

## 세라믹, 금속 및 플라스틱 소재의 니켈 함유량 분석에 관한 연구

최 철 호\*

한국세라믹기술원 시험표준센터

(2011. 11. 10. 접수, 2011. 11. 21. 수정, 2011. 11. 23. 승인)

### Analytical study on nickel content in ceramic, metal and plastic materials

Zel-Ho Choi\*

Test & Standardization Center, Korea Institute of Ceramic Eng. & Tech.

Gasann-dong, Gueumcheon-Gu, Seoul 153-901, Korea

(Received November 10, 2011; Revised November 21, 2011; Accepted November 23, 2011)

**요 약:** ICP-AES와 AAS를 이용하여 세라믹, 금속 및 플라스틱 소재에 함유된 니켈을 정량하기 위한 조건을 연구하였다. 니켈 정량을 위해 산분해하여 조제된 시험 용액을 직접 ICP-AES 또는 AAS로 분석할 때 철이나 크로뮴 등의 원소가 방해하므로, 니켈을 dimethylglyoxime으로 착화시키고  $\text{CHCl}_3$ 로 추출하여 방해원소로부터 분리한 후  $\text{CHCl}_3$ 을 제거하고 염산으로 용해하여 측정하였다. 니켈에 대한 측정 회수율이 우수하였고, 방해물 일으키는 매트릭스 원소를 효율적으로 제거할 수 있어 본 방법은 인증표준물질(BAM-376 및 PACS-2)에 대한 용매추출시험에서 matrix의 영향을 받지 않고 니켈을 정량할 수 있었다.

**Abstract:** Quantitative analytical condition for nickel in ceramic, metal and plastic materials using complexation and solvent extraction followed by inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry (ICP-AES) and atomic absorption spectrophotometry (AAS) was studied. Ceramic, metal and plastic samples were dissolved by acid digestion. Nickel was determined by ICP-AES and AAS after extraction of Ni (DMG)<sub>2</sub> in  $\text{CHCl}_3$ . Recovery efficiency of nickel was satisfactory, and most of matrix elements causing interference could be effectively eliminated by the separation. Nickel in the certified reference materials (BAM-376 and PACS-2) were quantitatively determined without influence of sample matrix.

**Key words :** nickel, chelation, dimethylglyoxime, solvent extraction, ICP-AES, AAS

### 1. 서 론

니켈은 도금 외에 스테인리스강, 구조용 강, 내열

재료, 내식 재료 등의 합금 원소로 널리 사용되고 있으며, 장신구, 지퍼, 약제사리, 핸드폰 줄, 열쇠고리, 핸드폰케이스, 카메라케이스, 냉장고 손잡이, 문고리

★ Corresponding author

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

E-mail : zhchoi@kicet.re.kr

그리고 테이블 또는 의자와 같은 생활품에도 도금되어 사용되고 있다. 니켈의 사용범위는 매우 다양하고 넓으나, 알레르기를 유발하는 금속으로 밝혀졌으며, 유럽 등 선진국에서는 인체와 접촉하는 제품에 대하여 니켈금속의 사용을 제한하고 있다. 유럽에서는 제품의 니켈사용을 제한하는 지침(Directive 76/769/EEC)을 발효하여 니켈방출량  $0.5 \mu\text{g}/\text{cm}^2/\text{week}$ 를 초과하는 제품의 시장유통을 제한하고 있으며, 개정지침(Directive 2004/96/EC)에 따라 2005. 9. 1. 부터 피어싱 장신구 부속품 중 인체에 삽입되는 pierce의 니켈방출량이  $0.2 \mu\text{g}/\text{cm}^2/\text{week}$  이하로 제한되고 있다. 특히 핸드폰의 자판, 헤드셋 등에서 다량의 니켈이 함유되어 알레르기를 유발하는 연구결과가 캐나다 연구팀인 Lionel Bercovitch와 John Luo<sup>1</sup>에 의해 발표되었다. 이들은 22 종의 핸드폰과 1 종의 블루투스 헤드셋을 조사한 결과 10 종의 핸드폰과 블루투스 헤드셋에서 니켈이 검출되었으며, 주로 핸드폰의 자판과 헤드셋에서 검출되었다고 발표하였다. 덴마크에서도 41 종의 핸드폰을 조사한 결과 약 8 종의 핸드폰에서 니켈이 검출되었다고 발표하였다.<sup>2,3</sup> 독일의 경우 젊은 층이 60세 이상의 노년층보다 니켈알레르기를 더 많이 경험한 것으로 연구결과가 발표되었다.<sup>4</sup> 이와 같이 핸드폰과 같이 피부접촉이 잦은 전기·전자제품에 대하여 니켈 사용제한 지침이 확대될 가능성이 크며, 일부 국가 및 기업에서 피부접촉이 가능한 제품에 대해서는 니켈의 사용을 금지 또는 관리대상 품목으로 지정하여 기준치를 정하고 있는 실정이다.

