

유리소재의 Pb 및 Cd 분석에 관한 연구

최철호* · 고재권

요업(세라믹)기술원 종합시험분석센터
(2006. 10. 24. 접수. 2006. 12. 8. 승인)

Analytic study on lead and cadmium in glass materials

Zel-Ho Choi* and Jae-Kwon Ko

General Test & Analysis Center, Korea Institute of Ceramic Eng. & Tech.
Gasann-dong, Guemcheon-Gu, Seoul, 153-901, Republic of Korea

(Received October 24, 2006; Accepted December 8, 2006)

요 약: 유리소재 중의 미량의 납 및 카드뮴을 Na-DDTC를 가하여 Pb- 및 Cd-DDTC 착물을 형성시켜 유리 matrix 원소들로 부터 분리한 다음 MIBK로 추출하여 ICP-AES로 분석하였다. 유리 기질성분인 Na, Si, Mg 그리고 Ca 화합물 등은 미량의 납 및 카드뮴 정량에 방해작용을 하므로 직접 분석할 수 없으므로 용매추출법에 의해 Pb 및 Cd를 효율적으로 분리할 수 있었다. Pb 및 Cd 화합물이 첨가된 시험기준 시료와 NIST SRM 1412에 대한 용매추출실험에서 matrix의 영향을 받지 않고 정량하였다.

Abstract: The determination method for the trace lead and cadmium in glass materials was developed by ICP-AES. The lead- and cadmium-DDTC chelates were formed by adding Na-DDTC (sodium diethyldithiocarbamate) as a chelating agent and extracted into MIBK (methyl-isobutyl ketone). Direct measuring of the trace lead and cadmium in glass was not possible because of the interferences of matrix elements as Na, Si, Mg and Ca of glasses unless solvent extraction of lead and cadmium was applied. This procedure was confirmed to be valid quantitative method of Pb and Cd analysis in glass did not influence of sample matrix, by applying it procedure to artifact sample and NIST SRM 1412.

Key words : Lead, Cadmium, Na-DDTC, solvent extraction, interferences of matrix elements

1. 서 론

기원전 3,000년 경 이집트인들은 유리구슬을 귀한 장식품으로 애용하였고, 기원전 1,500년 경 메소포타미아에서 유리병 등을 사용한 기록이 남아있는 것으로 보아, 이집트와 중동의 메소포타미아에서 성행되었

던 유리는 유럽과 중국에 전래되고, 중국을 거쳐 제품과 제조기술이 신라에 도래되었으며, 우리나라에서는 신라시대에 비로소 유리의 제조가 시작된 것으로 알려져 있다. 이후 1세기 경 유리를 파이프를 통해 불어 조형으로 완성시키는 Blowing pipe법이 개발되어 실용화되었고, 12세기경부터 베네치아의 유리가 등장하

★ Corresponding author

Phone : +82-(0)2-3282-2493 Fax : +82-(0)2-3282-2489

E-mail: zhchoi@kicet.re.kr

여 유럽각국은 물론 멀리 동방 아시아 지방에까지 직간접으로 영향을 주어 근대 유리조형의 기초를 이루었으며, 19세기에 접어들면서 공업화되어 대량생산체제를 갖추고 생활에 필수품이 된 형태로 발전되었다.¹ 현대과학기술의 발전과 함께 21세기에 인류가 추구하는 생활의 질적 향상을 위한 다양한 기능성을 지닌 유리가 개발되었으며, 첨단소재 유리의 새로이 개발되고 있다. 이와 같이 급속한 산업발전과 인류문명의 발달로 각종 환경오염물질의 발생량이 계속 증가하고 있는 추세이다. 유리에 함유된 Pb 및 Cd 정량 분석에 관하여 각 시험소에서는 ASTM C 169-92 규격을 유사규격으로 적용하고 있으나,² 이 규격은 소다석회 유리 및 붕규산 유리의 화학 분석을 위한 시험 방법이며, 또한 매질의 영향, 방해물질에 대한 면밀한 검토 등의 측정 난이도 개선이 필요하므로 ASTM C 169-92 규격의 자동차 유리 제품의 유해중금속 분석을 위한 적용에는 적합하지 않다. 특히 Pb, Cd 등 유해중금속이 함유된 자동차의 판매금지를 규정하고 있는 유럽의 환경규제지침인 폐차처리지침(Directive 2000/53/EC on End of Life Vehicles)에 대응하기 위해 자동차 유리에 함유된 Pb 및 Cd의 분석방법에 대하여 연구가 필요하다.³ 유리의 지속적인 개발은 자동차 유리제품에도 영향을 주었다. 자동차 유리는 표면에 코팅 또는 압축응력을 갖게 하여 유리의 성질을 강하고 질기게 개선하고, 유리가 잘 파손되지 않고, 만약 파손되어도 유리파편이 비산하지 않으며, 인체에 주는 피해를 줄일 수 있도록 쉽게 파괴되지 않는 특성을 지니고, 유리 사이에 유연성있는 플라스틱 필름(plastic film)을 넣어 유리가 파손되더라도 파편이 고분자 필름으로부터 떨어지지 않게 만든 유리를 사용하고 있다. 근래에는 유리에 열선을 접합시키는 것 이외로 안테나선, 자외선 차단용 코팅 등 다양하게 고기능화 되었다. 자동차 전구는 내열성이 강화된 pyrex 유리가 개발되었다. 이와 같이 산업발전에 따라 계속적으로 개발되는 유리 신소재에 대한 평가기술로서 특히 유리 matrix, 결정화 유리 등 특수 유리제품에 함유된 Pb 및 Cd의 유해중금속에 대한 분석평가 기술이 전무하기 때문에 분석을 위한 전처리 기술 등의 개발이 필요하다. 유해중금속에 대한 평가 기술은 지구환경문제와 직결되어 있기 때문에 필연적이라고 할 수 있다.

