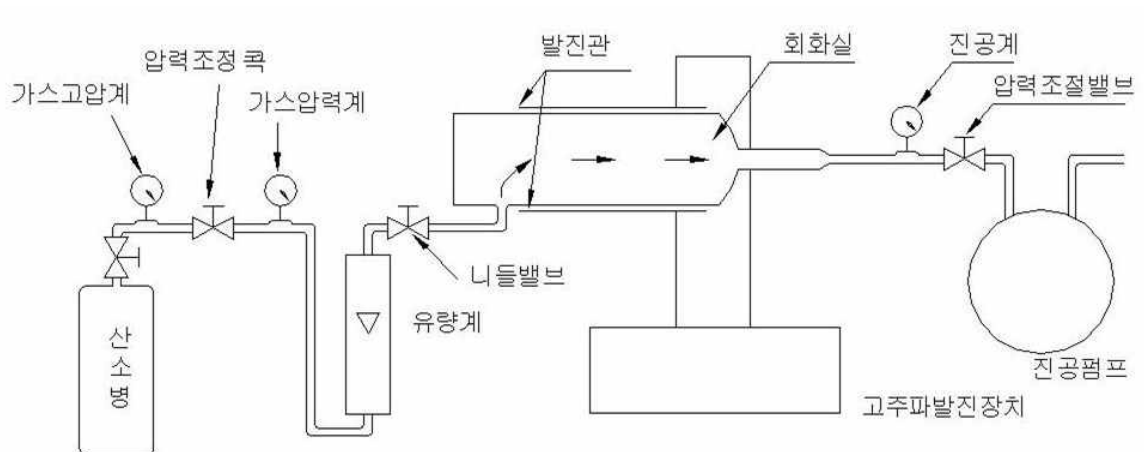


그림 1. 저온회화장치

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 유리기구(분류산 유리기구 (borosilicate glass))를 사용하며, 세제를 이용하여 세척 후, 사용 전에 질산 (1 + 1)에 4 시간 이상 담그고 정제수로 2 번 이상 헹군다.

3.2.6 흡 후드

시료의 산 분해 등에서 발생하는 위해성 증기 배기 장치

3.3 시료 분석용 장치 및 기구

3.3.1 원자흡수분광광도계

원자흡수분광광도 분석용 1 식

3.3.2 속빈음극램프

원자흡수분광광도법에 의한 금속원소 분석용

3.3.3 부피플라스크

100 mL 부피

3.3.4 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 (HNO₃, 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 % HNO_3 / 8 % HCl)

4.1.4.3의 용액을 약 2 배로 묽힌다.

4.1.5 회화법

4.1.5.1 탄산소듐 (Na_2CO_3 , 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 (H_2SO_4 , sulfuric acid, 분자량: 98.09, 순도 98.0 %)

4.1.5.4 질산 (HNO_3 , 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 다이에틸다이싸이오카바미산 추출법

4.1.7.1.1 시트르산이암모늄 용액 (100 g/L)

시트르산이암모늄 ($C_6H_{14}N_2O_7$, ammonium citrate, 분자량: 226.19) 10 g을 정제수 약 80 mL에 녹인다. 암모니아수 (1 + 1)를 떨어뜨려서 pH를 약 7로 조절한 다음, 정제수를 가하여 100 mL로 만들어준다. 이것을 분별깔때기에 옮겨 담고 디티존 · 클로로폼 용액 (0.05 g/L) 소량을 가한 다음 잘 흔들어 섞고 정치하여 클로로폼층을 분리한다. 이 조작을 클로로폼층이 녹색을 계속 유지할 때까지 반복한다. 다음에 정제 클로로폼 5 mL ~ 10 mL를 가하고 잘 흔들어 섞은 다음 정치하여 클로로폼층을 분리한다. 정제수 층을 마른 여과지로 여과해서 클로로폼의 작은 입자를 제거한다.