본 연구에서는 전기·전자제품 및 자동차 부품에 함유된 니켈화합물을 정량하기 위하여 세라믹 소재, 금속 소재 및 플라스틱 소재에 함유된 미량의 니켈을 유도결합 플라즈마 방출분광법(ICP-AES)이나 원자 흡수 분광법(AAS) 등을 사용하여 정량하는 방법을 확립하고자 실험을 수행하였다.

## 2. 실험

### 2.1. 시약 및 기기

실험에 사용된 모든 시약들은 특급을 사용하였으며, 물은 탈이온화 처리하여 사용하였다. Dimethylglyoxime (DMG) ethanol 용액(10 g/L)은 dimethylglyoxime 10 g을 ethanol 1,000 mL에 용해하여 조제하였으며, diammonium hydrogen citrate 용액(200 g/L)은 diammonium hydrogen citrate 200 g을 물 1,000 mL에 용해하여 조제하였다. 니켈 표준용액은 원자 흡수 분광 분석용

1,000 mg/kg 표준용액을 필요에 따라 희석하여 사용하였다.  $\text{CHCl}_3$ , ethanol, thioglycolic acid, lithium tetraborate ( $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ )은 Aldrich사의 시약급을 사용하였으며, 모든 초자는 10% 염산과 3차 정제수로 세척한 다음 건조하여 사용하였다. Ni 원소분석을 위하여 Perkin-Elmer사의 Optima 3300DV 유도결합 플라즈마 원자방출분광기(ICP-AES) 및 Perkin-Elmer사의 AAnalyst 700 원자 흡수분광기(AAS)를 이용하였다.

### 2.2. 시료의 전처리

#### 2.2.1. 세라믹 시료의 경우

Ceramic 시료 약 1.0 g을 0.1 mg까지 정확히 달아 백금도가니에 넣고 HF 약 1 mL를 가하여 강열하여  $\text{SiO}_2$ 를 제거한다. 이 과정을 3 회 반복하여 규소 성분을 완전히 제거하고 건조하였다. 건조된 시료에  $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$  2.0 g을 가하여 잘 혼합한 다음 백금 덮개를 덮어 약  $1,100^\circ\text{C}$ 의 전기로에 넣고 약 15분간 강열하여 용융하였다. 용융물을 실온까지 냉각한 다음 백금도가니와 백금 덮개를 150 mL 비커에 넣은 다음 뜨거운 물을 백금도가니가 잠길 만큼 가하고 진한질산 3~5 mL와 ethanol 3~5 mL를 가한 후 약 1~2 시간 동안 초음파를 가하여 완전히 용해시켜 투명한 수용액을 만들었다. 이 용액을 용출시험을 위한 분해용액으로 사용하였다.

#### 2.2.2. 금속 시료의 경우

금속 시료 약 1.0 g을 0.1 mg까지 정확히 달아 150 mL 비커에 넣고 묽은 질산을 소량 가하여 10분간 가열한 다음 묽은 염산을 묽은 질산의 3배를 넣고 1 시간 정도 가열하고 다시 왕수를 첨가하여 시계접시로 덮고 완전히 녹을 때까지 가열하였다. 시료가 완전히 용해되면 상온으로 냉각한 다음 용출시험을 위한 분해용액으로 사용하였다.

#### 2.2.3. 플라스틱 시료의 경우

플라스틱 시료는 KS M 3210 플라스틱-카드뮴 정량 방법-습식분해법을 인용하여 다음과 같이 전 처리하였다. 시료 약 0.5 g을 0.1 mg까지 정확히 달아 환류 냉각기와 깔때기가 조립되어 있는 flask에 넣고 진한 황산 10 mL를 가하였다. 깔때기에 진한 질산 10 mL를 넣은 다음 깔때기의 목을 열어 질산 1~2 mL를 가하여 백연이 발생할 때까지 서서히 가열하였다. 백연이 나면 가열을 멈추고 질산 1~2 mL를 한 방울씩 가한 다음 다시 백연이 발생할 때까지 가열하였다. 용액

Table 1. Example for microwave digestion program of plastic samples

Step	Time (min)	Electric power (W)	Pressure (MPa)
1	5	400	3.5
2	5	600	3.5
3	12	800	3.5
4	20	800	4.0
5	3	500	4.0
Cooling	20	0	-

이 엷은 황색이 될 때까지 이 과정을 반복하면 질산 20 mL를 완전히 소모하였다. 실온으로 냉각하고 깔때기를 이용하여 과산화 수소 5 mL를 플라스크에 넣어 재가열하였다. 시료 용액이 투명해질 때까지 이 과정을 반복한 다음 150 mL 비커에 옮기고 용출시험을 위한 분해용액으로 사용하였다.