자동차 유리 제품에는 창유리, 전조등, 미등 등의 전구와 거울 등이 있으며, 이들 제품의 유리의 조성 성분은 제조회사 및 사용 용도에 따라 약간씩 차이가 있으나 전조등을 제외한 유리 제품은 일반적인 판유

리 성분인 소다석회유리로 구성되어 있으며, 전조등은 붕규산유리로 되어 있다. 유리의 종류는 주로 조성에 따라 분류되고, 유리성분과 그 조합은 대단히 다양하여 유리의 종류가 무수히 많으며, 같은 종류라도 제조 회사, 용도에 따라 유리성분과 조합이 다르다. 보편적으로 쓰이는 판유리의 주성분은 silica(SiO_2) 약 70% 이상이고, Na_2O 약 14-16% 그리고 CaO 약 7-8% 이고, 부성분으로서 BaO , Al_2O_3 , K_2O , MgO , ZnO 등이 소량 함유되어 있다. Pyrex 유리로 불리는 붕규산유리는 silica 외로 B_2O_3 약 10-14%, Al_2O_3 약 2% 이상 함유되어 있으며, 광섬유유리는 silica 외로 CaO , B_2O_3 그리고 Al_2O_3 각각 10% 이상 함유되어 있다. 이 외에도 산화환원제, 용융상태의 기포를 제거하기 위한 청정제, 용제 그리고 착색제 등이 함유된다. 일반적으로 널리 알려진 보편적인 유리 시료의 분해 방법은 상압에서의 산처리에 의한 분해 방법, 가압용기를 이용한 산분해 방법, 알칼리용융에 의한 분해 방법 등의 습식법과 마이크로파를 이용하여 분해하는 방법인 Microwave법이 대표적이다.⁴⁻⁸ 습식법의 경우 오랫동안 사용되어온 방법으로 조작이 간단하며, 상압에서의 산처리에 의한 분해 방법은 시료량에 제한이 없고 시료와 시약을 가하기 쉬우며, beaker와 hot plate 만을 사용하므로 시험 분석에 드는 비용이 저렴하다. 하지만 가열할 때 산이 증발되거나 산의 세기가 감소되므로 분해시간이 길며, 휘발성 원소들의 손실, 산 가스가 많이 발생해 후드를 부식시키는 등의 단점이 있다. 마이크로파를 이용한 분해 방법인 Microwave법의 경우 습식법의 방법보다 시료의 분해시간을 단축할 수 있으며, 닫힌계(closed system)에서 실험하므로 시료의 손실이 적으나, 시료의 양이 매우 소량으로 한정되어 있으며, 고온고압에 의한 위험성이 높으며, 기기의 가격이 비싼 단점이 있다. 전처리 방법 중의 한 가지 방법을 선택하여 유리시료를 전처리한 다음 표준물 첨가법 또는 matrix matching과 같은 방법으로 납 및 카드뮴 정량을 할 수 있으나, 예를 들어 유리와 같이 제조회사 또는 유리종류에 따라 matrix 원소가 매우 다양하므로, 다양한 종류의 유리시료마다 검정곡선을 작성해야 하는 번거로움이 있기 때문에 본 연구에서는 조작이 간단한 방법을 이용하여 납 및 카드뮴을 정량하는 방법을 개발하고자 하였다. Pb 및 Cd를 유리기질과 함께 유도결합 플라즈마 분광분석기로 직접분석을 수행할 경우 유리 기질 성분인 나트륨, 칼륨, 알루미늄, 붕소, 바륨의 영향을 받게 된다. 따라서 Pb 및 Cd를 유리 기질 성분으로부터 분리하여 정량을 하여

야 한다. 방해원소로부터 Pb 및 Cd를 분리하는 방법에는 기질성분 보정법, 기질성분 침전제거법,⁹ 기질성분으로부터 분리 농축하는 용매추출법¹⁰⁻¹³ 등이 있다.