4.1.7.1.2 브로모티몰블루 용액 (1 g/L)

브로모티몰블루 ($C_{27}H_{28}Br_2O_5S$, bromothymol blue, 분자량: 624.38) 0.1 g을 에탄올에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.7.1.3 다이에틸다이싸이오카바미산소듐 용액 (10 g/L)

다이에틸다이싸이오카바미산소듐 · 3수화물 $[(C_2H_5)_2NNaCS_2 \cdot 3H_2O]$, sodium diethyldithiocarbamate trihydrate, 분자량: 171.26] 1 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한

다. 찬 곳에 보관하여야 하며 장기간 보관할 수 없으므로 사용할 때에 조제한다.

4.1.7.1.4 아세트산뷰틸 ($\text{CH}_3\text{CO}_2(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3$, butyl acetate)

4.1.7.2 디티존 · 클로로폼 추출법

4.1.7.2.1 시트르산이암모늄 용액 (100 g/L)

4.1.7.1.1에 따른다.

4.1.7.2.2 염산하이드록실아민 용액 (100 g/L)

염산하이드록실아민 ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$, hydroxylamine hydrochloride, 분자량: 69.49) 10 g을 정제수에 녹여 100 mL로 한다.

4.1.7.2.3 티몰블루 용액 (1 g/L)

티몰블루 ($\text{C}_{27}\text{H}_{30}\text{O}_5\text{S}$, thymol blue, 분자량: 446.59) 0.1 g을 에탄올 90 mL에 녹이고 정제수를 가하여 100 mL로 한다.

4.1.7.2.4 암모니아수 (1 + 1)

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

4.1.7.2.5 암모니아수 (1 + 100)

암모니아와 정제수를 부피비가 각각 (1 : 100)이 되도록 혼합하여 조제한다.

4.1.7.2.6 디티존 · 클로로폼 용액 (0.3 g/L)

새로 정제한 디티존 ($\text{C}_{13}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{S}$, Diphenylthiocarbazone, 분자량: 256.33) 0.3 g을 클로로폼에 녹여 1 L로 한다.

4.1.7.2.7 (2 + 98) 염산

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

4.1.7.3 트라이옥틸아민 추출법

4.1.7.3.1 과망간산포타슘 용액 (3 g/L)

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

4.1.7.3.2 황산 (1 + 2)

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

4.1.7.3.3 트라이옥틸아민 아세트산부틸 용액 (3 g/L)

트라이옥틸아민 ($((\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7)_3\text{N}$, trioctylamine, 분자량: 353.68) 0.3 g을 아세트산부틸에 녹여서 100 mL로 한다.

4.1.7.3.4 아세트산부틸 ($\text{CH}_3\text{CO}_2(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3$, butyl acetate)

4.1.8 원자흡수분광광도계용 기체

4.1.8.1 가연성 기체

아세틸렌 (C_2H_2)

4.1.8.2 조연성 기체

공기 또는 아산화질소 (N_2O)

4.2 표준용액

4.2.1 구리 표준용액

4.2.1.1 구리 표준원액 (1 mg/mL)

금속구리 (순도 99.9 % 이상) 1 g을 취하여 질산 (1 + 2) 30 mL를 가하고 서서히 가열하여 녹인다. 여기에 황산 1 mL를 가하고 황산 백연이 날 때까지 가열한 후 냉각하여, 1 L 부피플라스크에 옮기고 정제수로 표선까지 채운다.

4.2.1.2 구리 표준용액 (0.01 mg/mL)

4.2.1.1의 구리 표준원액 10 mL를 취하여, 1 L 부피플라스크에 넣고 정제수로 표선까지 채운다. 이 용액은 사용 시 조제한다.

4.2.2 납 표준용액

4.2.2.1 납 표준원액 (0.1 mg/mL)

질산납 ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, lead nitrate) 0.16 g을 정제수에 녹이고 질산 (1 + 1) 1 mL를 가한 다음 1 L 부피플라스크에 넣고 정제수를 표선까지 가한다.