마이크로파를 이용하여 시료를 분해하는 경우에는 플라스틱 시료 약 100 mg을 0.1 mg까지 정확히 달아 polytetrafluoroethylen 등의 플루오린고분자 재질로 된 반응용기에 넣고 진한 질산 5 mL, 과산화수소수 1.5 mL 그리고 물 1 mL를 가한 다음 반응용기를 밀폐하고 시료를 마이크로파 오븐에서 Table 1의 분해프로그램에 따라 분해하였다. 반응용기를 상온으로 냉각한 다음 150 mL 비커에 옮기고, 이 용액을 용출시험을 위한 분해용액으로 사용하였다.

### 2.3. 니켈의 추출 분리 및 정량

전처리 용액들로부터 니켈을 분리하기 위해 다음과 같이 용출시험을 수행하였다. 2.2의 전처리 용액들이 들어 있는 150 mL 비커에 diammonium hydrogen citrate 용액 10 mL를 가한 다음 암모니아수(1+1)를 가하여 용액의 pH를 8 이상으로 조정하였다. 용액을 분액깔때기에 옮기고 thioglycolic acid 용액 2 mL를 가하여 섞은 다음 DMG 용액 20 mL를 가하고 10 분간 강하게 흔들었다. 분액깔때기에  $\text{CHCl}_3$  20 mL를 넣고 10 분간 강하게 흔들었다. 이때 mechanical shaker를 사용하여도 무방하다. 용액이 들어 있는 분액깔때기에  $\text{CHCl}_3$  20 mL를 넣고 10 분간 강하게 흔들 다음 정치시켜  $\text{CHCl}_3$ 층과 수용액층이 분리되면  $\text{CHCl}_3$ 층을 150 mL 비커에 넣는다. 수용액이 들어 있는 분액깔때기에  $\text{CHCl}_3$  20 mL를 가하여 10 분간 강하게 흔들 다음 정치시켜  $\text{CHCl}_3$ 층과 수용액 층이 분리되면  $\text{CHCl}_3$  층을  $\text{CHCl}_3$  용액이 들어 있는 150 mL 비커에 합친다.  $\text{CHCl}_3$  용액이 들어있는 비커를 시계

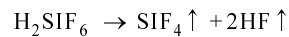
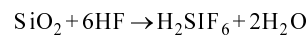
접시로 반쯤 덮고 물증탕에서 용매를 날려 건조시킨 다음 소량의 질산을 가하여 용액화 하였다. 유기물을 완전히 제거하기 위해 질산 5 mL를 가하고, 이어서 과염소산 3 mL를 가한 다음 백연을 내고 건조하였다. 백연에 의해 유기물이 완전히 제거되면 질산(1+1)을 소량 가하여 용해한 다음 100 mL 부피 플라스크에 옮기고 눈금까지 물을 채우고 섞어 시험용액으로 사용하여 ICP-AES와 AAS로 분석하였다. 시험 방법의 유효성을 검증하기 위하여 인증표준물질인 BAM-376 및 PACS-2를 사용하여 시험을 수행하였다.

## 3. 결과 및 고찰

### 3.1. 전처리 및 시험용액 조제

금속 소재의 시료를 산으로 전 처리하는 경우 질산과 염산을 앞서 기술한대로 분리하여 시료에 가하여도 되며, 시료의 전처리 시작에서 왕수를 사용하여도 무방하다. 세라믹 시료 중에서 규소성분을 함유하지 않은 세라믹 시료의 경우 HF로 전처리를 하지 않고 붕산 리튬을 가하여 용융하여도 무방하다. 플라스틱 시료의 경우에는 KS M 3210 플라스틱-카드뮴 정량 방법-습식분해법, KS M 3211 플라스틱중의 납 정량 방법 또는 IEC 62321의 전기전자제품-6가지 규제 물질(납, 수은, 카드뮴, 6가 크로뮴, PBB, PBDE) 정량 방법의 전처리 방법 중의 하나인 마이크로파 분해방법을 이용하여 플라스틱 시료를 황산, 질산 및 과산화수소 등으로 전 처리하였다. 마이크로파를 이용하여 시료를 분해하는 경우에는 시료를 미리 정해진 분해 프로그램에 따라 분해한다.<sup>5,9</sup>

세라믹 소재 중 silica( $\text{SiO}_2$ ) 성분을 함유한 소재는 전처리 과정에서 다음 반응식과 같이 HF를 사용하여 silica와 반응시켜 플루오르화 규소로 제거하면 알칼리 용융과정이 수월하게 진행된다.



이와 같이 산으로 처리한 다음 건조하여 알칼리를 가하여 용융하고 질산으로 녹여 투명 용액으로 만들어 시험용액으로 사용하였다. 니켈을 알칼리로 용융시키기 위하여 시료의 양, 산의 양, 분해 온도 및 가열 시간 등에 대하여 검토하였다. 붕산리튬은 이온화 에너지가 다른 알칼리 금속보다 훨씬 낮으며 용융이 잘 되므로 니켈의 분해에 이용하였으며 용융 후 산으로 처리하여 시험 용액으로 하였다.