본 연구에서는 습식법의 경우 오랫동안 사용되어온 방법으로 조작성이 간단하며, 상압에서의 산처리에 의한 분해 방법은 시료량에 제한이 없고 시료와 시약을 가하기 쉬우며, beaker와 hot plate 만을 사용하므로 시험 분석에 드는 비용이 저렴하기 때문에 습식분해법을 채택하여 유리시료를 전처리한 다음 Pb 및 Cd를 용매추출하여 실험하였다.

2. 실험

2.1. 기기 및 시약

실험에 사용된 모든 시약들은 특급을 사용하였으며, 정제수는 1차적으로 증류된 것을 탈이온화한 3차 초순수 증류수를 사용하였다. 시험용 유리시료는 유리시료를 입도가 약 2~5 μm 의 크기로 미분하여 Pb 및 Cd 화합물을 가한 다음 ball mill에서 균질하게 혼합하여 약 1,600°C에서 용융하고 상온으로 냉각하여 Pb의 농도가 105 ± 5 mg/kg이고, Cd의 농도가 9 ± 1 mg/kg인 시험기준물질용 제조하여 사용하였으며, 납 및 카드뮴 화합물을 함유한 유리 표준시료는 NIST(Gaithersburg, MD, USA)로부터 구입한 NIST SRM 1412(PbO $44,000 \pm 1,700$ mg/kg, CdO $43,800 \pm 800$ mg/kg)를 사용하였다. NaDDTC(sodium diethyl dithiocarbamate) 용액(2%)은 NaDDTC 2 g을 물 100 mL에 용해하여 제조하였고, BTB(bromothymol blue) 용액은 BTB 0.1 g을 ethanol(50 V%) 100 mL에 용해하여 조제하였으며, ammonium citrate 용액(25%)은 ammonium citrate 25 g을 물 약 80 mL에 녹인 다음 BTB 용액 2 방울을 가하고, 용액의 색이 황색에서 녹색으로 될 때까지 물과 1:1로 혼합된 암모니아수를 가한 다음 물로 100 mL 눈금까지 채워 희석하고, 이 용액을 separatory funnel에 옮기고 NaDDTC 용액(2%) 2 mL와 MIBK(methyl isobutyl ketone) 10 mL를 가하여 세게 흔들어 섞은 다음 정지하여 구연산 2 암모늄 용액층을 분리하고 건조된 거름종이로 거르고 MIBK의 미세한 거품을 제거하여 조제하였다. Pb 및 Cd 표준용액은 원자흡광 분석용 1,000 mg/kg 표준용액을 필요에 따라 농도를 희석하여 사용하였다. Sodium 용액(1,000 mg/L)은 NaCl 2.5420 g을 달아 beaker에 넣고 HCl 25 mL에 녹인 다음 1,000 mL volumetric flask에 옮기고 순수 눈금까지 채우고 섞어 조제하였고, boron 용액

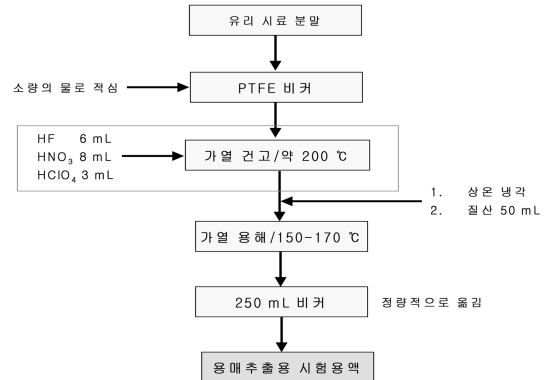


Fig. 1. The flow chart for preparation of sample solution of glass materials.

(1,000 mg/L)은 BCl_3 10.8390 g을 달아 beaker에 넣고 HCl 25 mL에 녹인 다음 1,000 mL volumetric flask에 옮기고 순수 눈금까지 채우고 섞어 조제하였다. 모든 초자는 10% 염산과 3차 증류수로 세척한 다음 건조하여 사용하였다. 유리시료의 전처리를 위하여 hydrofluoric acid를 사용하기 때문에 PTFE(일명 teflon) 초자를 사용하였다. Pb 및 Cd 원소분석을 위하여 Perkin-Elmer사의 Optima 3300DV 유도결합 플라즈마 원자방출분광기(ICP-AES)를 이용하였다.