4.2.2.2 납 표준용액 (0.01 mg/mL)

납 표준원액 (0.1 mg/mL) 10 mL를 100 mL 부피플라스크에 넣고, 정제수를 표선까지 가한다. 이 용액은 사용 시 항상 새로 조제한다.

4.2.3 니켈 표준용액

4.2.3.1 니켈 표준원액 (0.1 mg/mL)

금속니켈 (순도 99.9 % 이상) 0.1 g을 달아 염산 (2 + 1) 20 mL와 과산화수소 (30 %) 5 mL에 녹인 후 1 L 부피플라스크에 옮겨 넣고 정제수로 표선까지 채운다.

4.2.3.2 니켈 표준용액 (0.01 mg/mL)

니켈 표준원액 (0.1 mg/mL) 100 mL를 취하여 1 L 부피플라스크에 넣고 정제수를 표선까지 채운다. 이 용액은 사용 시에 조제한다.

4.2.4 아연 표준용액

4.2.4.1 아연 표준원액 (0.1 mg/mL)

금속아연 (순도 99.9 % 이상) 0.1 g을 달아 염산 (1 + 3) 5 mL에 녹인 후 1 000 mL 부피플라스크에 넣고 정제수를 표선까지 채운다.

4.2.4.2 아연 표준용액 (0.01 mg/mL)

아연 표준원액 100 mL를 취하여 1 L 부피플라스크에 넣고, 정제수를 가하여 표선까지 채운다. 이 용액은 항상 사용 시에 새로 조제한다.

4.2.5 철 표준용액

4.2.5.1 철 표준원액 (1 mg/mL)

금속 철 (순도 99.9 % 이상) 1 g을 달아 6 mol/L 질산 50 mL에 녹이고, 1 L 부피플라스크에 넣어 부피분율 2 % 질산으로 표선까지 채운다.

4.2.5.2 철 표준용액 (0.1 mg/mL)

철 표준원액 (1.0 mg/mL)을 부피분율 2 % 질산으로 10 배 묽힌다.

4.2.5.3 철 표준용액 (0.01 mg/mL)

철 표준용액 (0.1 mg/mL)을 부피분율 2 % 질산으로 10 배 묽힌다. 이 용액은 항상 사용 시에 새로 조제한다.

4.2.6 카드뮴 표준용액

4.2.6.1 카드뮴 표준원액 (0.1 mg/mL)

카드뮴 (99.9 % 이상) 0.100 g을 질산 (1 + 10) 50 mL에 녹이고 가열하여 산화질소 기체를 증발시킨 다음 식혀서 1 L 부피플라스크에 넣고 정제수로 표선까지 채운다.

4.2.6.2 카드뮴 표준용액 (0.01 mg/mL 또는 0.001 mg/mL)

카드뮴 표준원액 (0.1 mg/mL)을 분취하여 0.01 mg/mL 또는 0.001 mg/mL을 만든다. 이 용액은 사용 시에 항상 새로 조제한다.

4.2.7 크로뮴 표준용액

4.2.7.1 크로뮴 표준원액 (1 mg/mL)

다이크로뮴산포타슘 ($K_2Cr_2O_7$, potassium dichromate) 0.283 g을 정제수에 녹여서 100 mL로 한다. 경질 유리병에 보존한다.

4.2.7.2 크로뮴 표준용액 (0.1 mg/mL)

크로뮴 표준원액 (1 mg/mL)을 정제수로 정확하게 10 배로 묽게 한다. 이 용액은 사용 시에 항상 새로 조제한다.

4.2.8 베릴륨 표준원액

4.2.8.1 베릴륨 표준원액 (1 mg/mL)

베릴륨 (99 %이상) 0.100 g을 100 mL 비커에 넣고 염산 (1 + 1) 10 mL를 소량씩 가하여 녹이고, 시계접시를 덮고 가열용해한 후 냉각 후 100 mL 부피플라스크로 옮긴다. 비커와 시계접시를 정제수로 세척 후 그 용액을 부피플라스크에 넣고, 정제수를 표선까지 가한다.