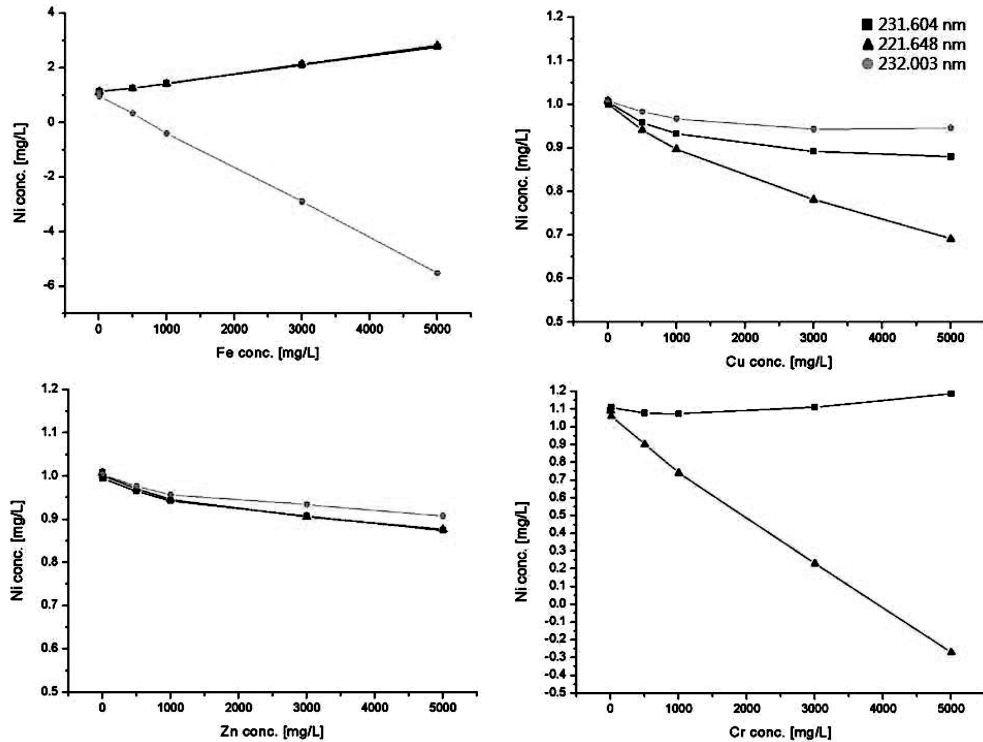


Fig. 1. Interfering effect of Fe, Cu, Zn and Cr on Ni-determination by ICP-AES.

세라믹, 금속 및 플라스틱 소재들을 분해시키고, 약 알칼리성으로 만들어 dimethylglyoxime으로 니켈 이온과 착화시켰다.  $\text{CHCl}_3$ 로 Ni(DMG)<sub>2</sub> 착물을 추출하고 가열하여 용매를 제거한 후 착물을 질산과 과염소산으로 분해시켜 시료 용액을 조제하였다.

### 3.2. 용매추출에 의한 방해원소 제거

철, 구리, 아연 및 크로뮴의 방해 영향을 조사하기 위해 이들 금속들의 농도가 각각 100 mg/L, 500 mg/L, 1,000 mg/L, 3,000 mg/L 및 5,000 mg/L인 용액들을 조제하고, 여기에 니켈의 최종 농도가 1 mg/L 되도록 니켈 표준용액을 일정하게 첨가한 후 ICP와 AAS로 니켈을 측정하여 Fig. 1과 Fig. 2의 결과를 얻었다. Fig. 1에서 보는 바와 같이 231.604 nm와 221.648 nm 및 232.003 nm 파장에서<sup>3</sup> 니켈을 측정할 결과, 구리 및 아연은 약 1,000 mg/L까지는 3 파장 모두 커다란 영향을 받지 않았지만 철은 농도가 증가함에 따라 큰 영향을 받았다. 또한 크로뮴은 221.648 nm 파장에서는 영향을 전혀 받지 않았지만 231.604 nm와 232.003 nm 파장에서는 크로뮴의 농도가 증가할수록 니켈의 측정값이 매우 크게 증가하여 232.003 nm 측

정의 경우 그림에는 나타내지 않았다. 그러나 철의 경우 철의 농도가 100 mg/kg 이상인 경우에는 모든 파장에서 강하게 영향을 받는 것으로 나타났다. 즉 231.604 nm 및 221.648 nm 파장에서 철의 농도가 증가할수록 영향을 받아 니켈의 회수율이 점차적으로 증가하고 232.003 nm 파장에서 그와 반대로 철의 농도가 증가할수록 영향을 받아 니켈의 회수율이 점차적으로 감소하여 고농도의 철이 존재할 경우 편차가 커지는 것을 알 수 있었다.