2.2. 실험방법

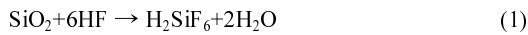
Fig. 1에서 보는 바와 같이 유리시료를 약 1.000 g을 0.1 mg까지 정확히 달아 PTFE(테프론) beaker에 넣고 산 첨가 시 시료의 틈을 방지하기 위해 소량의 증류수로 적신 다음 질산 8 mL와 hydrofluoric acid 6 mL 그리고 perchloric acid 3 mL를 가한 다음 200°C로 가열하여 흠을 날려 과량의 hydrofluoric acid와 perchloric acid를 휘발시키고 건조한다. 상온으로 냉각한 다음 잔류물에 묶은 질산 50 mL를 가하고 150~170°C로 가열하여 얻은 용액을 250 mL beaker에 정량적으로 옮기고 ammonium citrate 용액(25%) 10 mL를 가한다. 이어서 암모니아수용액으로 pH를 5~6으로 맞추고 250 mL separatory funnel로 옮겨 NaDDTC 용액(2%) 20 mL를 가하여 5 분간 강하게 흔들어 섞는다. 추가로 MIBK 20 mL를 가하여 shaker에서 10 분간 강하게 섞은 다음 MIBK 층과 수용액층을 분리하고 수용액층에 MIBK 10 mL를 가하여 shaker에서 5 분간 강하게 섞은 다음 MIBK 층과 수용액층을 분리하여 MIBK 층을 합쳐 시계접시로 반 쯤 덮고 약 150°C에서 가열 건조시킨다. 상온으로 냉각한 다음 건조

된 잔류물의 착화합물을 형성하고 있는 유기물(diethyl dithiocarbamate derivate)을 완전히 제거하기 위하여 질산 5 mL와 과염소산 3 mL를 가하여 시계접시로 beaker를 덮고 180~190°C에서 흡을 날린다. 흡을 날려 유기물이 완전히 제거되면 묽은 질산 20 mL를 가하여 용해한 다음 100 mL 메스플라스크에 옮기고 눈금 까지 물로 채우고 섞는다. 이 용액을 시험용액으로 하여 ICP로 분석하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 직접분석에 의한 기질영향

유리를 분해하여 얻은 시험용액에 존재하는 유리기질의 원소들이 Pb 및 Cd 분석에 미치는 영향을 검토하였다. 유리 기질의 주성분인 규소는 다음 reaction mechanism 1과 같이 유리시료의 전처리 과정에서 silica와 hydrofluoric acid와 반응하여 규소산이 형성되고, 규소산을 가열하면 reaction mechanism 2와 같이 휘발성이 강한 SiF₄와 HF로 분해되기 때문에 규소 이외의 주성분인 나트륨(Na)과 붕규산 유리에 함유되어 있는 붕소(B)의 영향에 대하여 검토하였다.



유리기질에 의한 영향 검토에 대한 실험은 Pb와 Cd 표준용액 0.5 mg/L, 1.0 mg/L 그리고 5.0 mg/L 농도에 sodium과 boron 용액 등의 대상 원소 용액의 농도를 단계별로 변화시켜 가하여 용매추출을 수행하지 않고 각 파장별로 기질 영향에 대한 실험을 수행하였다. ICP 기기를 사용하여 Pb의 경우 Pb 측정 감도순 위별로 3위까지인 217.000 nm, 220.353 nm, 283.306 nm에서 측정하였으며, Cd의 경우 214.438 nm, 216.502 nm, 228.802 nm에서 측정하였다. Fig. 2 및 3에서 보는 바와 같이 일정 농도의 Pb 및 Cd 표준 용액에 나트륨 표준용액을 0, 10, 100, 500, 1,000 그리고 3,000 mg/L의 단계별로 농도를 변화시켜 첨가하여 측정한 결과 Pb의 농도가 0.5 mg/L의 경우 217.000 및 220.353 nm 파장과 5.0 mg/L의 경우 217.000 nm 파장에서 sodium의 농도가 3,000 mg/L까지는 비교적 크게 영향을 받지 않는 것을 알 수 있으며, Pb의 농도가 1.0 mg/L 경우 나트륨의 농도가 증가할수록 sodium 원소의 영향으로 인하여 편차가 커지는 것을 알 수 있다. Fig. 3에서 보는 바와 같이 Cd의 경우 228.802 nm 파장에서 비교적 sodium의 영향을 받지 않는 것으로 보이나 sodium의 농도가 더욱 증가할수록 반비례적으로 감소현상을 보이고 있다. Boron 영향에 대한 고찰은 Pb 및 Cd 분석에 영향을 주는 결과