4.2.8.2 베릴륨 표준용액 (0.01 mg Be/mL)

4.2.8.1의 용액 1 mL를 100 mL 부피플라스크에 넣고 염산 (1 + 1) 10 mL를 가한 후 정제수로 표선까지 가한다.

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.

5.2.2 시료채취장치는 그림 2와 같다. 이것을 시료채취장치용 스테인리스강제 홀더 (그림 3)에 연결하여 사용한다. 이 때 여과지는 유리섬유제, 석영섬유제 (또는 셀룰로스제) 여과지를 사용한다.

[주 2] 셀룰로스제 여과지를 써서 시료를 채취할 때에는 전처리 시 분해법 및 용매추출법을 따라서는 안 된다.

[주 3] 굴뚝 배출가스의 온도와 여과지와 관계는 표 2에 따른다.

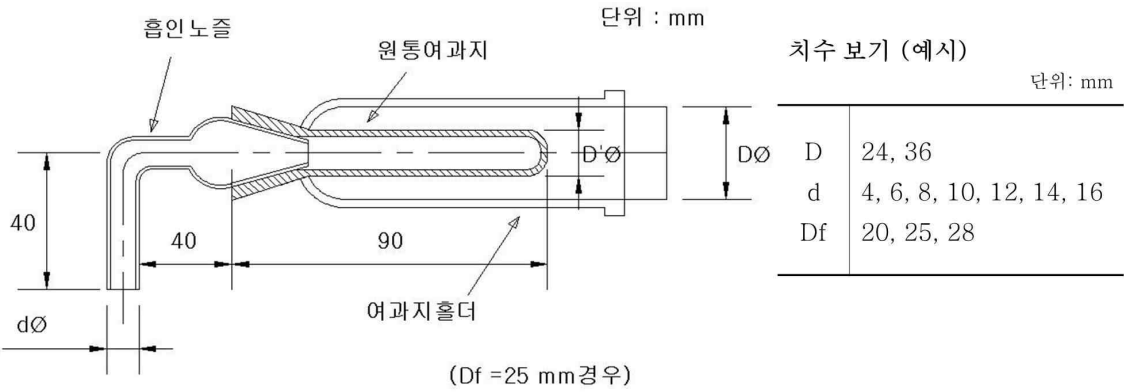


그림 2. 경질유리제 또는 석영유리제 시료채취장치

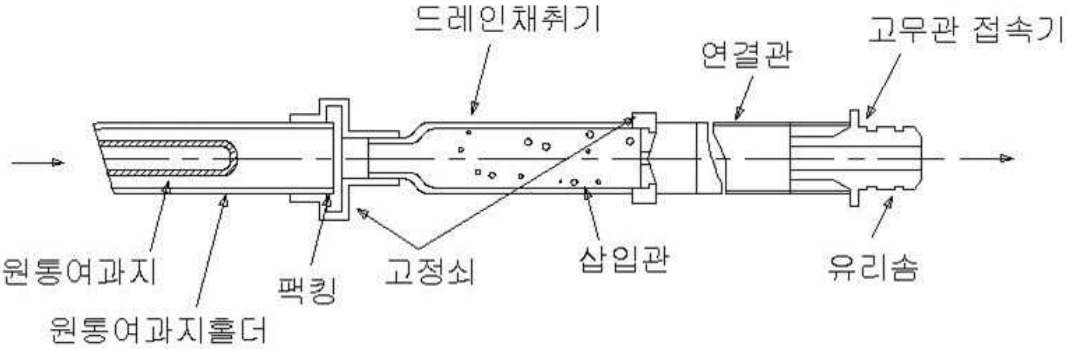


그림 3. 시료채취장치용 스테인리스강제 홀더

표 2. 굴뚝 배출가스 온도와 여과지의 관계

굴뚝 배출가스의 온도	여과지
120 ℃ 이하	셀룰로스 섬유제 여과지
500 ℃ 이하	유리섬유제 여과지
1 000 ℃ 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 (LOQ, 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 회의 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. 이때 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 7.0의 절차와 동일한 방법으로 전처리·분석한 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