Fig. 2에서 알 수 있는 바와 같이 AAS로 232.0 nm에서 측정할 결과 철의 농도가 증가할수록 니켈의 회수율이 크게 증가하는 것을 알 수 있었으나, 구리 및 아연의 경우 약 3,000 mg/L의 농도 부근까지 큰 영향을 받지 않는 것으로 나타났으며, 농도가 5,000 mg/L인 경우에도 니켈의 회수율이 86% 이상으로 나타났다.

이와 같은 결과에서 ICP-AES 및 AAS 측정 시 고농도의 철이 존재할 경우 편차가 커지는 것을 알 수 있었으며, 기타 다른 원소가 저농도로 존재하는 경우에는 니켈의 함유량 분석에 영향을 주지 않는 것으로 나타났다. ICP-AES의 경우 공존원소의 농도가 높을수록 복사선들의 세기도 강하여 분광학적 방해를 일으

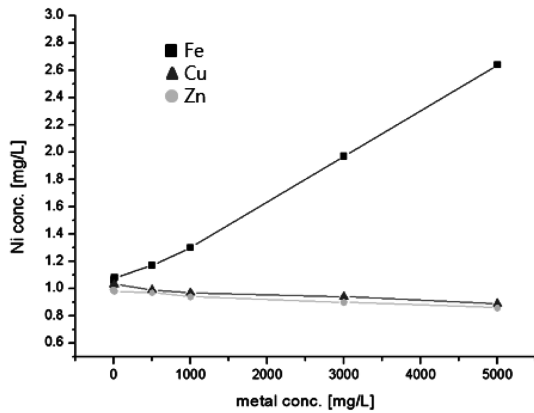
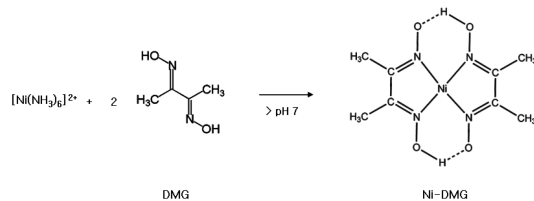


Fig. 2. Interfering effects of Fe, Cu and Zn on Ni-determination by AAS.

키는 것으로 판단된다. 특히 철의 경우에는 AAS에서 철 원소에 의한 분광학적 방해로 일으키는 것으로 판단된다.

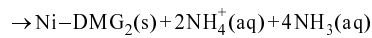
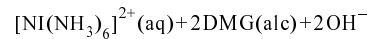
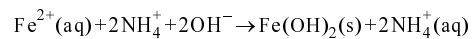
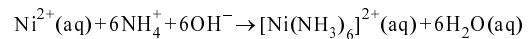
시험 대상 기질성분들의 니켈 정량 분석에 대한 영향을 검토한 결과 Fe 등의 성분 원소들이 고농도로 존재할 경우 목적 원소인 니켈 회수율에 영향을 주는 것으로 나타났다. 그러므로 기질 성분원소들의 존재로 인하여 분해된 시험용액으로부터 직접 니켈 정량 분석에 어려움을 주기 때문에 시료를 분해하여 조제된 시험 원액을 ICP-AES 및 AAS로 직접 분석하는 것은 적합하지 않은 것으로 나타났다. 그러므로 여러 성분이 공존하는 계에서 방해 원소의 영향을 받지 않고 목적원소를 분석하기 위하여 용매추출<sup>10-13</sup>에 의한 방법을 이용하여 목적 원소를 분리하여 ICP-AES 및 AAS로 분석하는 방법을 고찰하였다.



시료를 분해하여 조제된 균일한 용액을 약알칼리성으로 만들고 니켈화합물을 착화합물로 만들어 유기용매에 용출하게 되면 matrix로부터 니켈을 분리할 수 있으므로 니켈화합물을 정확하게 정량할 수 있다. 니켈화합물을 착화물화하기 위하여 dimethylglyoxime (DMG)을 착화제로 선택하였다.<sup>14-15</sup> 기타 착화제들은 다양한 원소들과 착화합물을 형성하기 때문에 니켈을 선택적으로 분리하기에는 부적합하며, DMG는 다음의

반응식과 같이 약알칼리성에서 니켈화합물과 선택적으로 Ni-DMG complex를 형성하여 rose-red의 착물이 생성되기 때문에 분리하기가 용이하다.