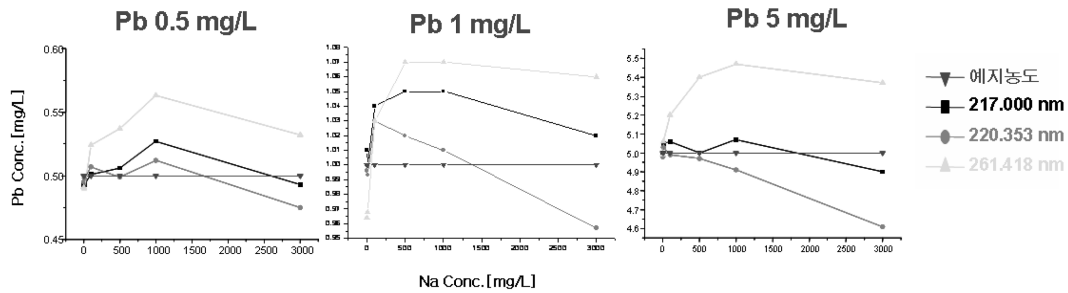


Fig. 2. Interfering effects of sodium ion on Pb concentration/

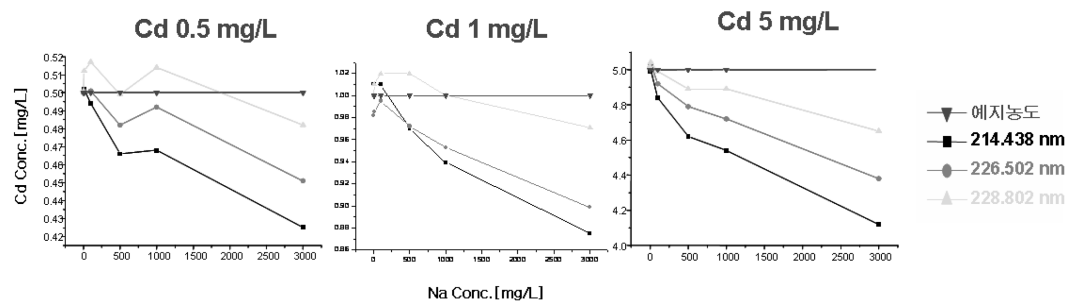


Fig. 3. Interfering effects of sodium ion on Cd concentration.

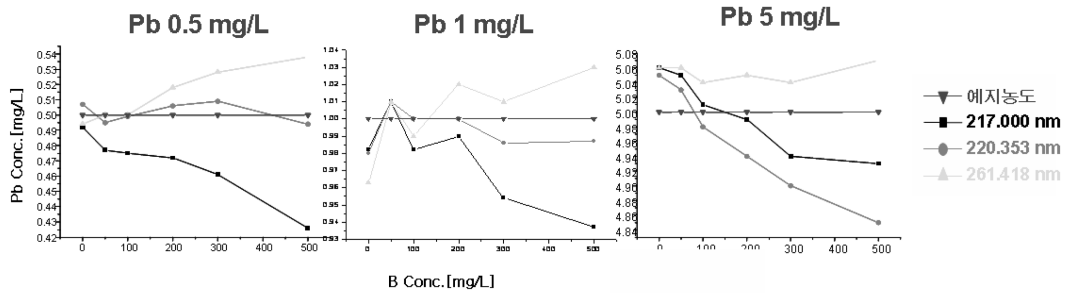


Fig. 4. Interfering effects of boron ion on Pb concentration.

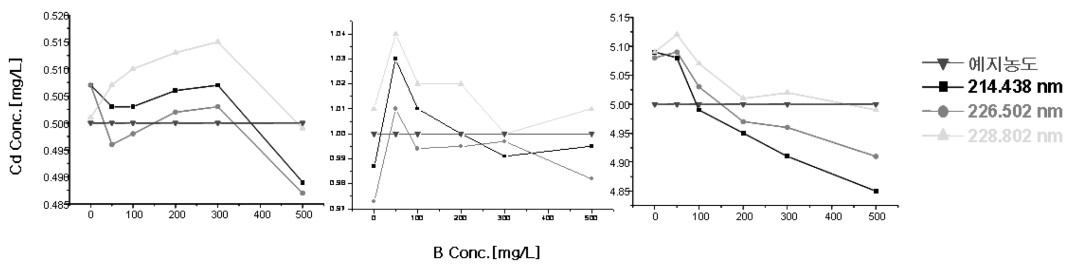


Fig. 5. Interfering effects of boron ion on Cd concentration.