채취한 시료는 그 성상에 따라, 표 3의 처리방법에 의하여 처리하고 분석시료용액을 조제한다.^㉓

표 3. 시료의 성상 및 처리 방법

성상	처리방법
타르 기타 소량의 유기물을 함유하는 것	질산-염산법, 질산-과산화수소수법, 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 물중탕기에서 1 시간 ~ 2 시간 환류 가열한다. 방치하여 냉각하고 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 물중탕 중에서 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 물중탕기에서 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.

7.1.1.2 질산-염산법

시료^[1]를 채취한 여과지를 적당한 크기로 잘라서 250 mL의 둥근바닥 플라스크에 넣고

-
- [1] 처리방법에 있어서의 조작은 바깥지름 25 mm인 원통형 여과지를 쓰는 경우를 기준으로 한다. 바깥지름 25 mm 이외의 원통형 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 물로서 250 mL로 한다.
- [3] 흡입구로부터 여과지까지의 관의 내면에 붙은 것도 적당한 방법으로 시료용액에

질산 15 mL와 염산 (1 + 1) 70 mL를 가한 다음 불콘덴서를 연결하고 물중탕 중에서 1 시간 ~ 2 시간 환류 가열한다. 냉각 후 불콘덴서를 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 가열판 위에서 가열 증발시켜 소량으로 만든다. 다시 이 액을 물중탕기에서 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 질산법

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 분해장치의 용량에 따름)의 시료를 각각의 테플론 용기에 넣은 후 마개를 단단히 닫는다. 이때 12 개 중 1 개의 용기에는 사용하지 않은 여과지와 혼합산 용액 20.0 mL를 가하여 분석용 바탕시험용액으로 사용한다. 12 개의 용기를 마이크로파 분해장치의 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 조사가 끝나면 압력을 낮추고 용기를 상온으로 냉각시킨다.

7.1.1.4.3 블텍스 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 용

포함하도록 한다.

액 5 mL로 테플론 용기를 세척하여 주사기 필터로 여과한 후 위의 여과용액과 합친다. 그리고 정제수를 사용하여 최종 부피가 50 mL가 되도록 부피플라스크에서 묽힌다. 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, 이따금 도가니를 흔들어서 내용물을 잘 섞고 약 20 분간 용해 조작을 계속한다. 방치하여 냉각한 내용물을 백금도가니와 함께 200 mL 비커에 옮겨 넣고 소량의 온수를 가하여 물증탕에서 가열, 추출한다.^{[7][8]}

[주 4] 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.

[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 유리 탄소를 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.

7.1.1.6 저온회화법

시료^[9]를 채취한 여과지를 회화실에 넣고 약 200 °C 이하에서 회화한다 (그림 1의 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.

7.1.2 용매추출법 ^[10][11]

7.1.2.1 다이에틸다이싸이오카바미산 추출법

시료 중 납, 카드뮴의 양이 미량으로 존재하거나 방해물질이 존재할 경우 7.1.1의 분해법으로 처리한 시료를 사용하여 아래의 조작을 한다.

7.1.2.1.1 7.1.1에서 조제한 시료용액 적당량 (납 또는 카드뮴으로서 0.02 mg 이하)을 200 mL 분별깔때기에 취한다.

7.1.2.1.2 시트르산이암모늄 용액 10 mL 및 지시약으로 브로모티몰블루 용액 3 방울을 가하여 액의 색이 노란색에서 녹색이 될 때까지 암모니아수 (1 + 1)를 가한다.