선택적으로 형성된 Ni-DMG 착화합물이 수용액에서는 침전물을 형성하지만 유기용매에서는 용해되는 특성을 가지고 있기 때문에 CHCl<sub>3</sub> 등의 유기용매를 이용하여 Ni-DMG 착화합물을 유기용매층으로 추출하는 방법을 선택하였다. 용액을 암모니아수로 알칼리화하면 다음 reaction mechanism과 같이 니켈화합물의 니켈이온(II)은 NH<sub>3</sub> 분자와 octaeder 형의 착물을 형성하여 수용액에서 이온화되어 용해되나, 철화합물의 철이온은 암모니아와 착물을 형성하지 않고 침전물을 형성하게 된다. 또한 이 알칼리성 용액에 DMG를 가하게 되면 니켈이온만이 DMG와 착물을 형성하고 철화합물은 반응을 하지 않는다. DMG는 기타 구리, 아연, 크로뮴 등의 화합물과 착물을 형성하지 않는다.



착물이 들어 있는 용액에 CHCl<sub>3</sub>을 가하고 강하게 흔든 다음 정치하면, 유기용매층과 수용액층으로 상분리가 형성된다. CHCl<sub>3</sub> 용매층에 Ni-DMG 착물이 용해되어 있으므로 CHCl<sub>3</sub> 용매를 분리하여 유기용매를 휘발시켜 제거하고 DMG를 질산으로 분해하여 기기 분석을 수행하면 기질의 영향을 받지 않고 니켈을 정량할 수 있었다.

### 3.3. 표준용액첨가에 따른 회수율시험

니켈화합물의 정량에 있어서 회수율을 검토하기 위하여 수용액에 니켈의 농도가 각각 5.0 mg/L가 되도록 니켈 표준용액을 가한 다음 2.3의 조작으로 용매추출시험을 수행하였다. Fig. 3의 ICP 및 AAS 측정 결과에서 니켈의 공명에너지에 상응하는 각 파장에서 99% 이상의 우수한 회수율과 재현성을 나타냈다.

철용액에서 니켈의 회수율을 검토하기 위하여 철의 농도가 30.0 mg/L인 용액에 니켈의 농도가 각각 5.0 mg/L가 되도록 니켈 표준용액을 가한 다음 2.3의 조작으로 ICP 및 AAS 측정 결과에서 Fig. 4와 같이 니켈의 공명에너지에 상응하는 각 파장에서 97~98% 정도의 회수율과 재현성을 나타냈다. 이와 같은 결과에서 DMG/CHCl<sub>3</sub> system의 용매추출을 통한 니켈의 정

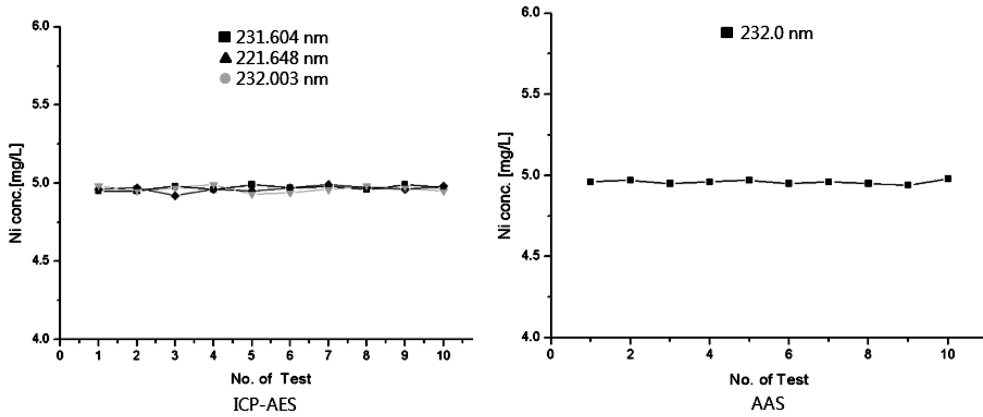


Fig. 3. Recovery of nickel by solvent extraction method.

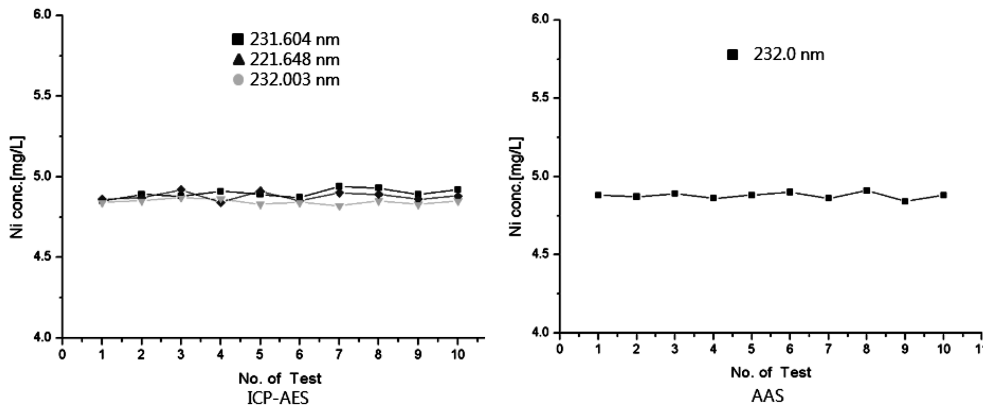


Fig. 4. Recovery of nickel in 30 mg Fe/L solution.