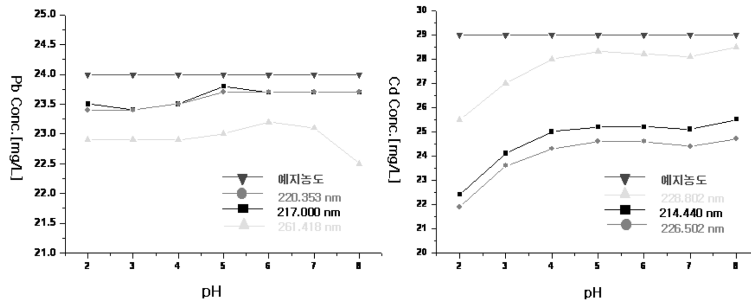


Fig. 6. Effects of pH on the extraction of lead and cadmium

를 얻었다. Fig. 4에서 보는 바와 같이 Pb의 농도가 0.5 와 1.0 mg/L인 경우 220.353 nm 파장에서 그리고 5.0 mg/L의 경우 217.000 nm 파장에서 비교적 붕소의 영향을 받지 않는 것을 알 수 있으며, 그 외로는 붕소의 농도가 증가할수록 Pb의 농도 값에 큰 영향을 주는 것을 알 수 있다. Fig. 5에서 보는 바와 같이 Cd의 경우는 228.802 nm 파장에서 비교적 붕소의 영향을 받지 않는 것으로 보이나 붕소의 농도가 더욱 증가할수록 Cd의 농도 값에 큰 영향을 주는 것을 알 수 있다. 따라서 일반유리에 sodium 화합물이 10 wt% 이상 주성분으로 함유되어 있으며, pyrex유리에는 boron 화합물이 10 wt% 이상 함유되어 있으므로 Pb 및 Cd 원소를 ICP 기기를 이용하여 분석할 경우 함유되어 있는 농도보다 훨씬 낮게 측정될 것으로 판단된다.

3.2. pH 영향

용매추출을 이용한 Pb 및 Cd 분석을 위해 유리 시료를 산분해법으로 분해한 다음 Pb 및 Cd를 NaDDTC 화합물과 반응시켜 Pb(DDTC)₂ 및 Cd(DDTC)₂ 착화합물을 형성시킨 다음 유기용매에 추출하여 다른 원소들로부터 분리하는 과정에서 Pb 및 Cd 원소가 diethyl dithiocarbamate와 착화합물을 형성할 수 있는 최적의 pH 범위를 조사하였다. Pb의 농도가 24 mg/L인 Pb 표준용액과 Cd의 농도가 29 mg/L인 Cd 표준용액을 2.3의 실험방법에서 ammonium citrate 용액을 첨가하여 용매추출하는 과정에 따라 NaDDTC를 가하여 반응시켜 착화합물을 형성 시킨 다음 pH 범위를 조절하여 용출할 때 pH의 변화에 대한 Pb 및 Cd의 회수율에 대한 관찰을 pH의 범위를 2~8까지 정하여 수행하

였다.

Fig. 6에서 보는 바와 같이 Pb의 경우 pH 5~8의 범위에서 비교적 Pb의 예지농도와 유사한 값을 가지며, Cd의 경우 4~8의 범위에서 Cd의 예지농도와 유사한 값을 가지는 것으로 나타났다. 그러므로 Pb과 Cd를 동시에 분석할 경우 용액의 농도의 pH를 5~6으로 맞춰 실험을 수행하는 것이 최적의 조건으로 나타났다. 파장별 결과에서 Pb의 경우 217.000 nm와 220.353 nm 파장에서 우수한 회수율을 보이며, Cd의 경우 228.802 nm 파장에서 가장 우수한 회수율을 보이고 있다. 그러므로 본 연구에서는 Pb의 경우 217.000 nm 파장을 선택하였고, Cd의 경우 228.802 nm 파장을 선택하여 연구하였다.

3.3. 용매추출에 의한 기질 영향

Pb 및 Cd 분석에서 직접분석에 의한 기질에 대한 영향과 용매추출에 있어서 pH에 대한 영향을 조사한 결과에 따른 용매추출을 위한 최적의 조건으로 기질 원소의 존재하에서 Pb 및 Cd의 정량에서 방해가 있는지를 검토하였다. Fig. 7에서 보는 바와 같이 Na 표준 용액 농도가 0, 10, 100, 500, 1,000 그리고 3,000 mg/L로 혼합하여 조제된 용액에 각각 농도가 1 mg/L인 Pb 및 Cd 표준 용액을 첨가한 다음 용매추출하여 측

정한 결과 Pb 및 Cd 추출에는 기질에 의한 영향을 주지 않는 것으로 나타났다. 평균적인 회수율은 Pb의 경우 217.000 nm 파장에서 약 97.7%로 나타났으며, Cd의 경우 228.802 nm 파장에서 약 97.0%를 나타냈다.