7.1.2.1.3 여기에 정제수를 가하여 100 mL로 하고 다이에틸다이싸이오카바미산소듐 용액 5 mL를 가한 다음 흔들어 잘 섞는다.

7.1.2.1.4 여기에 아세트산뷰틸^[12] 10 mL를 가하고, 1 분간 잘 흔들어 섞은 다음 정지

[9] 7.1.1.2의 [주 4]와 같다.

[10] 시료용액 중 다량의 아연, 구리 등이 함유되어 있을 때는 트라이옥틸아민 (trioctylamine)의 4-메틸-2-펜타논 (4-methyl-2-pentanone) 용액으로 추출하여 분석 용액으로 한다.

[11] 납 분석 시, 방해물질 (Ca^{2+} , 고농도 SO_4^{2-} 등)이 존재할 경우에는 용매추출법을 적용하여 정량할 수 있다.

[12] 아세트산뷰틸 대신에 메틸아이소뷰틸케톤을 써도 좋다. 이 경우에는 미리 분별깔때기 속의 시료용액에 황산암모늄 ($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, ammonium sulfate) 5 g을 가하여

하여 아세트산부틸층을 분리하여 분석 용액으로 한다.

7.1.2.2 디티존-톨루엔 추출법^[13]

시료 중 납, 카드뮴의 양이 미량으로 존재하거나 방해물질이 존재할 경우 7.1.1의 분해 방법으로 처리한 시료를 사용하여 아래의 조작을 한다.

7.1.2.2.1 7.1.1에서 조제한 시료용액 적당량 (납 또는 카드뮴으로서 0.02 mg 이하)을 200 mL 분별깔때기에 취하고 시트르산암모늄 용액 10 mL, 염산하이드록실아민 용액 2 mL와 지시약으로 티몰블루 용액 2 방울 ~ 3 방울을 가하여 준다.

7.1.2.2.2 액의 색이 노란색에서 녹색이 될 때까지 암모니아수 (1 + 1)를 가한다. 여기에 정제수를 가하여 100 mL가 되게 한다.

7.1.2.2.3 다시 디티존·클로로폼 용액 20 mL를 가한 다음 약 2 분간 잘 흔들어 섞고 정치하여 분리된 클로로폼층을 다른 분별깔때기에 옮겨 담는다.

7.1.2.2.4 정제수 층에 디티존·클로로폼 용액 5 mL를 가하고 흔들어 섞어 재차 추출한다. 이 추출조작을 클로로폼층이 녹색을 계속 유지할 때까지 반복한다.

7.1.2.2.5 추출한 클로로폼층은 합치고 암모니아수 (1 + 100) 20 mL로 씻고 다음에 정제수 20 mL로 씻는다. 씻은 다음의 클로로폼층에 염산 (2 + 98) 10 mL를 정확하게 가하고 약 2 분간 잘 흔들어 섞은 다음 정치하여 분리된 클로로폼층을 버린다. 정제수 층을 분석 용액으로 한다.

7.1.2.3 트라이옥틸아민 추출법

녹인다.

[13] 시료용액 중에 다량의 철 또는 망간이 함유되어 있는 경우는 카드뮴-디티존 착화합물로서 추출할 수 없다. 이 경우, 시료용액에 브롬민화수소 (HBr, hydrogen bromide)을 가하여 0.3 mol/L ~ 0.5 mol/L의 브로민화수소 용액으로 한 후, 트라이옥틸아민의 자일렌 용액 (부피분율 5 %)를 사용하여 카드뮴을 추출한다. 추출액에 염화암모늄-암모니아 완충용액 (pH 10)을 일정량 가하여 흔들어 섞고 카드뮴을 역추출하여 분석 용액으로 사용한다.

시료 중 크로뮴의 양이 미량으로 존재하거나 방해물질이 존재할 경우 7.1.1의 분해법으로 처리한 시료를 사용하여 아래의 조작을 한다.