Table 2. Certified value and measured value of nickel concentration in CRM

CRM	Certified value (mg Ni/kg)	ICP or AAS	Measured value			
			Average (mg/kg)	Standard deviation (mg/kg)	Relative standard deviation(%)	Recovery (%)
BAM-376	209±6	ICP	208.7	3.3	1.6	99.9
		AAS	207.6	3.3	1.6	99.3
CRM PACS-2	39±3	ICP	38.5	3.1	8.0	98.7
		AAS	38.2	2.2	5.9	97.9

량에 철화합물에 의한 영향을 받지 않는 것으로 나타났다.

3.4. 인증표준물질을 이용한 재현성 시험

Table 2의 인증표준물질(certified reference material, CRM)인 BAM (federal institute for materials research and testing)의 구리(99.5%) 표준물질 BAM-376 및 NRC-CNRC (National research Council of Canada Institute

for National Measurement Standards)의 세라믹 소재 (Si, 28%)인 PACS-2를 사용하여 니켈을 용매추출하여 정량하는 방법의 유효성을 확인하였다.

Fig. 5에서 보는 바와 같이 금속 시료인 BAM-376 표준시료를 무작위로 10 개 채취하여 반복시험을 수행한 결과 ICP-AES의 측정파장이 231.604 nm에서 니켈의 평균농도가 약 208.7 mg/kg로서 회수율이 99.9%를 보이고 있으며, 221.648 nm 파장에서도 니켈의 평

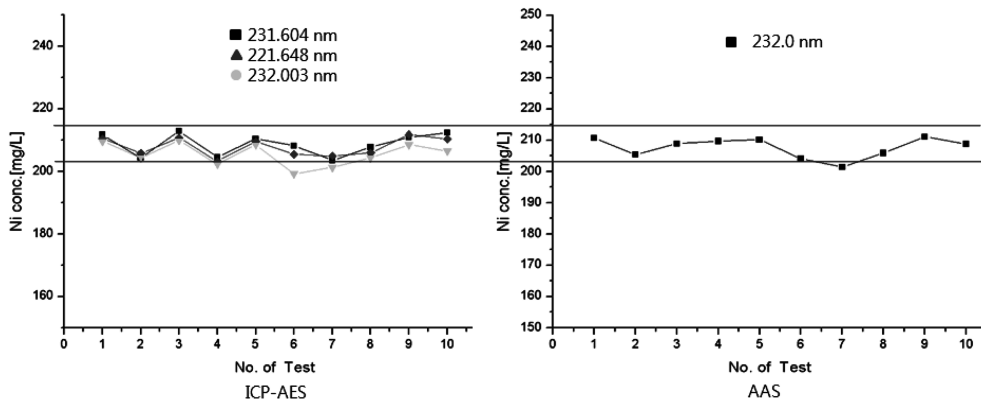


Fig. 5. Recovery of nickel in CRM BAM-376.

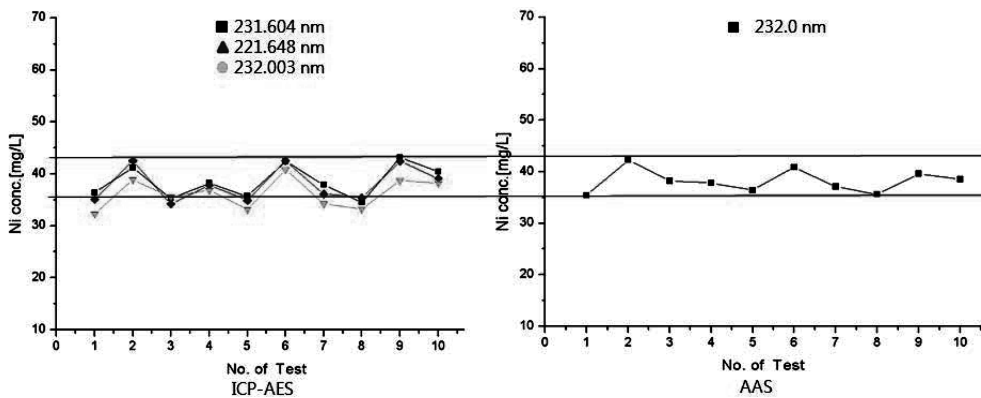


Fig. 6. Recovery of nickel in CRM PACS-2.

균농도가 약 207.8 mg/kg이고, 회수율이 99.4%를 나타내고 있으므로 시험방법의 재현성이 우수한 것으로 판단된다. 232.003 nm 파장에서도 98% 이상의 회수율을 나타내고 있지만, 두 개 결과값이 편차범위를 벗어나 정확도가 다른 파장에서보다 낮은 것으로 나타났다. AAS 분석결과 232.0 nm 파장에서 니켈의 평균농도가 약 207.6 mg/kg이고, 회수율이 99.3%로서 비교적 우수하게 나타났다.