3.4. 유리시료 분석 결과

Pb 및 Cd 분석에서 기질에 대한 영향과 pH에 대한 영향을 조사한 결과에 따른 최적의 조건으로 실제 유리시료를 분석하여 검토하였다. 시험용 유리시료에 함유된 납 및 카드뮴의 농도는 표준물 첨가법, matrix matching, 내부실험 등을 통하여 균질성을 확인하였다. 이와 같이 제조된 시험기준물질을 6 개 기관에 의뢰하여 용매추출을 이용한 Pb 및 Cd 정량을 ICP를 사용하여 납의 정량은 220.353 nm 파장, 카드뮴은 정량은 228.802 nm 파장에서 분석한 결과 Fig. 8에서 보는 바와 같이 Pb의 경우 최저 103 mg/kg 최고 109 mg/kg의 분석치를 나타내고 있으며, 6 개 시험소의 시험결과 평균값은 106 mg/kg이었다. Cd의 경우 최저 9.0 mg/kg 최고 9.45 mg/kg의 분석치를 나타내고 있으며, 시험결과 평균값은 9.27 mg/kg이었다. 이로써 각 실험실의 환경과 시험자간의 전처리과정 그리고 ICP 기기의 상태 및 종류 등의 차이를 감안하면 편차 범위 내의 분석값은 용매추출에 의한 Pb 및 Cd 분석

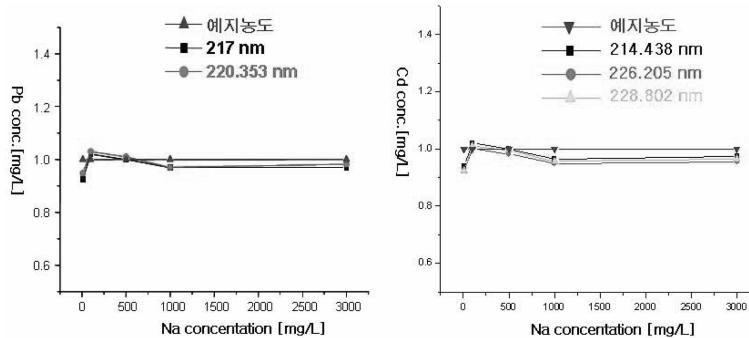


Fig. 7. Recovery of heavy metals in sodium matrix solution by extraction method.

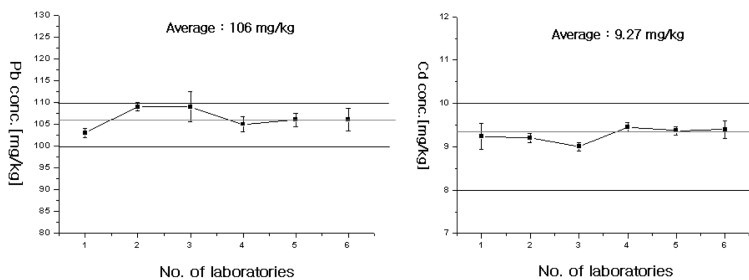


Fig. 8. Analytical results of artifact sample.

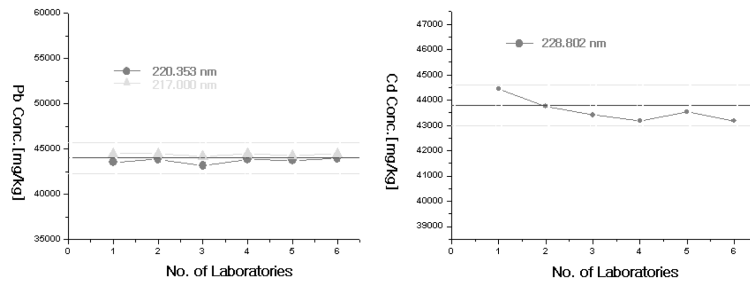


Fig. 9. Analytical results of NIST SRM 1412 sample.

에 있어서 기질 영향을 받지 않고 거의 회수되는 것을 의미하고 있다.