7.1.2.3.1 7.1.1에서 조제한 시료용액 적당량 (크로뮴 0.005 mg ~ 0.1 mg을 함유함)을 100 mL 비커에 취하고 여기에 황산 (1 + 2) 2 mL를 가한다. 과망간산포타슘 용액 몇 방울을 가하고 가열한다.

7.1.2.3.2 과망간산 이온의 색이 옅어지면 다시 과망간산포타슘 용액을 가한 다음 조심히 5 분간 끓이고 붉은색이 남을 때까지 이 조작을 되풀이한다.

7.1.2.3.3 흐르는 물에 냉각하고 이것을 분별깔때기에 옮긴 다음 정제수를 가하여 부피를 약 100 mL로 하고, 트라이옥틸아민의 아세트산뷰틸^[14] 용액 20 mL를 가한 다음 10 분간 흔들어 섞고 정지한다.

7.1.2.3.4 분리한 아세트산뷰틸층을 분리하여 분석 용액으로 사용한다.

7.2 측정법

7.2.1 측정하고자 하는 금속의 속빈음극램프를 점등하여 안정화시킨 후, 해당 측정파장에서 원자흡수분광광도법 통칙에 따라 조작을 하여 7.1에서 조제한 시료용액을 써서 흡광도 또는 흡수 백분율을 측정한다.

7.2.2 검정곡선으로부터 해당 금속의 양을 구하고 농도를 산출한다.

7.2.3 현장바탕 시험용액을 써서 같은 조작을 하여 결과를 보정한다.

7.3 검정곡선의 작성

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

[14] 아세트산뷰틸케톤을 써도 좋다.

7.3.2 여기에 시료용액과 동일한 조건이 되도록 산을 가한 후 정제수를 표선까지 채운다. 이 용액에 대해 7.2.1의 조작을 행한 후,^[15] 표준용액의 농도와 흡광도에 대한 검정곡선을 작성한다.

7.3.3 검정곡선을 작성할 때의 산과 그 농도는 시료용액과 같게 하며, 검정곡선은 시료 측정 시에 작성한다.

8.0 결과 보고

8.1 농도의 계산

배출가스 중의 해당 금속 농도는 0 °C, 760 mmHg로 환산한 시료가스 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 : 시료용액 중의 금속 농도 (μg/mL)

V_f : 시료용액의 최종 부피 (mL)

V_S : 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)

[15] 회화법으로 전처리한 경우, 검정곡선 작성용 표준용액의 제조 시, 플루린화수소를 가하여 시료용액과 동일한 조건을 만드는 것이 가능하지 않을 수 있으며, 매질보정이 필요한 경우, 플루오린화수소 사용가능한 내부식성 시료도입시스템 및 시험기구가 준비되어야 한다.

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 원자흡수분광광도법의 측정파장, 감도 및 검출한계*

원소	측정파장 (nm)	감도 ($\mu\text{g/mL}$)	적정정량농도 ($\mu\text{g/mL}$)	방법검출한계(MDL)	
				($\mu\text{g/mL}$)	(ng/Sm^3)
Cd	228.8	0.025	0.1 ~ 1.0	0.001	0.2
Pb	217.0	0.5	0.5 ~ 5.0	0.01	2.2
Cr	357.9	0.1	0.5 ~ 5.0	0.003	0.7
Cu	324.8	0.09	0.5 ~ 5.0	0.002	0.4
Ni	232.0	0.15	0.5 ~ 5.0	0.005	1.1
Zn	213.9	0.018	0.1 ~ 1.0	0.001	0.2
Fe	248.3	0.12	0.5 ~ 5.0	0.005	1.1

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

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

원소	검출한계 (ng/Sm ³)						
	FAA	GFAA	XRF	ICP	ICP/MS	PIXE	NAA
As	100	0.20	0.24	5.5	0.3	5.42	0.09
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

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