Fig. 6에서 보는 바와 같이 PACS-2 표준시료를 무작위로 10 회 채취하여 반복시험을 수행한 결과 ICP-AES의 측정파장이 231.604 nm에서 니켈의 평균농도가 약 38.5 mg/kg이고, 회수율이 98.7%를 보이고 있으며, 221.648 nm 파장에서도 니켈의 평균농도가 약 38.0 mg/kg이고, 회수율이 97.4%를 나타내고 있으므로 상대표준편차가 약간 높게 계산되었지만, 두 파장에서 측정된 값은 대부분 인증표준물질에서 제공된 편차 범위 내에서 나타나므로 시험방법의 재현성이 우수한 것으로 판단된다. 232.003 nm 파장에서는 약

40%의 결과값이 편차범위를 벗어나고 있으므로 정확도가 떨어진다. AAS 분석결과 232.0 nm 파장에서 니켈의 평균농도가 약 38.2 mg/kg이고, 회수율이 97.9%로서 역시 마찬가지로 편차범위를 고려한다면 우수한 회수율을 나타내고 있다.

#### 4. 결 론

니켈을 ICP-AES를 이용하여 정량하는 경우 철, 구리, 아연 및 크로뮴 원소의 방해가 받는 것으로 나타났다. 방해원소로부터 니켈을 분리하기 위하여 dimethylglyoxime (DMG)을 complexing agent로 사용하여 분석한 결과 방해원소로부터 영향을 받지 않고 정량할 수 있었다. AAS를 사용하는 경우에는 철의 방해가 받는 것으로 나타났으나, DMG를 사용하여 분리한 다음 분석한 결과 방해원소로부터 영향을 받지 않고 정량할 수 있었다. 인증표준물질을 전 처리하고, 니켈을 Ni-DMG 착물을 만들어  $CHCl_3$ 로 추출한 다음

용매와 DMG를 제거하고 니켈을 정량하여 인증값과 거의 유사한 결과를 구했다. 따라서 금속, 세라믹 또는 플라스틱 소재 등 다양한 소재에 함유된 니켈을 DMG/CHCl<sub>3</sub> 용매추출 방법으로 분리하여 ICP-AES 및 AAS로 측정하면 기질원소들의 영향을 거의 받지 않고 미량의 니켈을 정량할 수 있는 것으로 나타났다.

### 감사의 글

이 연구는 2008년 지식경제부 청정생산이전확산사업의 연구비를 받아 수행한 것으로 이에 깊은 감사의 뜻을 표합니다.

### 참고문헌

1. L. Bercovitch and J. Luo, *Canad. Med. Assoc. J.*, **178**, 23-24 (2008).
2. L. E. Bryld, C. Hindsberger, K. O. Kyvik, T. Agner and T. Menne, *Br. J. Dermatol.*, **149**, 1214-1220 (2003).
3. J. P. Thyssen, A. Linneberg, T. Menne and J. D. Johansen, *Dermatitis*, **57**, 287-299 (2007).
4. G. Heine, A. Schnuch, W. Uter and M. Worm, *Contact Dermatitis*, **51**, 111-117 (2004).
5. J. A. C. Broekaert, T. Graule, H. Janett, G. Tolg and P. Tschopel, *Fresenius Z. Anal. Chem.*, **322**, 825-838 (1989).
6. T. Ishizuka, Y. Uwamino and A. Tange, *Anal. Chim. Acta*, **161**, 285-291 (1984).
7. R. A. Sutherland and F. M. G. Taek, *Adv. Environ. Res.*, **8**, 37-50 (2003).
8. J. Wang, T. Nakazako, K. Sakanishi, O. Yamada, H. Tao and I. Saito, *Talanta*, **68**, 1584-1590 (2006).
9. V. Sandroni and C. M. M. Smith, *Anal. Chim. Acta*, **468**, 335-344 (2002).
10. L. G. D. anielsson, B. Magnusson, S. Westerlund and K. Zhang, *Anal. Chim. Acta*, **144**, 183-188 (1982).
11. J. Flanjak and A. Hodda, *Anal. Chim. Acta*, **172**, 313-316 (1985).
12. P. J. Stratham, *Anal. Chim. Acta*, **169**, 149 (1985).
13. K. J. Iroglic, *Anal. Chim. Acta*, **196**, 23 (1987).
14. V. P. Dedkova, O. P. Shvoeva and S. B. Savvin, *J. Anal. Chem.*, **56**(8), 758-762 (2001).
15. O. V. Mikhailov, *Russ. J. Coord. Chem.*, **28**(5), 352-357 (2002).