3.5. 유리표준시료 NIST SRM 1412 분석 결과

NIST에서 구입한 유리표준물질인 NIST SRM 1412에 함유된 납 및 카드뮴의 농도가 매우 높아 직접 ICP를 이용하여 분석을 하여도 측정치가 NIST에서 제공한 농도값에 근사하게 나타나지만, 본 연구의 취지인 용매추출에 의하여 분석의 정확도를 조사하고자 6개 기관에 의뢰하여 용매추출을 이용한 Pb 및 Cd 정량을 한 결과 Fig. 9에서 보는 바와 같이 NIST에서 제공한 편차범위 내에서 납 및 카드뮴 농도 측정치를 나타낸 것을 알 수 있다. 각 실험실의 환경과 시험자간의 전처리과정, 납 및 카드뮴의 농도가 높으므로 최종시험용액의 희석과정 그리고 ICP 기기의 상태 및 종류 등의 차이를 감안하면 편차범위 내의 분석값은 용매추출에 의한 Pb 및 Cd 분석에 있어서 기질 영향을 받지 않고 거의 회수되는 것을 의미하고 있다.

4. 결 론

유리 재료의 상압 산분해 방법은 정제가 간단한 무기산만을 사용하여 시료를 분해하기 때문에 시약에 의한 오염이 없고 ICP 방출분광법을 이용하여 시료 용액을 측정 할 때에 바탕선 값의 상승과 매질에 의한 영향을 최소화 시킬 수 있다. 또한 간단하게 덮개가 있는 PTFE(테프론) 비이커를 사용하여 상압에서 200 °C로 가열하여 분해할 때 산이 증발하거나 산의 세기가 감소와 휘발성 원소의 손실이 적기 때문에 가압 산분해를 할 필요가 없는 간단한 방법이다. 상압에서 산분해한 다음 유리 시료에 함유되어 있는 원소들을 용매추출에 의하여 Pb 및 Cd 정량에 대하여 조사한 결과 용매추출시험에 의한 기질 원소들의 영향을 제어할 수 있었다. Pb 및 Cd를 NaDDTC와 반응시켜

착화합물을 합성하여 MIBK 용매에 추출하는 방법은 유리 기질의 영향을 받지 않고 Pb 및 Cd를 용이하게 정량할 수 있는 것을 확인하였다. NaDDTC로 착화합물을 형성할 때 철, 아연, 니켈, 망가니즈, 구리 등의 원소들도 동시에 착화합물을 형성할 수 있으나, 망가니즈 등은 pH 9의 알칼리성 용액에서 형성하므로 용액의 농도가 pH 4~6에서는 큰 영향을 미치지 않으며, 철에 의한 영향은 실험결과에 의하면 유리에 함유된 철의 함량이 미량이기 때문에 영향을 주지 않는 것으로 나타났다. 본 연구의 결과에 의하면 유리 시료를 산분해법으로 분해한 다음 Pb 및 Cd를 NaDDTC와 반응시켜 PC(DDTC)₂ 및 Cd(DDTC)₂ 착화합물을 형성시킨 다음 유기용매에 추출하여 다른 원소들로부터 분리하여 ICP-AES로 측정하면 유리기질원소들의 영향을 받지 않고 정량을 할 수 있었으며, 정확도 및 재현성도 우수한 것으로 나타났다.

감사의 글

이 연구는 2002년 산업자원부 청정생산이전확산사업의 연구비를 받아 수행한 것으로 이에 깊은 감사의 뜻을 포함합니다.

참고문헌

1. 박용안, 요업학회지, **10**(6), 515 (1995).
2. ASTM C 169-92
3. EU, "Directive 2000/53/EC of the European Parliament and of the Council", 2000.
4. J. A. C. Broekaert, T. Graule, H. Janett, G. Tolg and P. Tschopel, *Fresenius Z. Anal. Chem.*, **322**, 825 (1989).
5. T. Ishizuka, Y. Uwamino and A. Tange, *Anal. Chim. Acta*, **161**, 285 (1984).
6. R. A. Sutherland and F. M. G. Taek, *Advances in Envi-*

- ronmental Research*, **8**, 37 (2003).
7. J. Wang, T. Nakazako, K. Sakanishi, O. Yamada, H. Tao and I. Saito, *Talanta*, **68**, 1584 (2006).
8. V. Sandroni and C. M. M. Smith, *Anal. Chim. Acta*, **468**, 335 (2002).
9. K. V. Krishnamurthy and M. M. Reddy, *Anal. Chem.*, **49**, 222 (1977).
10. L. G. Danielsson, B. Magnusson, S. Westerlund and K. Zhang, *Anal. Chim. Acta*, **144**, 183 (1982).
11. J. Flanjak and A. Hodda, *Anal. Chim. Acta*, **72**, 313 (1985).
12. P. J. Stratham, *Anal. Chim. Acta*, **169**, 149 (1985).
13. K. J. Iroglic, *Anal. Chim. Acta*, **196**, 23 (1987).